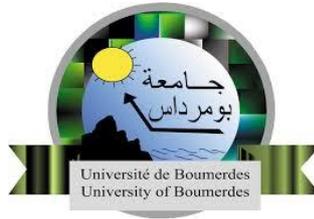


N° Ordre...../FS/UMBB/2024

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES**



**Faculté des Sciences  
Mémoire de Master**

Présenté par :

**Iman Ithar BOUZIDI  
Kamelia KECHNIT**

En vue de l'obtention du diplôme de **Master** en :  
**Filière : Sciences Alimentaires**  
**Spécialité : Nutrition et Sciences des Aliments**

**Etude de la Stabilité de Fromages Fondus et Optimisation  
des Performances d'un Nouveau Conservateur Naturel, par  
la Méthodologie des Surfaces de Réponses**

**Devant le jury composé de :**

|                                  |      |                 |              |
|----------------------------------|------|-----------------|--------------|
| M <sup>me</sup> Karima DEHAK     | Pr.  | Univ. Boumerdes | Président    |
| M <sup>me</sup> Sabrina AIT KAKI | Pr.  | Univ. Boumerdes | Examineur    |
| M. Abdelhamid CHERFI             | Pr.  | Univ. Boumerdes | Encadreur    |
| M. Farid HALET                   | MCA. | Univ. Boumerdes | Co-Encadreur |
| M. M'hamed LAIDI                 | Ing. | Société Falait  | Invité       |

Année Universitaire 2023/2024

## اهراء

{يَرْفَعُ اللَّهُ الَّذِينَ آمَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ وَرَحْمَاتٍ }

"وتشاء أنت من البشائر قطرة ويشاء ربك أن يغيثك بالمطر، وتشاء أنت من الأماني نجمة ويشاء ربك أن يناولك القمر، وتضل تسعى جاهدا في همة والله يعطي من يشاء إذا شكر " فالحمد لله الذي إذا أعطى أذهش الحمد لله الذي أغدقني سرورا وجعل طريقي يسيرا.

أهدي نجاحي هذا إلى قسي الطموحة التي رغم كل العثرات قاومت حتى نالت، لم يكن سهلا لكنك كنت تستحقين. إلى الجدار الذي أستند عليه، الكتف الذي أضع عليه أثقالتي، إلى من قال لي يوما أن الثبات في الحياة دائما للأصح، أعلم أنك اليوم أسعد مني، وأعلم أنك تفتخر بي، لكنك لا تعلم أنك أنت الفخر بالنسبة لي، قدوتي في الحياة أبي.

إلى الأميرة أمي التي علمتني كيف أرتقي سلم الحياة بحكمة وصبر. وإلى من كانت لي أما ثانية لقد كانت دعواتك الصادقة سر توفيتني خالتي.

إلى من قيل فيهم "سنشد عضدك بأخيك" إخوتي: الياس أصيلة وفادية أدامكم الله لي أتم ملاذ روعي وملجئي الدائم.

إلى الأيدي التي تمد لي العون عندما أتعثر وتدفعني لمقاومة كل الأشياء التي تستدعي السقوط عائلتي

إلى كل من أخذته الموت مني تمنيت لو كنتم اليوم معي لكنكم دائما في قلبي رحمكم الله.

إلى رفقاء الخطوة الأولى والخطوة ما قبل الأخيرة .... إلى من كانوا في السنوات العجاف صحابا مطرا كاميلية

إلى ذلك الذي تسكنه أمنية يسعى جاهدا لتحقيقها الحياة لا تسير في خط مستقيم إياك أن تنهزم إياك أن تضع العذر في سوء حظك أمام ما تتمناه .... قاتل حتى تصل.

إلى كل طالب في غزة منعه الظلم من أن يكون اليوم مكاني، إلى كل مقاوم في فلسطين ..... لا تقلق سستنصر.

وأخيرا من قال أنا لها نالها تأكدوا أن كل الأحلام تتحقق وأن الأحلام التي لم تتحقق تحلى عنها أصحابها.

"وَأَجْرُ وَعْوَاهُمْ أَنْ الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ"

إيمان إشار

# اهراء

"وَأَعِزُّوا نَفْسَكُمْ لِرَبِّ الْعَالَمِينَ"

ما سلكنا البدايات الا بتيسيره وما بلغنا النهايات الا بتوفيقه وما حققنا الغايات الا بفضل الله الذي بلغنا التمام وحسن الختام  
اهدي تخرجي الى من علموني أن الدنيا كفاح وسلاحها العلم والمعرفة الى الذين لم يخلوا على أي شيء الى من سعوا وناضلوا لأجل  
راحتي ونجاحي، الى من احتضنوا حلمي وعرسوا في العزيمة والإرادة ومنحوني دعمهم وثقتهم قوتي ومسكني أمي وأبي

الى الابادي الطاهرة التي رافقتني بحب ولطف الى معنى الحنان والتفاني جدي وجدتي

الى ضياد قلبي سندي ومسندي الى من شددت عضدنا بهم فكانوا لنا ينباع ارتواء اخوتي يونس، مصطفى وصغيري أصيل

الى اختي الصغيرة ليديا وصديقة طفولتي فريال

الى الأيدي التي تمد لي العون عندما أتعث، الى من أضاءوا عمتي عندما أطفأتني الحياة أقاري وأختص بالذكر خالاتي وأخوالي

## وبنات عمي

الى رفيقة دربي التي لم تخلني في كل ضيق ومحنة من كانت معي في كل خطوة ايثار لا اقتباس ينصفك ولا نص يكفي للحديث عن  
حسن صحبتك

والى شريك الدرب الطويل وانيس الحياة

الى رمز الفداء الى العظيمة فلسطين، والى من زكوا بدمائهم أرض الوطن الحبيب الأكرم منا جميعا شهداء فلسطين

اهديكم هذا الإنجاز وثمره النجاح الذي طالما تمنينته راجية من الله تعالى ان ينفعني بما علمني وان يعلمني ما أحمله يجعله حجة لي لا علي

كاملية

# REMERCIEMENTS

Nous tenons tout d'abord à exprimer notre profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce travail de recherche.

En premier lieu, nous remercions vivement notre encadreur, Monsieur **Abdelhamid CHERFI**, pour ses orientations, ses précieux conseils et son soutien indéfectible tout au long de ce projet. Son expertise et sa disponibilité ont été essentielles à la réussite de ce travail.

Nous exprimons également nos remerciements notre superviseur de stage chez Falait, Monsieur **M'Hamed LAIDI**, pour son soutien quotidien, sa patience et ses précieuses recommandations. Votre participation et votre gentillesse ont été d'une grande aide dans la réalisation de ce projet. Nous n'oublions pas l'ensemble des travailleurs, notamment ceux du laboratoire de contrôle de la qualité de la Fromagerie Falait.

Nous exprimons nos vifs remerciements à Madame **Karima DEHAK**, pour avoir accepté de présider notre jury de soutenance, mais aussi pour son implication et ses judicieux conseils lors de la réalisation d'une partie essentielle de ce travail.

Nous exprimons également nos remerciements à notre co-encadreur, Monsieur **Farid HALET**, pour ses conseils avisés et ses encouragements constants. Votre rigueur scientifique et votre perspicacité ont grandement enrichi cette recherche.

Nous remercions Madame **Sabrina AIT KAKI** pour avoir accepté d'examiner ce travail que nous sommes sûrs qu'elle jugera, de par ses compétences, à sa juste valeur.

Nous n'oublions pas de remercier aussi nos familles et nos amis proches, pour leur soutien inconditionnel, leurs encouragements et leur compréhension tout au long de cette période d'étude intense.

Enfin, nous tenons à exprimer notre gratitude à tous les enseignants, chercheurs et professionnels qui ont partagé leurs connaissances et leur expertise avec nous tout au long de notre parcours académique, en particulier Monsieur **Abdellah Ammi Said** ainsi que les techniciennes du département de Biologie qui ont une part importante dans la réussite de ce travail de master.

# LISTE DES ABREVIATIONS

- CNIEL** : Centre National Interprofessionnel de l'Économie Laitière.
- FAO** : Food and Agriculture Organisation.
- OMS** : Organisation Mondiale de la Santé.
- SIN** : Système Internationale de Numérotation des additifs alimentaires.
- pH** : potentiel Hydrogène.
- EST** : Extrait Sec Total.
- MG** : Matière Grasse.
- ESD** : Extrait Sec Dégraissé.
- AFNOR** : Association Française de Normalisation.
- ISO** : International Organization for Standardization.
- MGV** : Matière Grasse Végétale.
- MGLA** : Matière Grasse Laitière Animale.
- KS** : Karl Schnell.
- PDL** : Poudre Du Lait.
- UHT** : Ultra-Haute Température.
- EDTA** : acide Ethylène Diamine Tétra-Acétique.
- CSR** : *Clostridium* Solfito Réducteur.
- TSE** : Tryptone Sel Eau.
- FMAT** : Flore Mésophile Aérobie Totale.
- UFC** : Unité Formatrice de Colonie.
- MPE** : Méthodologie des Plan d'Expériences.
- PFC** : Plan Factoriel Complet.
- PCC** : Plan Composite Centrée.
- ANOVA** : ANalysis Of VAriance.
- DLC** : Date Limite de Consommation.
- PNDP** : Pin- Needles Derived Preservative.
- EMAUS** : Extraction Macération Assistée par les Ultra-Sons.
- TPC** : Total Polyphenol Content.
- AG** : Acide Gallique.
- DPPH** : DiPhénylPicrylHydrazyle.
- AA** : Acide Ascorbique.

# LISTES DES FIGURES ET DES TABLEAUX

## 1. Liste des Figures

|   |    |
|---|----|
| <b>Figure I.1.</b> Composition générale du fromage fondu.   | 22 |
| <b>Figure I.2.</b> Principaux pays exportant du fromage dans le monde en 2022.  | 26 |
| <b>Figure I.3.</b> Classement par continents de la production de fromage fondu.   | 27 |
| <b>Figure I.4.</b> Etapes industrielles pour la préparation du fromage fondu.   | 29 |
| <b>Figure I.5.</b> Rôle des sels de fonte.  | 30 |
| <b>Figure I.6.</b> Effet de l'écémage sur la consistance de la Pâte fromagère.  | 31 |
| <b>Figure II.1.</b> Biochimie de la fonte de fromage.   | 37 |
| <b>Figure II.2.</b> Conditionneuse automatique de fromage en portion.   | 40 |
| <b>Figure II.3.</b> Composants de qualité selon la croix de Mainguy : Théorie des 4S + 1.   | 42 |
| <b>Figure III.1.</b> Quelques produits connus de la gamme Falait.   | 49 |
| <b>Figure III.2.</b> Broyage des matières premières solides.  | 52 |
| <b>Figure III.3.</b> Cuve de crémage.   | 53 |
| <b>Figure III.4.</b> Photographie de la couleuse de marque Corazza.   | 54 |
| <b>Figure III.5.</b> Thermo-balance modèle...pour la mesure de l'extrait sec (%).   | 56 |
| <b>Figure III.6.</b> Domaine d'étude pour un facteur.   | 62 |
| <b>Figure III.7.</b> Schéma présentant les expériences d'un PCC $2^2+2*2+1$ .   | 65 |
| <b>Figure III.8.</b> Retours de produits de juin à septembre 2023.  | 69 |
| <b>Figure III.9.</b> Pin blanc de Provence ou pin d'Alep.   | 71 |
| <b>Figure III.10.</b> Dispositif expérimental : EMAUS.  | 72 |
| <b>Figure III.11.</b> Méthode de préparation des pré-cultures (repiquage).  | 76 |
| <b>Figure III.12.</b> Réalisation des tests antibactériens.   | 77 |
| <b>Figure III.13.</b> Réalisation des tests antifongiques.  | 78 |
| <b>Figure IV.1.</b> Grandeurs expérimentales vs. Grandeurs calculées.   | 82 |
| <b>Figure IV.2.</b> Classement des effets des facteurs sur les réponses étudiées.   | 83 |
| <b>Figure IV.3.</b> Surface de réponses en fonction de $(X_1, X_2)$ , $(X_1, X_3)$ et $(X_2, X_3)$ .                              | 85 |
| <b>Figure IV.4.</b> Simulation par la fonction Désirabilité de la stabilité du fromage fondu Cheezy soumis à diverses conditions. | 87 |
| <b>Figure IV.5.</b> Détermination du taux d'humidité du précurseur.   | 88 |
| <b>Figure IV.6.</b> Courbe d'étalonnage du spectromètre à l'acide gallique.   | 88 |
| <b>Figure IV.7.</b> Courbe d'étalonnage du spectromètre à l'acide ascorbique.   | 89 |
| <b>Figure IV.8.</b> Rendement en extrait sec obtenus pour les différentes conditions expérimentales du PCC adopté.                | 90 |
| <b>Figure IV.9.</b> Teneur en polyphénols totaux (TPC) pour les différentes conditions expérimentales du PCC suivi.               | 90 |
| <b>Figure IV.10.</b> Indice d'inhibition au DPPH : DPPH-I%, pour les différentes conditions expérimentales du PCC suivi.          | 91 |
| <b>Figure IV.11.</b> Rendement expérimental vs. Rendement calculé.  | 92 |
| <b>Figure IV.12.</b> Classement des effets des facteurs, de leurs effets quadratiques et d'interaction.                           | 93 |
| <b>Figure IV.13.</b> Courbes d'iso-réponses : Rendement vs. $(X_1, X_2)$ et $(X_1, X_3)$ .  | 93 |
| <b>Figure IV.14.</b> Surface de réponses en fonction de $(X_1, X_2)$ , $(X_1, X_3)$ et $(X_2, X_3)$ .                             | 94 |
| <b>Figure IV.15.</b> TPC expérimentale vs. TPC calculée.  | 95 |

|   |     |
|---|-----|
| <b>Figure IV.16.</b> Classement des effets des facteurs sur la TPC.   | 96  |
| <b>Figure IV.17</b> les courbes d'iso-réponses : TPC en fonction de $(X_1, X_2)$ et $(X_1, X_3)$ .                              | 96  |
| <b>Figure IV.18.</b> Tracé 3D des surfaces de réponses des TPC vs. $(X_1, X_2)$ , $(X_1, X_3)$ et $(X_2, X_3)$                  | 97  |
| <b>Figure IV.19.</b> DPPH-I% expérimentale vs. DPPH-I% calculée.  | 98  |
| <b>Figure IV.20.</b> Classement des effets des facteurs sur la DPPH-I%.   | 98  |
| <b>Figure IV.21.</b> Courbes d'iso-réponses : DPPH-I% vs. $(X_1, X_2)$ et $(X_1, X_3)$ .  | 99  |
| <b>Figure IV.22.</b> Tracé 3D des surfaces de réponses : DPPH-I% vs. $(X_1, X_2)$ , $(X_1, X_3)$ et $(X_2, X_3)$                | 99  |
| <b>Figure IV.23.</b> Optimisation par la fonction Désirabilité du procédé EMAUS adopté pour l'élaboration du conservateur PNDP. | 100 |
| <b>Figure IV. 24.</b> Résultats des tests antibactériens.   | 101 |
| <b>Figure IV. 25.</b> Résultats des tests antifongiques.  | 102 |

## 2. Liste des tableaux

|   |     |
|---|-----|
| <b>Tableau I.1.</b> Composition et apports de 100 g de fromage fondu.   | 22  |
| <b>Tableau II.1.</b> Dénomination des sels de fonte.  | 36  |
| <b>Tableau II.2.</b> Apport nutritif du fromage fondu en portions.  | 37  |
| <b>Tableau II.3.</b> Comparaison des gels lactiques et présure.   | 38  |
| <b>Tableau II.4.</b> Comparaison des caillés : lactiques et présure.  | 39  |
| <b>Tableau II.5.</b> Exemple de conditionnement et caractéristiques de fromages fondus.   | 40  |
| <b>Tableau II.6 :</b> Les défauts d'origine chimique ou physique après conditionnement.   | 45  |
| <b>Tableau III.1.</b> Analyse de la variance (ANOVA).   | 67  |
| <b>Tableau III.2.</b> Domaine de variation des facteurs étudiés.  | 70  |
| <b>Tableau III.3.</b> Matrice d'expériences du PCC adopté - stabilité des fromages fondus.  | 70  |
| <b>Tableau III.4.</b> Domaine de variation des facteurs étudiée.  | 73  |
| <b>Tableau III.5.</b> Matrice d'expériences du PCC adopté.  | 73  |
| <b>Tableau IV.1.</b> Propriétés physico-chimiques des fromages Cheezy et Cheezy à l'Edam.   | 80  |
| <b>Tableau IV.2.</b> Pourcentages moyens de variation des propriétés physico-chimiques des fromages industriels Falait : Cheezy et Cheezy à l'Edam. | 81  |
| <b>Tableau IV.3.</b> Analyse ANOVA sur les coefficients des modèles élaborés.   | 83  |
| <b>Tableau IV.4.</b> Analyse ANOVA des coefficients du modèle élaboré pour Rend%.   | 92  |
| <b>Tableau IV.5.</b> Analyse ANOVA des coefficients du modèle élaboré pour TPC.   | 95  |
| <b>Tableau IV.6.</b> Analyse ANOVA des coefficients du modèle élaboré pour la DPPH-I%.  | 98  |
| <b>Tableau IV.7.</b> Diamètre des zones d'inhibition (mm) de l'extrait des aiguilles de pin.  | 101 |



# TABLE DES MATIERES

|  |           |
|--|-----------|
| <b>REMERCIEMENTS</b>   | <b>4</b>  |
| <b>LISTE DES ABREVIATIONS</b>                                | <b>5</b>  |
| <b>LISTES DES FIGURES ET DES TABLEAUX</b>                    | <b>6</b>  |
| <b>TABLE DES MATIERES</b>                                    | <b>8</b>  |
| <b>INTRODUCTION GENERALE</b>                                 | <b>14</b> |
| <b>CHAPITRE I :</b>  | <b>17</b> |
| <b>GENERALITES SUR LES FROMAGES ET L'INDUSTRIE FROMAGERE</b> | <b>17</b> |
| <b>INTRODUCTION</b>  | <b>18</b> |
| <b>I. GENERALITES SUR LES FROMAGES</b>                       | <b>18</b> |
| <b>I.1. Histoire du fromage</b>                              | <b>18</b> |
| <b>I.2. Définition du fromage</b>                            | <b>18</b> |
| I.2.1. Le fromage sur le plan alimentaire                    | 19        |
| I.2.2. Le fromage sur le plan législatif                     | 19        |
| <b>I.3. Le fromage fondu</b>                                 | <b>19</b> |
| I.3.1. Principaux avantages du fromage fondu                 | 20        |
| I.3.2. Types de fromages fondus                              | 20        |
| I.3.2.1. Fromage fondu type « bloc »                         | 20        |
| I.3.2.2. Fromage fondu type « coupe »                        | 21        |
| I.3.2.3. Fromage fondu tartinable                            | 21        |
| I.3.2.4. Fromage fondu toastable (pour refonte)              | 21        |
| I.3.2.5. Fromage fondu thermostable                          | 21        |
| I.3.3. Composition et valeurs nutritionnelles                | 21        |
| I.3.3.1. Eau   | 23        |
| I.3.3.2. Protéines   | 23        |
| I.3.3.3. Lipides   | 23        |
| I.3.3.4. Glucides  | 23        |
| I.3.3.5. Sels minéraux                                       | 24        |
| I.3.3.5.1. Sodium  | 24        |
| I.3.3.5.2. Potassium   | 24        |
|  | <b>8</b>  |



|  |           |
|--|-----------|
| I.3.3.5.3. Magnésium   | 24        |
| I.3.3.5.4. Fer   | 25        |
| I.3.3.6. Vitamines   | 25        |
| <b>II. L'INDUSTRIE FROMAGERE</b>   | <b>25</b> |
| <b>II.1. L'industrie fromagère en Algérie</b>                                  | <b>27</b> |
| <b>II.2. Technologie de fabrication du fromage fondu</b>                       | <b>28</b> |
| II.2.1. Rôle des ingrédients et des étapes de fabrication du fromage fondu     | 29        |
| II.2.1.1. Le broyage   | 29        |
| II.2.1.2. Le mélange   | 30        |
| II.2.1.3. Les sels de fonte  | 30        |
| II.2.1.4. Pré-cuisson  | 30        |
| II.2.1.5. Cuisson ou stabilisation thermique ou Traitement haute température   | 30        |
| II.2.1.6. Crémage  | 30        |
| II.2.1.7. Refroidissement  | 31        |
| <b>CHAPITRE II :</b>   | <b>32</b> |
| <b>FROMAGES INDUSTRIELS : FORMULATION, CARACTERISATION &amp; MICROBIOLOGIE</b> | <b>32</b> |
| <b>INTRODUCTION</b>  | <b>33</b> |
| <b>I. INGREDIENTS DE FORMULATION DU FROMAGE FONDU</b>                          | <b>33</b> |
| <b>I.1. Fromages de base</b>   | <b>33</b> |
| <b>I.2 Autres produits laitiers</b>  | <b>33</b> |
| <b>I.3. Matières premières végétales</b>                                       | <b>33</b> |
| <b>I.4. Préfonte</b>   | <b>34</b> |
| <b>I.5. Eau de procédé</b>   | <b>34</b> |
| <b>I.6. Additifs alimentaire</b>   | <b>34</b> |
| I.6.1. Aromes  | 34        |
| I.6.2. Colorants   | 34        |
| I.6.3. Agents de texture   | 35        |
| I.6.4. Conservateurs   | 35        |
| <b>I.7. Sels de fonte</b>  | <b>35</b> |
| <b>II. TECHNOLOGIE DE FABRICATION &amp; CONDITIONNEMENT</b>                    | <b>36</b> |
| <b>II.1. Sélection des fromages de base pour la formulation</b>                | <b>37</b> |



|   |           |
|---|-----------|
| <b>II.3. Mélange, cuisson et fonte</b>                            | <b>39</b> |
| <b>II.4. Stabilisation thermique de la pâte</b>                   | <b>39</b> |
| <b>II.5. Crémage</b>  | <b>39</b> |
| <b>II.6. Conditionnement</b>                                      | <b>40</b> |
| <b>II.7. Stockage et commercialisation</b>                        | <b>41</b> |
| <b>III. PARAMETRES DE CONTROLE DE LA QUALITE DU FROMAGE FONDU</b> | <b>41</b> |
| <b>III.1. Définition de qualité</b>                               | <b>41</b> |
| <b>III.2. Types de contrôle de la qualité</b>                     | <b>42</b> |
| III.2.1. Physico-chimique   | 42        |
| III.2.2. Organoleptique   | 42        |
| III.2.3. Plan microbiologique                                     | 43        |
| <b>III.3. Etapes du contrôle de la qualité</b>                    | <b>43</b> |
| III.3.1. Contrôles de la matière première                         | 43        |
| III.3.2. Contrôles en cours de fabrication                        | 43        |
| III.3.2.1. Préparation et dosage                                  | 43        |
| III.3.2.2. Prémélange et mélange                                  | 43        |
| III.3.2.3. Cuisson et fonte                                       | 43        |
| III.3.2.4. Stabilisation thermique                                | 44        |
| III.3.2.5. Crémage  | 44        |
| III.3.2.6. Conditionnement  | 44        |
| III.3.2.7. Refroidissement  | 44        |
| <b>III.3. Contrôle du produit fini</b>                            | <b>44</b> |
| <b>III.4. Défauts de fabrication de fromage fondu</b>             | <b>45</b> |
| III.4.1 Défauts physico-chimiques                                 | 45        |
| III.4.2. Défauts microbiologiques                                 | 46        |
| <b>CHAPITRE III : MATERIELS &amp; METHODES</b>                    | <b>48</b> |
| <b>INTRODUCTION</b>   | <b>49</b> |
| <b>I. PRESENTATION DE L'ENTREPRISE FALAIT</b>                     | <b>49</b> |
| <b>I.1. Historique &amp; présentation</b>                         | <b>49</b> |
| <b>I.2. La gamme de produits Falait</b>                           | <b>49</b> |
| I.2.1. Les produits CHEEZY  | 50        |
| I.2.2. Les produits Tartino                                       | 50        |
| I.2.3. Les produits Siplait                                       | 50        |



|   |           |
|---|-----------|
| <b>II. TECHNOLOGIE DE FABRICATION DES FROMAGES FONDUS CHEZ FALAÏT</b>                   | <b>50</b> |
| <b>II.1. Matières premières utilisées pour la fabrication de la gamme fondue Cheezy</b> | <b>50</b> |
| II.1.1. Poudre de lait  | 50        |
| II.1.2. Le Cheddar  | 51        |
| II.1.3. L'Eau   | 51        |
| II.1.4. Les additifs alimentaires   | 51        |
| II.1.5. La caséine présure  | 51        |
| II.1.7. Les sels de fontes  | 52        |
| <b>II.2. Etapes de production du fromage fondu</b>                                      | <b>52</b> |
| II.2.1. De la réception des matières premières au mélangeage                            | 52        |
| II.2.2. Traitements thermiques - Stérilisation  | 53        |
| II.2.2.1. Pré-cuisson   | 53        |
| II.2.2.2. Stérilisation   | 53        |
| II.2.3. Crémage   | 53        |
| II.2.4. Conditionnement   | 54        |
| II.2.4.1. Mise en portions  | 54        |
| II.2.4.2. Mise en boîtes  | 54        |
| II.2.4.3. Banderolage   | 54        |
| II.2.4.4. Encartonnage et palettisation   | 54        |
| II.2.4.5. Refroidissement   | 54        |
| II.2.4.6. Commercialisation   | 55        |
| <b>III. ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES &amp; MICRO-BIOLOGIQUES - ENTREPRISE FALAÏT</b>      | <b>55</b> |
| <b>III.1. Echantillonnage</b>   | <b>55</b> |
| <b>III.2. Analyses physico-chimiques</b>  | <b>56</b> |
| III.2.1. Détermination du pH (Beurre, Cheddar, produit fini)                            | 56        |
| III.2.2. Détermination de l'extrait sec total « EST » (AFNOR, 1986)                     | 56        |
| III.2.3. Détermination de la matière grasse (MG) (AFNOR, 1986)                          | 56        |
| III.2.4. Détermination du rapport 'R' matière grasse/matière sèche (MG/MS)              | 57        |
| III.2.5. Détermination du taux d'humidité   | 57        |
| III.2.6. Détermination du titre hydrométrique (Dureté de l'eau de procédé)              | 57        |
| III.2.7. Dosage des chlorures Cl <sup>-</sup>   | 57        |
| <b>III.3. Analyses microbiologique</b>  | <b>57</b> |
| III.3.1. Milieux de culture et dilution   | 57        |
| III.3.2. Recherche des germes   | 58        |
| III.3.2.1. Staphylococcus aureus  | 58        |
| III.3.2.2. Clostridium sulfito-réducteur  | 58        |
| III.3.2.4. La flore mésophile aérobie totale (FMAT)                                     | 58        |
| III.3.2.5. Escherichia coli   | 59        |
| III.3.2.6. Salmonella spp   | 59        |
| III.3.2.7. Levures et moisissures   | 59        |
| III.3.2.8. Eau de procédé   | 60        |
| III.3.2.9. Contrôle de l'ambiance   | 60        |
|   | <b>11</b> |



|   |           |
|---|-----------|
| III.3.2.10. Contrôle du personnel   | 60        |
| <b>IV. METHODOLOGIE DES PLANS D'EXPERIENCES (MPE)</b>   | <b>61</b> |
| <b>IV.1. Langage utilisé dans les plans d'expériences - Terminologie</b>                        | <b>61</b> |
| IV.1.1. Le Facteur (X)  | 61        |
| IV.1.2. Les variables centrées réduites   | 62        |
| IV.1.3. La Réponse (Y)  | 62        |
| IV.1.4. La Surface de réponse   | 62        |
| IV.1.5. Etapes d'une étude par plans d'expériences  | 63        |
| <b>IV.2. Modélisation mathématique</b>  | <b>63</b> |
| <b>IV.3. Plans Factoriels Complets (PFC) à deux niveaux <math>2^k</math></b>                    | <b>63</b> |
| IV.3.1. Construction des PFC à deux niveaux   | 63        |
| IV.3.1.1. Matrice d'expérience  | 64        |
| IV.3.1.2. Modélisation  | 64        |
| IV.3.2. Avantages et inconvénients des plans factoriels complets                                | 64        |
| <b>IV.4. Plans pour surface de réponses – Plans Composites Centrés (PCC)</b>                    | <b>65</b> |
| <b>IV.5. Vérification de la validité du modèle</b>  | <b>66</b> |
| IV.5.1. Coefficient de détermination ( $R^2$ , et $R^2$ ajusté)                                 | 66        |
| IV.5.2. Analyse statistique des coefficients (Test de Student)                                  | 66        |
| IV.5.3. Test de Fisher  | 67        |
| <b>IV.6. Logiciels pour les plans d'expériences</b>   | <b>68</b> |
| <b>V. ETUDE DE LA STABILITE DE FROMAGES INDUSTRIELS 'FALAIT'</b>                                | <b>68</b> |
| V.1. Plan centrale composite PCC $2^3+6+2$ adopté   | 69        |
| <b>VI. ELABORATION D'UN NOUVEAU CONSERVATEUR SELON UNE METHODOLOGIE AUX PLANS D'EXPERIENCES</b> | <b>71</b> |
| <b>IV.1. Choix du précurseur – Echantillonnage – Préparation</b>                                | <b>71</b> |
| IV.1.1. Plan centrale composite PCC $2^3+6+2$ adopté  | 72        |
| <b>VI.2. Méthode de caractérisation du PNDP</b>   | <b>73</b> |
| IV.2.1. Détermination du rendement du procédé EMAUS : Rend%                                     | 74        |
| IV.2.2. Dosage des composés phénoliques par la méthode de Folin-Ciocalteu (TPC)                 | 74        |
| IV.2.3. Détermination de l'activité antioxydante (DPPH-I%)                                      | 75        |
| VI.2.4. Détermination de l'activité antibatérienne  | 75        |
| IV.2.4.1. Préparation des pré-cultures  | 76        |
| IV.2.4.2. Test antibactérien  | 76        |
| IV.2.5. Test de l'activité antifongique   | 77        |
| IV.2.5.1. Purification des souches  | 78        |
| IV.2.5.2. Test antifongique   | 78        |
| <b>CHAPITRE IV : RESULTATS EXPERIMENTAUX &amp; DISCUSSIONS</b>                                  | <b>79</b> |
|   | 12        |



|  |            |
|--|------------|
| <b>INTRODUCTION</b>  | <b>80</b>  |
| <b>IV.1. Etude de la stabilité des fromages fondus industriels</b>                                   | <b>80</b>  |
| IV.1.1. Résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques des fromages étudiés            | 80         |
| IV.1.2. Résultats du PCC adopté pour l'étude de la stabilité des fromages                            | 82         |
| IV.1.2.1. Optimisation par la fonction Désirabilité de la stabilité du fromage fondu Cheezy          | 86         |
| <b>IV.2. Elaboration et caractérisation d'un conservateur issu des aiguilles de pin</b>              | <b>88</b>  |
| IV.2.1. Détermination du taux d'humidité du précurseur   | 88         |
| IV.2.2. Dosage des composés phénoliques par la méthode de Folin-Ciocalteu (TPC)                      | 88         |
| IV.2.3. Détermination de l'activité antioxydante (DPPH-I%)   | 89         |
| IV.2.4. Evaluation de l'extrait des aiguilles de pins (PNDP) selon le PCC adopté                     | 89         |
| IV.2.5. Résultats du PCC pour l'optimisation des propriétés du conservateur PNDP                     | 91         |
| IV.2.5.1. Rendement du procédé d'extraction EMAUS  | 91         |
|  | 94         |
| IV.2.5.2. Etude de la teneur en polyphénols totaux (TPC)   | 94         |
| IV.2.5.3. Etude de l'activité antioxydante (DPPH-I%)   | 97         |
| IV.2.5.4. Optimisation par la fonction Désirabilité du procédé d'extraction macération EMAUS du PNDP | 100        |
| IV.2.6. Résultats de l'activité antibactérienne du PNDP  | 101        |
| IV.2.7. Résultats de l'activité antifongique   | 101        |
| <b>CONCLUSION GENERALE</b>   | <b>103</b> |
| <b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>   | <b>106</b> |



# **INTRODUCTION GENERALE**



Le lait est une denrée riche en nutriments, mais c'est aussi un aliment hautement périssable. Pour le conserver, il est nécessaire de le transformer, notamment en fromage. Ce dernier constitue en effet une forme ancestrale de préservation des protéines du lait, de sa matière grasse, ainsi qu'une partie de son calcium et de son phosphore. Par ailleurs, le fromage a toujours été une valeur sûre de l'alimentation humaine et ses qualités nutritionnelles et organoleptiques sont appréciées par l'homme dans toutes les régions du globe (Boutonnier, 2000 ; Mahaut *et al.*, 2000). Il existe plusieurs milliers de variétés de fromage à travers le monde, qui sont, entre autres, regroupées en huit grandes familles, en fonction de leurs teneurs en eau, en matières grasses et en calcium.

L'Algérie dispose d'un patrimoine culturel très intéressant dans le domaine des fromages et leur marché est en forte croissance depuis de nombreuses années. En 2020, la consommation des fromages a été estimée à 85.000 tonnes/an. Les ventes au détail ont atteint 165 milliards de Dinars Algériens, ce qui représente une augmentation de 10 % en valeur par rapport à l'année précédente. Il a été également constaté que ces ventes du fromage sont dominées par le fromage fondu, notamment à tartiner, qui représente 79% des volumes de vente. Cette tendance s'explique d'une part par la longue durée de conservation du fromage fondu et d'autre part, par son coût abordable et son goût très apprécié par le consommateur algérien (Deshoux, 2020).

Le fromage fondu issu des fromages naturels, est obtenu par broyage, mélange, fonte et émulsifiations, sous l'action de la chaleur et d'agents émulsifiants, d'une ou de plusieurs variétés de fromage, avec ou sans adjonction de constituants laitiers et/ou d'autres denrées alimentaires. La formulation joue un rôle primordial en termes de recherche et de développement et également pendant la production. La stabilité physico-chimique, organoleptique et microbiologique de la pâte fondue nécessite des proportions précises des différents ingrédients incorporés dans la préparation, ce qui fait que l'art de les combiner est le défi majeur du maître fondeur.

En raison de l'extrême sensibilité du fromage à divers facteurs externes, notamment la température, et afin d'identifier et d'étudier les causes affectant la conservation des fromages, nous nous sommes appuyés sur la méthodologie des plans d'expériences en adoptant la technique des surfaces de réponse. Celle-ci regroupe un ensemble de techniques statistiques destinées à analyser le comportement d'un système expérimental dans le but de comprendre et d'améliorer son fonctionnement. Dans le domaine industriel, et en particulier dans l'industrie fromagère, l'utilisation des plans d'expériences ne date pas d'aujourd'hui, mais demeure en constant développement et peut servir de support pour l'optimisation des procédés de fabrication et de contrôle, ainsi que la formulation des produits (Baléo *et al.*, 2003).

A travers ce travail, nous nous sommes intéressés à un fromage fondu local afin de diminuer les retours de marchandises, qui engendrent des pertes considérables pour l'entreprise fromagère 'Falait SPA' d'une part, mais aussi dans le but d'identifier les principales causes qui altèrent la qualité du fromage, et ce, dans le but de faciliter la recherche d'une solution



appropriée, en simulant l'enclenchement de son instabilité avec les facteurs étudiés. Dans la seconde partie de ce travail de recherche, il a été question d'élaborer un nouveau conservateur naturel extrait des aiguilles de pin, destiné à une application directe dans la formulation ou sur l'emballage, au moment de l'empaquetage du fromage fondu en portion. Notre choix s'est porté sur le pin blanc de Provence ou pin d'Alep (*Pinus halepensis*) dont la répartition géographique est essentiellement autour des côtes méditerranéennes, et plus particulièrement en Afrique du Nord et en Espagne. Pour cette partie-là également nous avons adopté un plan d'expériences centrale composite (surfaces de réponse) pour l'élaboration et la caractérisation dudit conservateur.

Hormis une introduction et une conclusion générales, ce présent manuscrit comprend quatre grands chapitres :

- ✚ Un premier chapitre consacré aux généralités sur les fromages et l'industrie fromagère ;
- ✚ Un deuxième chapitre portant sur la formulation, la caractérisation et la microbiologie du fromage fondu.
- ✚ Un troisième chapitre consacré aux matériels utilisés et aux méthodes suivies pour la réalisation pratique de ce travail de Master ;
- ✚ Enfin, un quatrième chapitre où les principaux résultats expérimentaux sont présentés et discutés.



**CHAPITRE I :**  
**GENERALITES SUR LES FROMAGES ET**  
**L'INDUSTRIE FROMAGERE**



## INTRODUCTION

Aujourd'hui, plus que jamais, le fromage est devenu un aliment de base présent dans tous les foyers, et même fabriqué dans quelques-uns, en raison de ses qualités gustatives et de ses valeurs nutritionnelles prouvées. Rien qu'en France à titre d'exemple, on compte plus de 1200 variétés de fromages, répertoriés par le Centre National Interprofessionnel de l'Économie Laitière (CNIEL). En Algérie, les ventes au détail, toutes catégories de fromage confondues, ont atteint 165 milliards DA en 2023, ce qui représente une augmentation de 10 % en valeur.

Dans ce premier chapitre, afin de saisir pleinement l'essence du fromage, nous plongerons d'abord dans son histoire, explorant les origines de sa fabrication ainsi que ses différents ingrédients et sa valeur nutritionnelle, puis nous irons en profondeur pour présenter les fromages fondus, qui sont l'objet de ce travail de Master.

## I. GENERALITES SUR LES FROMAGES

### I.1. Histoire du fromage

La naissance du fromage remonte à la nuit des temps, ce qui a favorisé l'apparition et la transmission de récits légendaires sur les fromages décrits dans la nouvelle discipline émergente, l'histoire de l'alimentation (Gillis et Ayerbe, 2018).

Le fromage est l'une des formes les plus anciennes d'aliments manufacturés, dont la fabrication remonte à 10 000 ans avant Jésus-Christ, lorsque les moutons et les chèvres ont été domestiqués au Moyen Orient (Fox *et al.*, 1995). En Europe et en Asie centrale, un phénomène de coagulation du lait est observé pour la première fois lors du transport de ce dernier dans des sacs en peau de bête, ce phénomène a été à l'origine de la découverte du fromage et ses variétés (Walther *et al.*, 2008).

En 1929, les poly-phosphates sont découverts, et sont alors utilisés comme sels de fonte pour la fonte du fromage, ce qui permettra la mise au point de nouveaux fromages fondus aux textures encore plus moelleuses. Un peu plus tard, on invente les portions individuelles et les célèbres triangles de la 'Vache qui rit' enveloppés de papier d'aluminium, qui feront vite le tour du monde. Aujourd'hui, plus de 10 millions de portions de ce fromage fondu sont dégustées chaque jour sur la planète, soit 2500 portions toutes les 20 secondes (Paul, 2008).

### I.2. Définition du fromage

Le fromage peut être défini selon plusieurs critères : d'abord sur un plan purement alimentaire, puis sur un plan industriel, étant l'essence même de la technologie alimentaire, et enfin sur un plan législatif, qui vise avant tout à protéger sa consistance, et par conséquent sa valeur.



### I.2.1. Le fromage sur le plan alimentaire

Le fromage résulte de la coagulation du lait suivie de l'égouttage du coagulum. Ce dernier est essentiellement constitué d'un gel caséine qui retient la matière grasse, et selon le degré d'égouttage, une partie plus ou moins importante de la phase aqueuse du lait (le lactosérum). Jeantet *et al.* ont défini les fromages comme étant des formes de conservation et de report ancestraux de la matière utile du lait coagulant (protéine, matière grasse ainsi qu'une partie du calcium et phosphore). En effet, le fromage est une forme de conservation des deux principaux constituants insoluble du lait (caséine et matière grasse) et une partie plus ou moins importante des sels minéraux et éléments soluble ; sa composition chimique est toujours la même, seuls varient les proportions entre les divers constituants et leurs états de dégradation enzymatique (Jeantet *et al.*, 2007).

Cette masse (caillé) peut être consommée en l'état sous forme de fromage frais ou subir, au cours de l'affinage, de nombreuses transformations notamment enzymatiques lui faisant acquérir des caractères organoleptiques, ce qui donnera alors le fromage affiné.

### I.2.2. Le fromage sur le plan législatif

Selon la norme Codex Alimentarius, la définition de fromage est réservée au produit affiné ou non affiné, fermenté ou non, de consistance solide ou semi-solide, dans lequel le ratio protéines de sérum/caséines ne dépasse pas celui du lait.

Selon la norme FAO/OMS n° A-6 (1978, modifiée en 1990) le fromage est défini comme suit :

« Le fromage est le produit frais ou affiné, solide ou semi-solide, dans lequel le rapport protéines de lactosérum/caséine n'exède pas celui du lait, obtenu par :

- Coagulation du lait, lait écrémé, lait partiellement écrémé, crème de lactosérum ou babeurre, seul ou en combinaisons, grâce à l'action de la présure ou d'autres agents coagulants appropriés, et par égouttage partiel du lactosérum résultant de cette coagulation.
- Par l'emploi de techniques de fabrication entraînant la coagulation du lait et/ou des matières obtenues à partir de lait, présentant des caractères physiques, chimiques et organoleptiques similaires à ceux du produit défini plus haut ».

### I.3. Le fromage fondu

Le fromage fondu est un produit obtenu par le mélange de fromages de différentes origines et à différents stades d'affinage avec des sels de fonte, ce mélange est broyé puis chauffé sous vide partiel et agitation constante, jusqu'à obtention d'une masse homogène qui est conditionnée dans un emballage protecteur. On peut ajouter d'autres matières premières d'origine laitières (beurre ou poudre de lait) ou incorporer des ingrédients aromatiques. Le produit obtenu est homogène, stable et se conserve parfaitement dans le temps (Eck & Gillis, 2006).



En effet, le fromage fondu est le produit laitier préparé à partir de fromage avec ou sans adjonction d'autres produits laitiers, dans lequel le fromage constitue le plus important ingrédient laitier utilisé comme matière première sur la base du produit, obtenu par mélange, fonte et émulsifiations des matières premières sous l'action de la chaleur et de sels émulsifiants (Roustel, 2014). Dans toutes les versions de fromage fondu, l'aliment fini doit contenir au plus 60% d'humidité, sauf dans le cas des fromages fondus allégés (réduits en gras) qui peuvent contenir un maximum de 65 % d'humidité (C.C.I.L., 2005).

Parmi les ingrédients sans danger et acceptables que le fromage fondu peut contenir, dits ingrédients de la formulation, on peut citer :

- Les Ingrédients laitiers et les ingrédients laitiers modifiés,
- Sel, assaisonnements, épices, vinaigre, condiments, ...
- édulcorants,
- arômes, chocolat, ...
- Fruits & légumes (ciboulette, persil, cornichons, noix, ...),
- Viande & poissons,
- Additifs alimentaires autorisés.

Le nom de l'aliment doit être fromage fondu. Mais dans le cas d'ingrédients ajoutés, la dénomination devra être : fromage fondu avec le nom des ingrédients ajoutés (C.C.I.L., 2005).

### **I.3.1. Principaux avantages du fromage fondu**

Les fromages fondus présentent plusieurs avantages liés, aussi bien à leur mode de consommation qu'à leur commercialisation ; on peut citer :

- Produit stabilisé par un traitement thermique, ce qui lui confère son aptitude à la conservation et permet sa commercialisation même sous des climats chauds.
- Produit à goût doux et régulier.
- Produit présentant une excellente valeur nutritionnelle du fait de l'origine laitière des matières premières utilisées.
- Produit à larges possibilités de présentation, d'usage et d'aromatization : le produit peut être consommé à tout moment de la journée, à froid comme à chaud, pour le grignotage, le tartinage ou la cuisine (Eck et Gillis, 2006).

### **I.3.2. Types de fromages fondus**

Les fromages fondus peuvent être regroupés en cinq familles classées ici par ordre chronologique d'apparition sur le marché mondial (Boutonnier, 2000).

#### *I.3.2.1. Fromage fondu type « bloc »*

Le traitement thermique subi est modéré de manière à conserver au produit fini une élasticité marquée et une bonne traçabilité (Boutonnier, 2000).



Pour assurer sa stabilité, sa teneur en matière sèche est élevée et il est fondu partiellement ou totalement à partir de citrate de sodium.

### *1.3.2.2. Fromage fondu type « coupe »*

Moins ferme que le bloc, il n'en est pas pour autant tartinable. Il contient trois à quatre points de moins de matière sèche que le précédent, ce qui le rend plus agréable à la dégustation.

L'élasticité, parfois recherchée, n'est pas toujours souhaitable en raison de la formation de fils qui rendent le conditionnement délicat sur les machines classiques (Boutonnier, 2000).

### *1.3.2.3. Fromage fondu tartinable*

C'est le processus de crémage qui permet en partie de régler la consistance du produit fini et de lui conférer une certaine tartinabilité. Ces produits peuvent être aromatisés et conditionnés en emballages souples (portions) ou rigides (pots, barquettes, tubes).

### *1.3.2.4. Fromage fondu toastable (pour refonte)*

Il se présente généralement sous forme de tranches adaptées à une utilisation dans les Cheeseburgers, les croquemonsieurs... Ce produit doit refondre rapidement sans carbonisation superficielle, ce qui exige une préservation importante de la structure protéique des matières premières.

### *1.3.2.5. Fromage fondu thermostable*

A l'inverse du précédent, ce fromage fondu ne doit pas fondre lorsqu'on le soumet à une nouvelle source de chaleur. Il subit un crémage très poussé et les blocs obtenus sont découpés puis incorporés dans des plats cuisinés à base de légumes ou de poissons.

## **1.3.3. Composition et valeurs nutritionnelles**

Le fromage, outre le fait qu'il soit une source importante de calcium comme tous les produits laitiers, est un aliment très riche en protéines, minéraux, vitamines, glucides, lipides... dans les proportions indiquées sur la figure I.1 suivante.

Cette composition en fait un excellent moyen d'apport de nutriments nécessaires au corps humain et pour son fonctionnement. Le tableau I.1 ci-après regroupe les besoins journaliers du corps humain avec les apports d'une consommation de 100 g de fromage fondu en éléments essentiels.

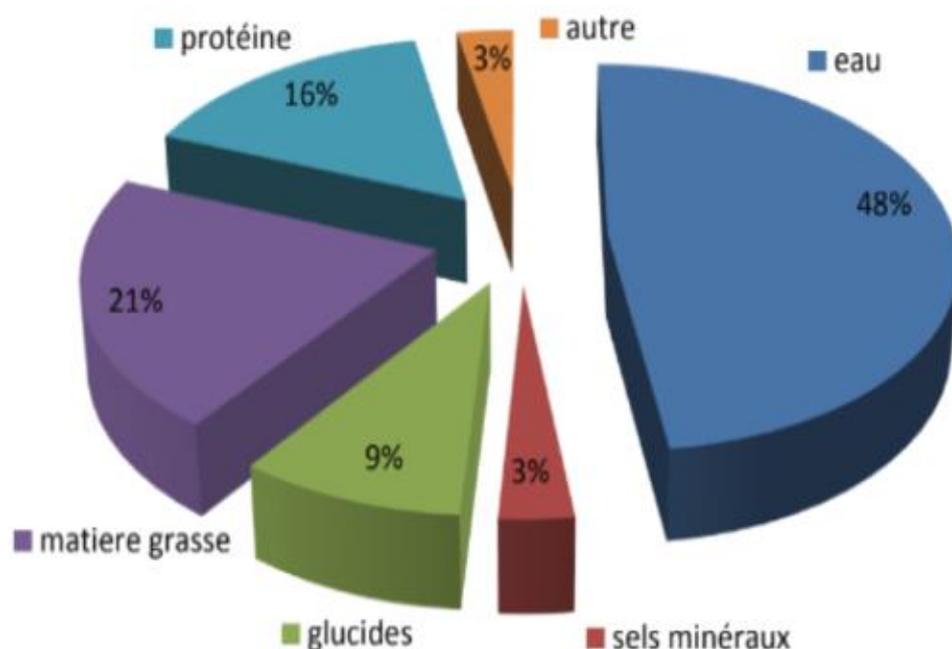


Figure I.1. Composition générale du fromage fondu (Feiberg, 2002)

Tableau I.1. Composition et apports de 100 g de fromage fondu (Meyer, 1973)

| Composition             | Apports Journaliers<br>Recommandés | Composition par 100 g de fromage fondu |                 |
|-------------------------|------------------------------------|--|-----------------|
|                         |                                    | 45 % MG dans ES                        | 60 % MG dans ES |
| Eau                     | /                                  | 51.3 %                                 | 50.6 %          |
| Matière grasse          | 70 g                               | 23.6 %                                 | 30.4 %          |
| Protéines               | 50g                                | 14.4 %                                 | 13.2 %          |
| Sodium                  | 2 g                                | 1.26 mg                                | 1.01 mg         |
| Potassium               | 2000 mg                            | 65.0 mg                                | 108 mg          |
| Calcium                 | 800 mg                             | 547.0 mg                               | 355.0 mg        |
| Phosphore               | 700 mg                             | 944.0 mg                               | 795.0           |
| Vitamine A              | /                                  | 0.30 mg                                | /               |
| Vitamine D              | 5 µg                               | 3.13 µg                                | /               |
| Vitamine B1             | 1.1 mg                             | 34.0 mg                                | 40.0 µg         |
| Vitamine B2             | 1.4 mg                             | 0.38 mg                                | 0.35 mg         |
| Vitamine B6             | 1.4 mg                             | 70.0 µg                                | 0.80 µg         |
| Vitamine B9             | 50 µg                              | 3.60 µg                                | 2.80 µg         |
| Vitamine B12            | 2.5 µg                             | 0.25 µg                                | 0.25 µg         |
| Vitamine c              | 80 mg                              | traces                                 | traces          |
| Valeur énergétique Kcal | 2000                               | 282                                    | 339             |



### *1.3.3.1. Eau*

L'humidité des fromages étant généralement faible, il est absolument nécessaire d'apporter de l'eau au mélange puisque l'on y incorpore des poudres. En effet, l'eau permet de solubiliser et de disperser les protéines et d'émulsionner par conséquent la matière grasse libre. Cette eau doit être de qualité alimentaire, c'est-à-dire avec une faible teneur en micro-organismes et en contaminants chimiques tels que les nitrates. Elle peut être apportée sous forme liquide en une ou plusieurs fois à différents moments de la fabrication (Roustel et Boutonnier, 2015).

### *1.3.3.2. Protéines*

Les fromages fondus présentent globalement moins de protéines que les autres fromages : Environ 10 à 17g/100g de fromage, contre 22 à 27g / 100g pour les pâtes molles et les pâtes pressées non cuites (Eck et Gillis, 1997 ; Richonnet, 2016). La source des protéines dans les fromages fondus est représentée par les ingrédients laitiers tels que le lait, les fromages et les concentrés protéiques principalement. La qualité nutritionnelle de ces protéines laitières repose sur une forte digestibilité (>95%) et une composition en acides aminés indispensables particulièrement bien équilibrée permettant de satisfaire les besoins de l'homme (Debry, 2001). Dans les fromages fondus, les caséines sont les protéines majoritaires (92 % des protéines), caractérisées par une teneur élevée en proline et un taux relativement faible en acides aminés (AA) soufrés (cystéine notamment) (Richonnet, 2016). Il a été constaté, qu'un fromage fondu devait avoir une teneur en caséine intacte de 12% au minimum dans le produit fini. Selon les paramètres de fabrication, il est toutefois possible d'obtenir un produit stable avec seulement 8% de caséines intactes (Roustel, 2014).

### *1.3.3.3. Lipides*

La teneur des fromages fondus en lipides est de l'ordre de 21 à 22g / 100g de fromage (Richonnet, 2016) alors que Oliveira *et al.* (2016) rapportent une teneur en lipides de 30%. Les lipides présents dans les fromages fondus sont exclusivement issus des matières grasses laitières apportées par leurs ingrédients : fromages, lait, beurre, crème ou matière grasse laitière. La composition de la matière grasse des fromages fondus est donc en tout point comparable à la matière grasse laitière. Présentée sous forme bien émulsionnée, sa digestibilité est optimale et elle est caractérisée par sa richesse en acides gras saturés (AGS) : 60-65% des acides gras (Legrand, 2008). Il convient donc de choisir les fromages les moins gras au quotidien. Les fromages fondus, surtout dans leurs versions allégées, peuvent être de bons choix puisqu'ils apportent environ 22 % de matières grasses, ou 15 % dans les versions allégées, contre 26 % pour les pâtes molles (Camembert 20%) et 28% pour les pâtes pressées (Crédoc, 2013).

### *1.3.3.4. Glucides*

Le lait de bovin contient environ 4.8% de lactose ; cette concentration dans le lait est indépendante de la race. Les fromages affinés sont pratiquement dépourvus de glucides car



la faible quantité de lactose restant dans la caillé après égouttage est transformée en acide lactique au cours de l'affinage. Cependant la correction des extraits secs nécessite parfois l'addition de poudre de lait, donc de lactose (Gillis et Eck, 1997).

La teneur en lactose dans les fromages fondus est de l'ordre de 6,5 à 7g / 100g de fromage fondu. Cette teneur a une influence sur la consistance du produit fini. Le lactose a un effet favorable sur la plastification et la structuration du gel, ce qui favorise la tartinabilité du fondu. Cependant, son taux d'incorporation ne doit pas être trop élevé pour éviter l'apparition du goût sucré et les réactions de Maillard, voire de cristallisation du lactose (EFSA, 2010).

### ***1.3.3.5. Sels minéraux***

#### ***1.3.3.5.1. Sodium***

Le sodium se trouve à l'état naturel dans divers aliments, comme le lait, la viande et les crustacés. Il est souvent présent en grandes quantités dans les aliments transformés, comme le pain, le fromage, les viandes fumées et séchées, les produits de grignotage, ainsi que dans certains condiments (sauce de soja ou de poisson, bouillons ou bouillon-cubes, par exemple) (OMS, 2012). Le chlorure de sodium, ou plus généralement le sel, a de nombreux effets sur le fromage fondu. Il a un rôle aux niveaux biochimique, microbiologique et organoleptique. Il intervient également sur le développement des saveurs et également sur la texture des fromages (Guinee *et al.*, 2004).

#### ***1.3.3.5.2. Potassium***

Le potassium fait partie des micronutriments dont on sous-estime facilement l'importance. Et pourtant, c'est un minéral essentiel pour la musculature, jouant notamment un rôle de premier ordre dans la conduction de l'excitation du muscle cardiaque. Une carence potassique peut rapidement entraîner un affaiblissement de la musculature squelettique et des troubles de la fonction cardiaque. Plusieurs études révèlent encore d'autres effets intéressants de cet élément présent non seulement dans les légumes et les fruits, mais aussi dans les produits laitiers (Elisabeth *et al.*, 2011). Des apports suffisants de potassium sont nécessaires pour l'entretien de la concentration intracellulaire de potassium et la croissance de la masse cellulaire. Les besoins en potassium du nourrisson et de l'enfant sont relativement élevés vu leur croissance rapide, et ils sont proportionnels à l'ingestion totale d'énergie. Si les besoins du nourrisson (0-12 mois) sont de 400 à 650 mg/jour, ceux de l'enfant (1-15 ans) se situent entre 1000 et 1900 mg/jour, alors que les besoins moyens journaliers de l'adolescent et de l'adulte sont de 2000 mg/jour (Page Web Milk Swiss).

#### ***1.3.3.5.3. Magnésium***

Le magnésium est le deuxième minéral le plus abondant dans la cellule. Il joue un rôle clé dans de nombreux processus physiologiques, et notamment dans le métabolisme énergétique et dans la contraction musculaire. Des études lui attribuent par ailleurs un effet antistress. Or, des recherches sur la nutrition révèlent que près d'un quart de la population affiche un statut magnésique insuffisant et n'atteint pas la valeur de référence. Les besoins journaliers en



magnésium sont toutefois bien couverts avec une alimentation équilibrée et suffisamment énergétique (Elisabeth *et al.*, 2011)

### *I.3.3.5.4. Fer*

Le fer est un oligo-élément qui entre dans la composition de l'hémoglobine des globules rouges, de la myoglobine des muscles, et de nombreuses réactions enzymatiques nécessaires à la respiration des cellules (Zamberlin *et al.*, 2012).

Les produits laitiers, y compris le fromage, apportent peu (traces) de fer alimentaire. La carence en fer est couramment observée dans les pays en développement comme dans les pays développés (Page Web Milk Swiss). Par conséquent, on s'est intéressé à enrichir les produits laitiers avec du fer pour augmenter leurs valeurs nutritives ; le cheddar et le fromage fondu ont été enrichis de fer avec succès (Zhang et Mahoney 1989a, b, 1990, 1991).

### *I.3.3.6. Vitamines*

Les fromages fondus sont une source intéressante de vitamines hydrosolubles du groupe B (essentielle à la synthèse des cellules sanguines et nerveuses) ainsi que de vitamines liposolubles, comme :

- La vitamine A, qui favorise la croissance, la vision, la bonne santé des tissus, nos défenses immunitaires et aide à prévenir les cancers,
- La vitamine D qui joue un rôle essentiel dans la fixation du calcium par l'organisme, intervient dans le processus d'absorption du calcium et du phosphore par l'intestin, et permet de maintenir les os et les dents en bonne santé.

## II. L'INDUSTRIE FROMAGERE

Aujourd'hui, l'industrie fromagère joue un rôle crucial dans le secteur agricole et alimentaire, apportant une contribution majeure à l'économie et répondant à la demande croissante de ce produit alimentaire de base.

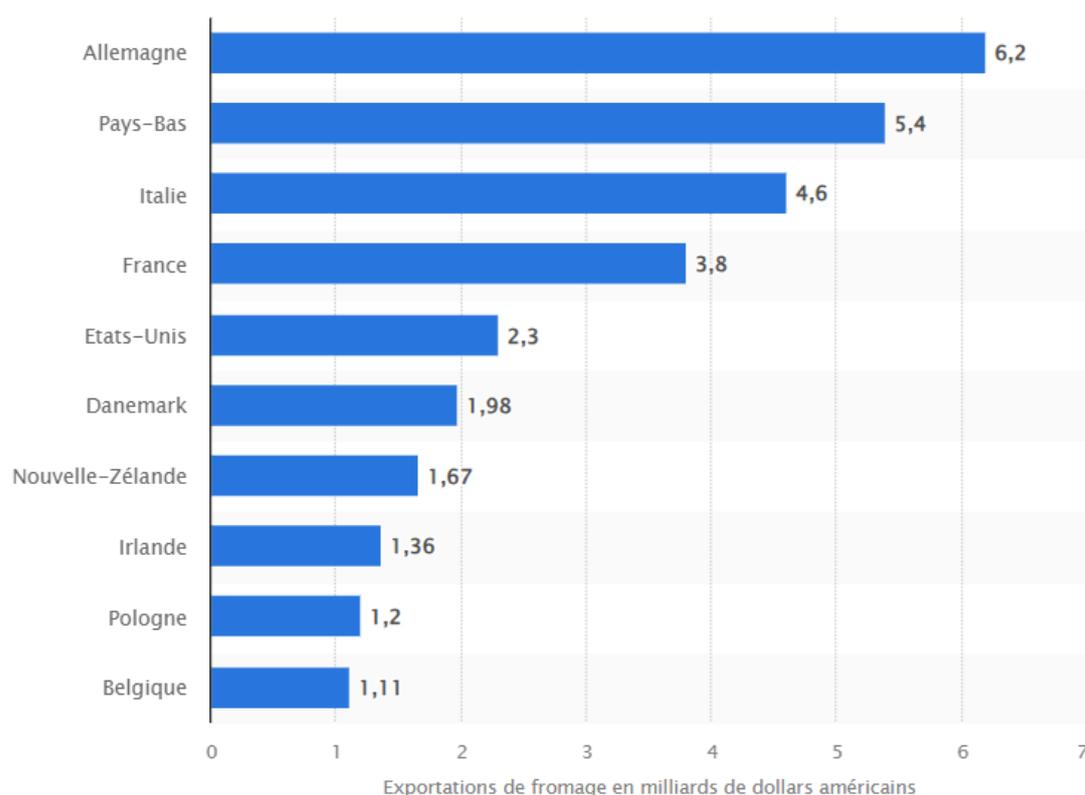
Jusqu'à ce jour, certaines fromageries, de plus en plus rares certes, emploient encore des méthodes traditionnelles de fabrication, qui confèrent à certaines variétés de fromage un goût et une saveur uniques reflétant l'héritage alimentaire local. Mais, avec la mondialisation et la croissance, aussi bien économique que démographique à l'échelle planétaire, la plupart des fromageries font aujourd'hui usage de technologies modernes dans leur processus de fabrication. Ceci afin de répondre, avant tout, à la demande de ce produit apprécié, d'assurer la qualité du produit final, offrant des variétés telles que des fromages à pâte molle, des fromages à pâte dure et des fromages aux herbes ou aux épices et, enfin, de se conformer aux normes internationales de santé et de qualité.

En 2022, 356 laiteries ont fabriqué des fromages au lait cru, et cela a représenté une production de 195 748 tonnes de fromages. Ce volume est en progression sur les dernières



années : +7% par rapport à 2010. Parmi les plus grands producteurs de fromages on trouve, L'Allemagne, la France, l'Italie, la Suisse et la Belgique, comme représenté sur la figure 1.2 suivante. L'Allemagne était leader du secteur avec 6,2 milliards de dollars américains de fromage exporté en 2022. La France était quatrième, avec une valeur de 3,8 milliards de dollars de fromage exporté (Page Web Statistica).

Par exemple en France, les grandes régions de production des fromages se trouvent dans l'ouest du pays (Basse-Normandie, pays de la Loire, Bretagne) et dans l'est (Lorraine).



**Figure 1.2.** Principaux pays exportant du fromage dans le monde en 2022

La palme du "pays le plus amateur de fromage" revient aux Pays-Bas, où sont produits les très populaires : Gouda et Edam. Ce petit pays de 17 millions d'habitants importe chaque année pour 13 € de fromage (3,1 kg) par personne, ce qui en fait le plus gros acheteur de fromage du monde (Page Web Statistica). La consommation de fromage fondu en France n'est que de 1 kg par an et par habitant contre 2,4 pour l'Allemagne et 2,1 pour les pays de l'Europe du Nord et de l'Est. Elle reste donc marginale dans ce pays à forte tradition fromagère, ce qui explique que plus de la moitié de la production française soit exportée vers 130 destinations lointaines comme l'Afrique, l'Asie et le Moyen-Orient (Richonnet, 2016).

Pour le fromage fondu, les États-Unis en sont les premiers producteurs mondiaux avec 919 773 tonnes en 2013. L'Europe en produit chaque année plus de 660 000 tonnes et les autres pays du top 5 sont : l'Allemagne avec 170 950 T, la France avec 138 640 T, suivi du Japon et de



l'Australie (Richonnet, 2016). Le classement par continent des producteurs de fromage fondu est représenté sur le graphique donné par la figure I.3 suivante (Richonnet, 2016).

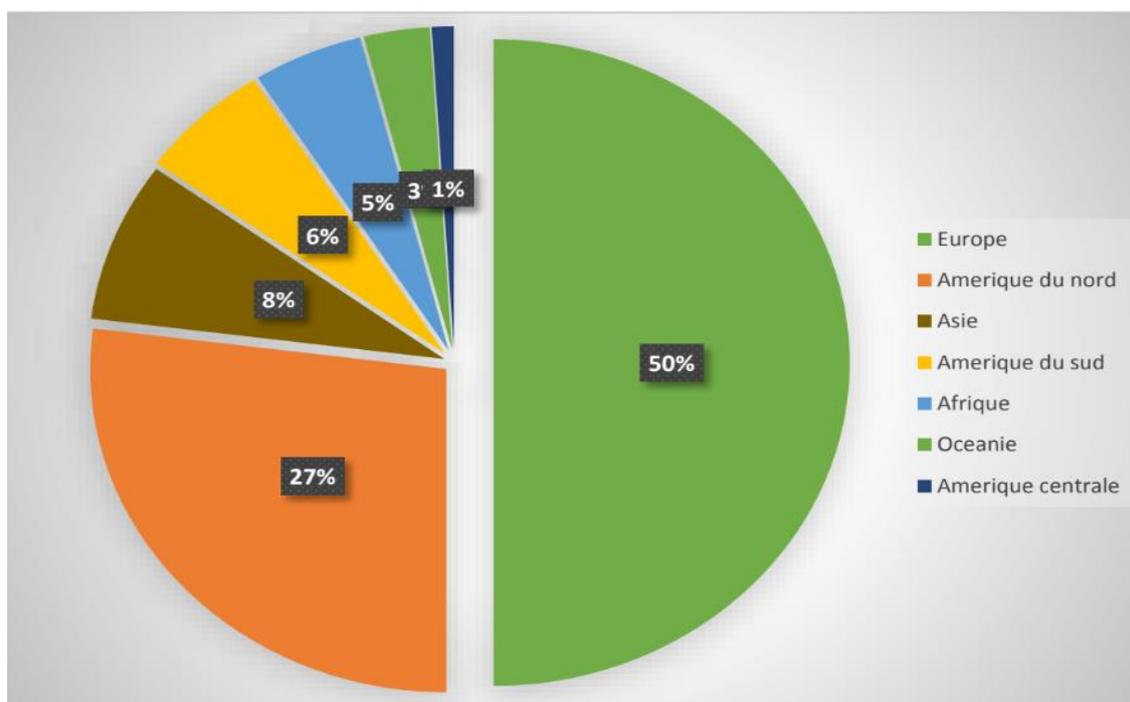


Figure I.3. Classement par continents de la production de fromage fondu

## II.1. L'industrie fromagère en Algérie

L'Algérie dispose d'un patrimoine culturel très intéressant dans le domaine des fromages et le marché dans ce pays est en forte croissance depuis de nombreuses années, où plusieurs fabricants pris leur place naturellement sur le plan national.

Les ventes au détail de fromage en Algérie ont atteint 165 milliards DA en 2023, ce qui représente une augmentation de 10 % en valeur, et sont largement dominés par la catégorie 'fromage fondu', avec une valeur de 107 milliards DZD. Avec 18 % de part de marché (en valeur), Unibel SA est l'acteur leader en 2023 devant Falait SARL, Production Industrielle (PRIPLAIT Sarl) et Lactalis.

La marque Tartino de Falait SARL gagne en popularité grâce aux lancements de nouveaux produits. La marque produit localement du fromage fondu et du fromage à pâte dure comme l'Emmental et le Gouda. En 2023, ses marques Tartino et Cheezy viennent concurrencer le leader Unibel SA, avec ses fameuses portions 'Vache qui rit'. Mais Unibel SA continue de dominer avec une petite marge grâce à son large portefeuille de produits comprenant un éventail de marques populaires de renommée internationale, telles que La Vache qui Rit, Kiri et Picon. Production Industrielle de Produits Laitiers SARL (PRIPLAIT Sarl) se classe troisième



grâce à de solides avancées avec sa marque Le Berbère qui gagne peu à peu des parts de marché (Page Web DjazAgro).

En 2020, la consommation des fromages a été estimée à 85.000 tonnes/an. Il a été également constaté que les ventes du fromage sont dominées par le fromage fondu, notamment à tartiner, qui représente 79% des volumes de vente. Cette tendance s'explique d'une part par la longue durée de conservation du fromage fondu et d'autre part par son coût abordable et son goût très apprécié par le consommateur algérien (Deshoux, 2020). Il convient cependant de noter que l'industrie fromagère en Algérie est confrontée à certains défis et problèmes, tels que la dépendance à l'égard des importations de certains ingrédients clés, les pressions du marché local et les réglementations alimentaires et sanitaires. Cependant, les fromageries algériennes continuent à développer leurs produits et à améliorer leur qualité pour répondre aux besoins du marché local et renforcer leur position sur le marché mondial (Deshoux, 2020).

### II.2. Technologie de fabrication du fromage fondu

Les étapes de production du fromage fondu sont représentées sur la figure I.4 suivante ; il s'agit dans l'ordre de :

1. Formulation par un dosage pondéral des matières premières (qui seront détaillées au 2<sup>nd</sup> chapitre) : Fromage, poudre (lait, lactosérum, caséine,..), eau, beurre, crème, sels de fonte et préfonte ;
2. Prémélange,
3. Mélange,
4. Cuisson/Fonte,
5. Stabilisation thermique par pasteurisation ou stérilisation,
6. Refroidissement à  $T < 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,
7. Crémage,
8. Conditionnement,
9. Refroidissement.

Les principales étapes de 3 à 7 sont effectuées soit :

- ✚ A la fois dans un Cutter-Cuiseur.
- ✚ En 2 étapes dans un pétrin-cuiseur, puis dans un échangeur thermique à surface raclée (pasteurisation ou stérilisation et refroidissement).



- ✚ En 4 étapes successives dans : un mélangeur, suivi d'une cuve de préchauffage, puis d'un upérisateur (injection directe de vapeur pour la pasteurisation ou la stérilisation) et enfin, une chambre sous vide pour le refroidissement par détente/évaporation.

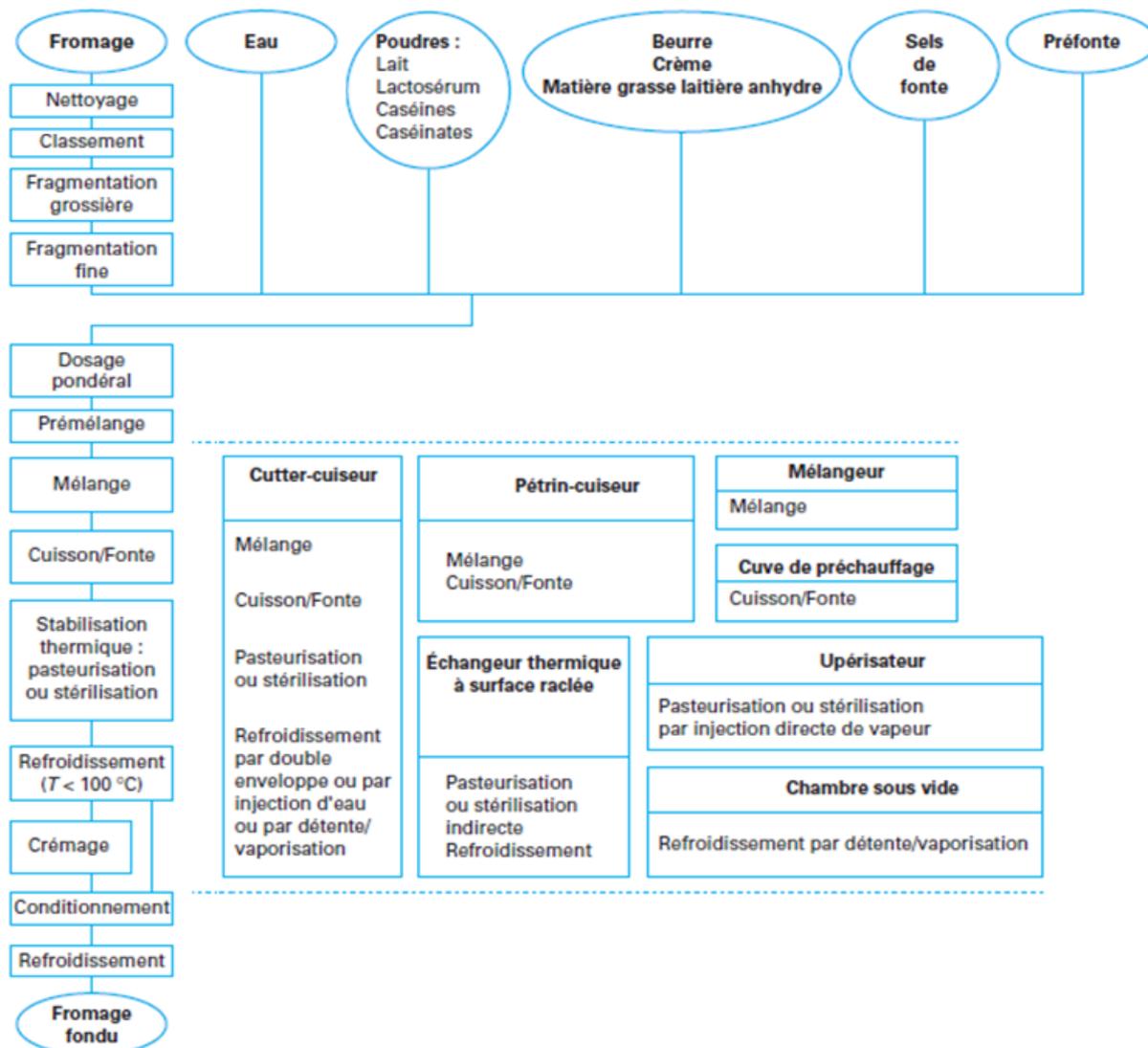


Figure I.4. Etapes industrielles pour la préparation du fromage fondu (Boutonnier, 2000).

## II.2.1. Rôle des ingrédients et des étapes de fabrication du fromage fondu

### II.2.1.1. Le broyage

Le broyage est la première étape de la chaîne de production ; il consiste à fragmenter les fromages pour obtenir un fromage fondu homogène, facilite le mélange des différents ingrédients et réduit le temps de fonte. Les fromages, particulièrement ceux à pâte dure ou demi dure, sont écroutés traditionnellement par raclage ou brossage ou par un jet d'eau chaud sous pression.



### II.2.1.2. Le mélange

C'est une sorte de deuxième broyage plus fin grâce aux couteaux qui se trouvent au fond du dispositif.

### II.2.1.3. Les sels de fonte

La figure I.5 ci-après montre le rôle des sels de fonte dans la fonte et l'homogénéité de la structure dans fromages fondus.



**Figure I.5.** Rôle des sels de fonte : (A) avant l'ajout des sels de fonte, (B) ajout des sels de fonte et (C) Après l'ajout des sels de fonte.

### II.2.1.4. Pré-cuisson

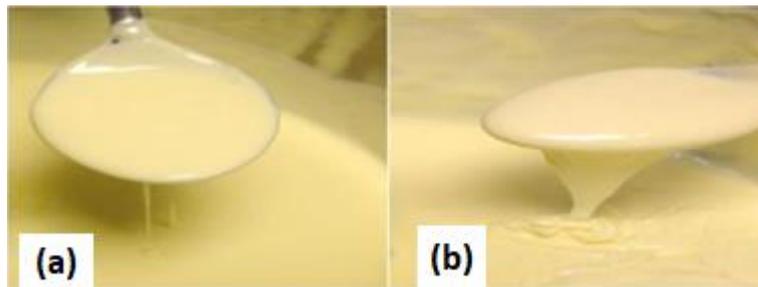
Elle permet aux constituants d'entrer en fusion par l'effet de la température qui augmente jusqu' à 80-90 °C à travers de l'injection de la vapeur d'eau chaude.

### II.2.1.5. Cuisson ou stabilisation thermique ou Traitement haute température

Elle se réalise à une température de stérilisation de 139 à 145 °C, pendant quelques secondes (5 à 8 s). Cette stérilisation assure la destruction de la totalité des germes et des micro-organismes pathogènes thermophiles, et donc la conservation du produit pour une longue durée par un barème de stérilisation (température-temps) (Eck, 1989 ; Luquet, 1990 ; Gaucheron, 2004).

### II.2.1.6. Crémage

Le crémage est un phénomène physico-chimique correspondant à un épaississement ou gonflement de la pâte fromagère, par la formation de liaisons ioniques inter-protéiques entraînant la gélification du réseau protéique (Eck, 1989 ; Eck et Gillis, 2006). Le crémage, sous brassage et traitement thermique, assure au produit une viscosité recherchée et désirée (cf. Figure I.6). Dès sa sortie du bac de crémage, le produit est qualifié de 'fromage fondu'. Le crémage se réalise généralement pendant 20 minutes, à une température de 80 à 85 °C et sous une vitesse d'agitation de 60 à 65 tours par minute.



**Figure I.6.** Effet de l'écémage sur la consistance de la Pâte fromagère : (a) avant écémage, (b) après écémage

### *II.2.1.7. Refroidissement*

Le fromage fondu conditionné à chaud doit être refroidi rapidement afin d'éviter les risques de brunissement enzymatique de la pâte. En effet, le crémage n'est stoppé complètement que lorsque la température du fromage atteint 20°C dans la masse (Eck et Gillis, 2006). Dans le cas du fromage fondu tartinable, un refroidissement rapide s'impose de manière à interrompre le processus de crémage plus au moins intense, et conserver ainsi au produit une structure courte (Boutonnier, 2000).



**CHAPITRE II :**  
**FROMAGES INDUSTRIELS : FORMULATION,**  
**CARACTÉRISATION & MICROBIOLOGIE**



## INTRODUCTION

La production de fromages fondus de qualité régulière nécessite une très bonne maîtrise, de la formulation des matières premières et des ingrédients d'une part, et des opérations du procédé d'élaboration, d'autre part.

Dans ce chapitre, nous explorerons les ingrédients clés utilisés dans la fabrication du fromage fondu, notamment les fromages de base, les sels de fonte et les autres additifs qui contribuent à la texture et au goût du produit final. Nous détaillerons également les différentes étapes du processus de fabrication, de la préparation des matières premières au conditionnement du fromage fondu.

Enfin, nous aborderons les aspects cruciaux du contrôle de la qualité et les défis rencontrés dans la production de fromage fondu, ainsi que les solutions technologiques mises en œuvre pour assurer la consistance et la sécurité alimentaire du produit.

## I. INGREDIENTS DE FORMULATION DU FROMAGE FONDU

### I.1. Fromages de base

Généralement, le fromage fondu est fabriqué à partir d'un mélange de différents fromages traditionnels, souvent affinés et sélectionnés pour leur flaveur, leur stade de maturité et plus généralement leur aptitude à la fonte.

Le fondeur (fabricant de fromage fondu) utilisera principalement des fromages de type pâtes Pressées ou pâtes pressées cuites pour leur aptitude à la fonte liée à leur minéralisation importante (Chambre et Daurelle, 2000).

### I.2 Autres produits laitiers

Outre les fromages, d'autres ingrédients laitiers sont également utilisés dans la formulation des fromages fondus ; on peut citer : Poudres et concentrés de lait, lactosérum, caséines et caséinates, crème, beurre et matière grasse anhydre (Fox *et al.*, 2000).

### I.3. Matières premières végétales

Les matières premières végétales peuvent être utilisées à des fins économiques ou nutritionnelles et être source de matière grasse et/ou de protéine. Toutefois, s'il y a incorporation de matières grasses et/ou protéiques non-laitières, les produits obtenus ne



peuvent prétendre à la dénomination "fromage fondu". Les matières grasses végétales à base de palme, coco, soja seront utilisées à des fins économiques alors que les huiles d'olive et de colza le seront à des fins nutritionnelles (équilibre d'acides gras saturés/insaturés). Les protéines végétales, dont les protéines de soja, les plus classiques, peuvent être utilisées pour leurs propriétés culturelles ou économiques mais leurs propriétés organoleptiques restent un frein à leur utilisation (Chambre et Daurelle, 2000).

### I.4. Préfonte

Il s'agit de fromage déjà fondu qui résulte de la récupération de la pâte coincée dans différents endroits du circuit de fabrication, en fin de production. La préfonte se comporte sur le plan de la chimie des colloïdes comme un fromage fondu ayant été exposé depuis un certain temps déjà aux phénomènes chimiques, physiques et mécaniques du processus de fonte. Ainsi, la pâte crèmera très fortement et transmet ce processus physico-chimique de modification de la structure au fromage fraîchement fondu avec lequel elle est en contact. Dès lors, le crémage est beaucoup plus rapide qu'en l'absence de préfonte. Elle est particulièrement intéressante dans le cas de traitements UHT pour lesquels la pâte est extrêmement fluide après stérilisation et le crémage relativement délicat (Boutonnier, 2000).

### I.5. Eau de procédé

L'eau dite 'de procédé' intervient comme matière première, et constitue l'un des ingrédients jouant un rôle déterminant sur les paramètres physico-chimiques de tous les produits alimentaires, dont le fromage fondu. L'humidité des fromages est généralement faible à cause de l'ajout des poudres, et par conséquent, l'eau va solubiliser et disperser les protéines et émulsionner la matière grasse. Cette eau doit être exempte de micro-organismes et de contaminants chimiques, tel que les nitrates, entre autres.

### I.6. Additifs alimentaire

#### I.6.1. Aromes

Certains fromages fondus sont aromatisés par l'apport d'ingrédients aromatiques d'origine animale (jambon, crustacés, poisson, crevette...) ou végétale (épices, fruits, légumes, ...) (Eck et Gillis, 2006).

#### I.6.2. Colorants

Ils sont essentiellement utilisés pour conférer au produit une couleur jaune orangée. Il s'agit essentiellement de la bixine et de carotène (Chambre et Daurelle, 2000).



### I.6.3. Agents de texture

Il s'agit de polymères glucidiques utilisés pour améliorer la consistance, la stabilité et éviter toute exsudation d'eau. Parmi les gommes les plus utilisées : les Carraghénanes, et les gommes Xanthanes (Eck et Gillis, 2006).

### I.6.4. Conservateurs

Les conservateurs sont des substances dont l'effet direct retarde ou empêche d'indésirables modifications microbiologiques dans les denrées alimentaires, en particulier leur altération. Dans certains pays, on peut ajouter du nitrate de potassium ou du chlorhydrate de lysozyme, mais cela se pratique essentiellement au cours de la fabrication de la matière première, qu'est le fromage.

On peut obtenir également de bons résultats avec de la nisine qui est toutefois inopérante sur les *Clostridium sporogenes*, à condition de savoir que cet inhibiteur biologique ne peut en aucun cas « assainir » une matière première dans un mauvais état bactériologique. Si l'on souhaite obtenir une durée de conservation de 6 mois ou plus avec une matière première contenant des *Clostridium* et sans autorisation d'utiliser la nisine, il ne reste plus que la solution thermique sous la forme d'une stérilisation UHT (Boutonnier, 2000).

### I.7. Sels de fonte

Les sels de fontes sont des agents très importants pour la fabrication des fromages fondus, ils sont d'ailleurs à l'origine de la fonte. D'une façon générale, ils jouent en priorité un rôle important au niveau de l'échange d'ions, mais leur rôle apparait aussi à d'autres niveaux de la fabrication, allant même jusqu'à la conservation du produit fini.

En tant qu'échangeur d'ions, les sels de fontes doivent cumuler les propriétés et les capacités suivantes :

- ✚ Forte affinité pour le calcium afin de séquestrer celui lié aux caséines,
- ✚ Forte efficacité à une faible masse, de façon à limiter les taux d'incorporation et être ainsi conforme aux doses maximales définies par la réglementation,
- ✚ Grande hydro-solubilité pour faciliter les réactions d'échange d'ions.

Le tableau II.1 suivant regroupe les dénominations, noms chimiques et fonctions des sels de fonte utilisés dans la formulation des fromages fondus, ainsi que leur dose d'emploi est réglementée. En effet, comme on peut le voir dans ce tableau, le type et la concentration du sel de fonte affecte les propriétés fonctionnelles et sensorielles des fromages fondus. A ce jour, les phosphates et les citrates sont pratiquement les sels de fonte utilisés (Roustel, 2014).



Tableau II.1. Dénomination des sels de fonte (Boutonnier, 2000)

| SIN     | Nom de l'additif alimentaire                   | Fonctions technologiques  | Taux d'incorporation Règlementaire (mg/Kg) <sup>(1)</sup>                              |
|---------|--|---|--|
| SIN 338 | Acide phosphorique                             | Émulsifiant, épaississant, régulateur de la température             |  |
| SIN 339 | Phosphate de sodium                            | Régulateur de l'acidité, séquestrant, émulsifiant, agent de texture | 20000 mg/kg ajoutés seuls ou en mélange, exprimés en tant que phosphore <sup>(1)</sup> |
| SIN 340 | Phosphate trisodique                           |   |  |
| SIN 341 | Phosphate de calcium                           | Régulateur de l'acidité, agent de rétention d'eau/d'humidité        |  |
| SIN 450 | Diphosphate de sodium                          | Emulsifiant, stabilisant, régulateur de l'acidité                   |  |
| SIN 451 | Triphosphate de sodium et de potassium         | Séquestrant, régulateur de l'acidité et agent de texture            |  |
| SIN 452 | Poly-phosphate de sodium, potassium et calcium | Emulsifiant, stabilisant, régulateur de l'acidité                   |  |

SIN : Système Internationale de Numérotation des additifs alimentaires

<sup>(1)</sup> Doses applicables pour les parties comestibles

## II. TECHNOLOGIE DE FABRICATION & CONDITIONNEMENT

La production de fromages fondus de qualité régulière nécessite une très bonne maîtrise, aussi bien de la formulation des matières premières et des ingrédients que des opérations du procédé d'élaboration. Leur fabrication met en œuvre différents processus physico-chimiques qui sont représentés sur la figure II.1 ci-après.

Par cette maîtrise en termes opérationnel et de formulation, à partir de diverses matières premières et ingrédients on garantit l'obtention d'une émulsion stable, dont les qualités nutritionnelles (en particulier : teneur en protéines et en minéraux), font du fromage fondu un aliment pouvant répondre à de nombreuses demandes comme représentées dans le tableau II.2 suivant :

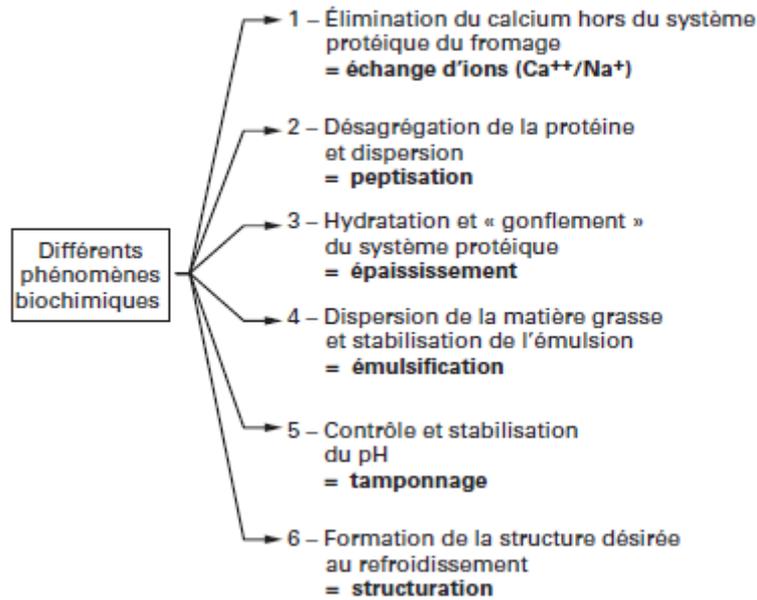


Figure II.1. Biochimie de la fonte de fromage (Roustel & Boutonnier, 2015)

Tableau II.2. Apport nutritif du fromage fondu en portions

| Composition (pour 100 g de produit) | Fromage fondu à 20 % de G/S | Fromage fondu à 50 % de G/S |
|-------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Énergie..... (kcal)                 | 172                         | 264                         |
| Énergie.....(kJ)                    | 880                         | 1 100                       |
| Protéines..... (g)                  | 13,0                        | 10,2                        |
| Glucides..... (g)                   | 15,7                        | 6,5                         |
| Lipides..... (g)                    | 7,0                         | 22,5                        |
| Eau..... (g)                        | 65,8                        | 54,7                        |
| Sodium (Na).....(mg)                | 665                         | 737                         |
| Phosphore (P).....(mg)              | 695                         | 703                         |
| Calcium (Ca).....(mg)               | 492                         | 576                         |

Pour la fabrication des fromages fondus, il est essentiel de considérer les points suivants :

### II.1. Sélection des fromages de base pour la formulation

Les fromages destinés à la fonte sont essentiellement des fromages obtenus par coagulation mixte (lactique et présure) à dominante « présure », ils sont caractérisés par les critères suivants :

- pH ;
- extrait sec total (EST) (% massique) ;
- matière grasse (MG) (% massique) ;
- extrait sec dégraissé (ESD) (% massique) ;
- nature de la texture en liaison avec la structure de la pâte ;



- niveau de minéralisation (Ca/ESD) (% massique de calcium sur extrait sec dégraissé) ;
- teneur en caséine, afin d'estimer la teneur en caséine intacte.

Ces critères sont fondamentaux pour sélectionner, d'une part les différents fromages en fonction du process et, d'autre part les matériels utilisés et le type de produit fini recherché. Dans cette liste, un critère est problématique car son importance est primordiale pour la fabrication et son appréciation analytique est laborieuse : il s'agit de la teneur en caséine intacte, c'est-à-dire la caséine capable de constituer un réseau protéique et de participer activement au crémage de la pâte, donc à la stabilité du fromage fondu (Roustel et Boutonnier, 2015).

Le tableau II.3 et II.4 suivant montrent la différence entre les deux types de coagulé et de caillé : lactique et présure :

**Tableau II.3.** Comparaison des gels lactiques et présure

| Type de gels              |                            | Lactique  | Présure   |        |
|---------------------------|----------------------------|---|---|--------|
| Obtention                 | Mode                       | Acidification lente et progressive (formation du gel à pH ≈ 5,0-5,2) par neutralisation des charges électro-négatives de la micelle et solubilisation du phosphate de calcium colloïdal | Apport d'un agent coagulant<br>Hydrolyse spécifique de la caséine             |        |
|                           | Temps de formation du gel  | Long (3 à 18 h) suivant l'activité du ferment et de la température  | Rapide (10 à 30 min) suivant la dose de coagulant, du pH et de la température |        |
| Organisation des gels     | Réseau                     | - de micelles (pH 5,2 à 4,6)<br>- de caséines (pH ≈ 4,6)  | - de micelles associées en structure lâche                                    |        |
|                           | Liaisons impliquées        | Hydrophobes et électrostatiques   | Hydrophobes, ioniques et ponts S-S  |        |
|                           | Liaisons minéraux-caséines | Très faibles  | Fortes (celles du lait originel)  |        |
| Caractéristiques des gels | Fermeté                    | Forte   | Faible  |        |
|                           | Friabilité                 | Forte   | Faible  |        |
| Caractéristiques des gels | Élasticité                 | Nulle   | Très forte  |        |
|                           | Plasticité                 | Très faible   | Forte   |        |
|                           | Perméabilité               | Très élevée   | Moyenne   |        |
|                           | Contractilité              | Très faible   | Très forte (surtout à température élevée)                                     |        |
|                           | Aptitude                   | Aux traitements mécaniques  | Faible  | Forte  |
|                           |                            | Au séchage  | Forte   | Faible |
| À la prise de sel         |                            | Forte   | Faible  |        |
| Sérum                     | Minéralisation             | Forte   | Faible  |        |



Tableau II.4. Comparaison des caillés : lactiques et présure

| Type de caillé                |                       | Lactique   | Présure   |
|-------------------------------|-----------------------|--|---|
| Ordre des opérations          |                       | 1 – Acidification<br>2 – Égouttage                         | 1 – Égouttage<br>2 – Acidification                        |
| Caractéristiques essentielles | Niveau d'égouttage    | Faible<br>– HFD > 80 %<br>– H <sub>2</sub> O/ESD > 3,5 g/g | Élevé<br>– HFD < 60 %<br>– H <sub>2</sub> O/ESD < 1,5 g/g |
|                               | Minéralisation        | Faible<br>– Ca/ESD < 0,4 %<br>– 1 < Ca/P < 1,2             | Élevée<br>– Ca/ESD > 2,5 %<br>– Ca/P = 1,5 – 1,55         |
|                               | Lactose résiduel      | Élevé  | Faible à nul  |
| Conséquences sur le fromage   | pH                    | < 4,6  | > 5,15  |
|                               | Texture               | Plastique, fragile   | Liée, élastique, solide                                   |
|                               | Format                | Petit format   | Gros format possible                                      |
|                               | Pouvoir tampon        | Faible   | Élevé   |
|                               | Durée de conservation | Quelques jours à quelques semaines si affinage             | Plusieurs mois à plus d'un an                             |

HFD : Humidité du Fromage Dégraissé  
ESD : Extrait Sec Dégraissé

## II.2. Mise en œuvre des formulations

Il s'agit ici de l'art du fondeur i.e. celui de réaliser une formule répondant à la fois aux caractéristiques sensorielles recherchées, aux contraintes réglementaires et aux propriétés technologiques des procédés mis en œuvre (Boutonnier, 2000).

## II.3. Mélange, cuisson et fonte

Le plus souvent, le mélange est effectué dans deux pré-mélangeurs fonctionnant de manière alternative afin d'assurer un fonctionnement continu de la ligne de fabrication. L'homogénéité du mélange est fondamentale pour assurer une bonne qualité du produit fini ; elle est notamment fonction du matériel, de l'intensité des forces de cisaillement générées par les systèmes d'agitation (agitateurs à pâles, à rubans concentriques ou excentriques), ainsi que de la durée du traitement (Boutonnier, 2000).

## II.4. Stabilisation thermique de la pâte

La stabilisation de la pâte est assurée par un traitement thermique (pasteurisation ou Stérilisation) où on va injecter de la vapeur dans la pâte fondue à des températures qui s'échelonnent de 70°C pour des produits finis à pouvoir de refonte élevé, jusqu'à 140°C pour avoir un fromage à texture tartinable (Richonnet, 2016).

## II.5. Crémage

Le crémage est l'épisode de la fonte qui détermine la qualité future du fromage fondu (Lee, 1981). Il est caractérisé par une absorption d'une quantité d'eau au niveau de chaque particule protéique, ce qui provoque le gonflement et l'épaississement de la pâte et provoque aussi une



modification des liaisons chimiques, et ce, pendant le chauffage (Gaucheron, 2004 ; Kombila-Moundounga, 1992).

## II.6. Conditionnement

Le conditionnement du fromage fondu doit faire l'objet d'une attention particulière pour plusieurs raisons : Présentation extérieure du produit et l'assurance d'une fermeture étanche garantissant au fromage fondu le statut de semi-conserve.

Le conditionnement est généralement réalisé de manière entièrement automatique (cf. figure II.2), à des cadences relativement rapides, le tout avec une grande sécurité hygiénique (Oliveira *et al.*, 2016).

Parmi les différents types de conditionnement du fromage fondu, c'est le conditionnement en portions à tartiner qui est le plus populaire, et dont les caractéristiques sont données dans le tableau II.5 suivant. Ce conditionnement s'effectue dans une feuille d'aluminium vernie sur les deux faces. La feuille est préformée par pression sur la machine sous forme d'une coquille qui, après remplissage avec la pâte fondue, reçoit un couvercle avant l'accomplissement du scellage. Le scellage a lieu entre 60 et 75°C, ce qui permet d'utiliser dans certains cas la seule chaleur du fromage fondu comme énergie de scellage (Roustel et Boutonnier, 2015).



Figure II.2. Conditionneuse automatique de fromage en portion

Tableau II.5. Exemple de conditionnement et caractéristiques de fromages fondus

| Descripteurs         | Portions aluminium | Barquettes ou tubes |
|----------------------|--------------------|---------------------|
| Poids                | 12,5 à 17,5 g      | 75 à 250 g          |
| Extrait sec          | 40 à 42 %          | 40 à 45 %           |
| Gras sur sec (G/S)   | 50 à 55 %          | 45 à 55 %           |
| pH                   | 5,50 à 5,55        | 5,60 à 5,70         |
| Valeurs énergétiques | 275 kcal           | 300 kcal            |



## II.7. Stockage et commercialisation

Le fromage fondu est apparenté aux conserves et semi-conserves ; sa durée de vie est de plusieurs mois à basse température, entre 8°C et 12°C. Cependant il faut prendre certaines précautions comme :

- Eviter l'écrasement par surplus et le mouillage.
- Eviter l'exposition au soleil et le stockage à des températures trop élevées.
- Eviter surtout les chocs froid/chaud, i.e. le brusque changement de température, notamment le passage du froid au chaud, qui provoque des condensations et dégrade en plus les emballages en cartons (Ghezali *et al.*, 2016).

## III. PARAMETRES DE CONTROLE DE LA QUALITE DU FROMAGE FONDU

Le fromage fondu est un produit ayant subis de nombreuses transformations ; par conséquent, ses caractéristiques dépendent de nombreux facteurs, qui de plus, peuvent interagir entre eux. De ce fait, afin de limiter les risques d'apparition de défauts, il est nécessaire d'apporter tout au long du processus d'élaboration une attention particulière au contrôle qualité.

### III.1. Définition de qualité

La qualité d'un produit peut être définie d'une multitude de manière ; par exemple selon les normes en vigueur :

- ✚ **Définition AFNOR** : C'est l'aptitude qu'à un produit à satisfaire ses utilisateurs.
- ✚ **Définition ISO** : C'est l'ensemble des propriétés et caractéristiques d'un produit qui lui confèrent l'aptitude à satisfaire des besoins implicites ou explicites du consommateur.  
Les besoins implicites ou génériques : ceux qui sont évidents, obligatoires.  
Les besoins explicites ou spécifiques : ceux qui se déclinent selon l'attente de l'utilisateur.
- ✚ De son côté, la **norme ISO 9000 :2000** donne une définition de la qualité par :  
«l'aptitude d'un ensemble de caractéristiques intrinsèques à satisfaire des exigences».

La figure II.3 ci-dessous illustre la définition de la qualité selon la croix de Mainguy et la théorie des 4S + 1.



**La Satisfaction** n'est autre que la qualité organoleptique, liée au goût, à l'aspect, à la saveur.  
**La Sécurité** est liée au contrôle microbiologique du produit et au contrôle qualité (HACCP, normes ISO).  
**La Santé** relève de la qualité nutritionnelle (valeur énergétique, teneurs en lipide en protide, en vitamines).  
**Le Service** n'est autre que la qualité fonctionnelle (la praticité, la recyclabilité, la distribution ...)  
**Et le cinquième S : le Social** c'est le sens donné au produit, les attributs par exemple environnementaux et culturels.

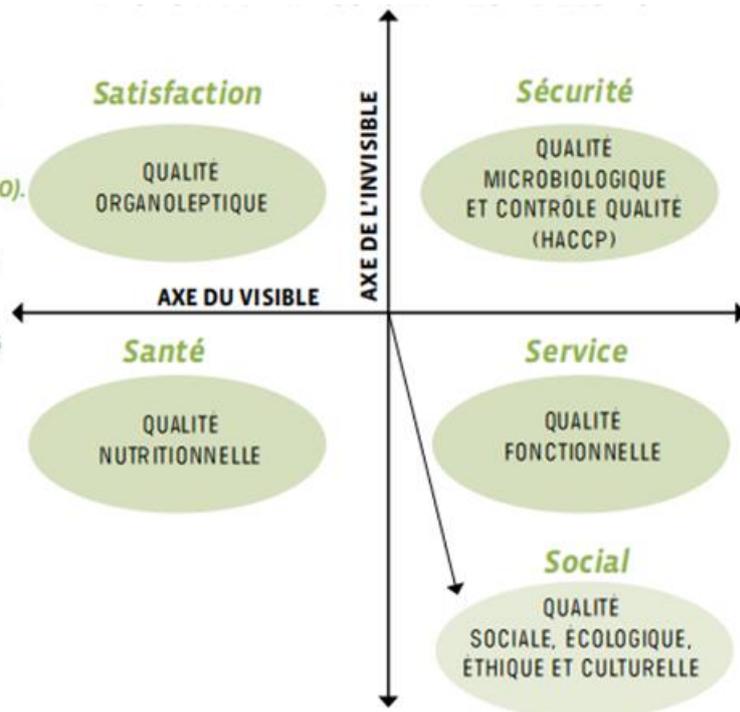


Figure II.3. Composants de qualité selon la croix de Mainguy : Théorie des 4S + 1

### III.2. Types de contrôle de la qualité

Les principales voies du contrôle de la qualité des fromages fondus se situent sur les plans suivants :

#### III.2.1. Physico-chimique

Le contrôle physicochimique a pour but d'analyser les matières premières et le produit pendant toute la chaîne de fabrication, et concerne différents paramètres : pH, extrait sec total, matière grasse, teneur et activité de l'eau, etc.

Ce contrôle présente l'avantage de signaler en temps réel toute erreur ou anomalie au cours du processus d'élaboration du fromage fondu, en permettant ainsi de faire des actions rapides.

#### III.2.2. Organoleptique

Les caractéristiques organoleptiques dépendent du jugement de certaines qualités en rapport avec le consommateur ; on peut citer par exemple :

- L'apparence (forme, couleur) relevant de la vision.
- La flaveur (arome, saveur) relevant du goût.
- La texture (résistance, consistance à la mastication) relevant du toucher.



### III.2.3. Plan microbiologique

La qualité microbiologique d'un produit alimentaire englobe deux aspects :

1. La qualité hygiénique qui vise la santé du consommateur en premier lieu ; cette qualité est refusable lorsque le produit contient de la toxine ou lorsqu'il présente des micro-organismes pathogènes.
2. La qualité marchande, strictement liée à la qualité sensorielle, elle est garantie lorsque le produit est exempt de tout micro-organisme d'altération (Bourgeois et Leveau, 1980).

Ce type de contrôle vise :

- ✓ D'une part à vérifier l'absence des pathogènes et l'éventuelle présence d'un nombre limité de micro-organismes indicateurs d'hygiène.
- ✓ D'autre part à contrôler l'absence de germes ayant des incidences technologiques défavorables (Magri *et al.*, 2016).

## III.3. Etapes du contrôle de la qualité

### III.3.1. Contrôles de la matière première

Ces contrôles sont réalisés dès l'arrivée des matières premières sur le lieu de fabrication, et consistent en des contrôles physico-chimiques, organoleptiques et microbiologiques (Boutonnier, 2000).

### III.3.2. Contrôles en cours de fabrication

Pendant les principales étapes du procédé de fonte, plusieurs paramètres doivent être suivis :

#### *III.3.2.1. Préparation et dosage*

Il s'agit de veiller au respect des proportions des ingrédients par des contrôles rigoureux des masses des ingrédients.

#### *III.3.2.2. Prémélange et mélange*

Vérifier l'homogénéité de la pâte, mesure du pH et de la teneur en eau et si possible de la teneur en matière grasse.

#### *III.3.2.3. Cuisson et fonte*

Il s'agit du contrôle du temps et de la température de fonte ainsi que de la vitesse de brassage.



### III.3.2.4. Stabilisation thermique

Il s'agit de veiller au respect des temps et des températures de la pasteurisation ou stérilisation, ainsi que du refroidissement.

### III.3.2.5. Crémage

Lors du crémage, on contrôle le temps, la température, l'intensité du brassage ainsi que la qualité et la quantité de la préfonte ajoutée.

### III.3.2.6. Conditionnement

Lors du conditionnement, on veille au contrôle de la température de conditionnement, l'absence de fils de fromage et de pliage, l'étanchéité des soudures pour les emballages souples, l'étiquetage, le banderolage ainsi que les masses.

### III.3.2.7. Refroidissement

Le refroidissement est suivi par contrôle du temps et de la température (Boutonnier, 2000).

## III.3. Contrôle du produit fini

Les contrôles réalisés sur le produit fini concernent :

- **L'emballage** : aspect général et test d'étanchéité.
- **Le produit débarrassé de son emballage** :
  - Aspect externe : brillance, couleur, absence de trous, de cristaux, de particules infondues, d'exsudation grasse...
  - Texture : consistance par analyse pénétrométrique, tartinabilité.
  - Flaveur : olfaction, rétro-olfaction et gustation.
- **L'étiquetage** :

L'étiquetage doit comporter les mentions suivantes :

  - La date limite de consommation.
  - La composition du produit.
  - La valeur nutritive.
  - Le nom du produit et le logo de l'entreprise.
  - L'adresse et le siège social du fabricant.
  - Le volume, le poids net et le nombre de portions.
- **Les tests de fonctionnalité** :

Il s'agit de tester la stabilité à la chaleur et l'aptitude à la fonte sous différentes conditions (four à air chaud, four à micro-ondes...).



### III.4. Défauts de fabrication de fromage fondu

La qualité d'un fromage fondu est influencée par de nombreux facteurs liés à la formulation et au procédé de fabrication. C'est ainsi que de très légers écarts dans la mise en œuvre peuvent avoir des conséquences significatives. Celles-ci peuvent se traduire par la survenue de défauts observables dès le stade de fonte ou après un certain temps de stockage (Roussel et Boutonnier, 2015).

Ces défauts peuvent être décelés lors de la fabrication ou bien après conditionnement et ils ont pour origine des facteurs chimiques, physiques ou microbiologiques.

#### III.4.1 Défauts physico-chimiques

Le tableau II.6 ci-après rassemble les principaux défauts qui surviennent après conditionnement et qui ont des origines chimiques ou physiques, leurs causes et les corrections possibles.

**Tableau II.6.** Défauts d'origine chimique ou physique après conditionnement

| Défauts   | Causes   | Remède  |
|---|--|---|
| <b>Texture molle</b>  | Humidité élevée, quantité de sels Insuffisante, agitation lente, fonte Prolongée, pH élevé, Refroidissement rapide, excès de fromages affinés dans le mélange  | Réduire la teneur en eau, utiliser un autre sel de fonte, augmenter le pH, ralentir le refroidissement, augmenter la teneur en fromages jeunes, réduire le temps de fonte, augmenter la vitesse d'agitation   |
| <b>Texture dure</b>   | Humidité basse, sels de fonte non adaptés (dose, nature), faible pH, refroidissement long, mélange adapté, excès de fromages ayant une forte aptitude au crémage   | Augmenter la teneur en eau, ajuster les sels de fonte, augmenter le pH, augmenter la vitesse de refroidissement, changer la formulation des fromages, éviter l'ajout de préfonte trop crémée  |
| <b>Texture gluante (fromage tartinable)</b>                       | Excès de fromages jeunes, sels de fonte non adaptés, absence de la préfonte dans le mélange, fonte rapide et agitation lente   | Augmenter la proportion de fromages affinés, utiliser un sel de fonte adapté, ajouter de la préfonte, augmenter le temps de la fonte, augmenter la vitesse de l'agitation   |
| <b>Texture ferme avec exsudation de l'eau pendant le stockage</b> | Effet de surcrémage, développements microbiens conduisant à la baisse du pH  | Éliminer tous les facteurs qui causent Un crémage excessif, bien choisir les Ingrédients, conserver une température de fonte supérieure à 85°C.   |
| <b>Texture granuleuse (non homogène)</b>                          | Processus de fonte et mélange insuffisants, sels de fonte en excès ou insuffisants, pH bas, temps de fonte réduit, température de fonte basse, quantité d'eau ajoutée insuffisante, agitation inadéquate   | Ajouter des fromages jeunes, utiliser le sel de fonte adapté et en quantité suffisante, régler le pH, prolonger le temps de fonte en vue d'obtenir une masse homogène, augmenter la température de fonte au-delà de 85°C, augmenter la teneur en eau ajoutée, agiter en continu durant la fonte et le remplissage |
| <b>Texture friable, cassant</b>                                   | Apparition fréquente lorsque le pH final du fromage fondu est très faible (<5,3). Les caséines sont alors proches de leur point isoélectrique, ce qui augmente la contraction du réseau protéique et les interactions protéines- protéines dont la résultante peut | Ajuster le pH du produit fini par l'emploi de sels de fonte correcteurs de pH et/ou d'une formulation plus adaptée des fromages   |



|   |   |  |
|---|---|--|
|   | être l'apparition d'une texture friable et cassante   |  |
| <b>Produit collant (adhérant au papier d'emballage)</b> | Emballage métallique collant, pH trop élevé, masse fondue laissée chaude pendant un long moment sans agitation  | Changer l'emballage, augmenter la proportion des fromages affinés ou améliorer le crémage, conserver le pH < 6 et une agitation continue jusqu'à l'opération d'emballage   |
| <b>Présence cristaux</b>                                | Cristaux de di- et de mono- phosphate de calcium (quand ces anions sont utilisés dans le sel de fonte), cristaux de calcium (quand le citrate est utilisé comme sel de fonte), usage de préfonte sableuse, sels de fonte insolubles, formation de cristaux de lactose, précipitations des grains de tyrosine (fromages à pâte pressée cuite trop affinés) | Éviter l'usage du mono ou di- Phosphate comme sel de fonte, réduire le citrate, éliminer la préfonte sableuse, augmenter le temps de fonte, ajouter le sel de fonte en solution (si nécessaire), utiliser une dose précise de sels de fonte, réduire les apports de lactose (poudre de lactosérum par exemple), éliminer les fromages contenant des cristaux de tyrosine |
| <b>Produit rance</b>                                    | Fromages trop affinés, beurre ou matière grasse de mauvaise qualité   | Corriger la composition du mélange (Ajout des fromages jeunes), changer de corps gras  |
| <b>Produit amer</b>                                     | Fromages amers dans le mélange, quantité de calcium à l'état ionisé trop importante   | Ajouter des fromages affinés (avec un pH élevé), d'après un sel de fonte correcteur de pH et plus séquestrant  |
| <b>Produit trop salé</b>                                | Fromages salés, excès du sel de fonte   | Ajouter des fromages jeunes et non salés, diminuer la quantité du sel de fonte   |
| <b>Produit sucré</b>                                    | Fromages initiaux avec ouvertures (Propioniques), teneur en lactose excessive   | Corriger la formulation du fromage fondu   |
| <b>Produit sucré-salé</b>                               | Concentration élevée en lactose et sels minéraux (utilisation de poudre de lactosérum en excès)   | Réduire la quantité de produits de lactosérum dans le mélange  |
| <b>Particules brûlées</b>                               | Surchauffage par vapeur indirecte avec la présence du lactose (dégradation thermique du lactose)  | Réduire la température du traitement thermique lors des chauffages indirects   |
| <b>brunissement</b>                                     | Réaction de Maillard (lactose et acides aminés), usuellement lors de l'utilisation des fromages très jeunes ou des produits de lactosérum.  | Choisir une température de fonte < 90°C, refroidir les fromages fondus directement après emballage, éviter un pH élevé dans le produit, revoir la formulation  |

### III.4.2. Défauts microbiologiques

Parmi les défauts les plus répandus d'origine microbienne :

**La présence d'ouvertures** (trous dans la pâte du fromage fondu) dues au développement bactérien (*Clostridium*, coliformes...), changements physiques (présence d'air, CO<sub>2</sub> produit par le mélange du citrate) et changements chimiques (hydrogène résultant de la réaction entre le fromage fondu et le papier aluminium). Le remède dans ces cas est de bien choisir les ingrédients du mélange, conserver la température de fonte > 95°C, utiliser un système de cuisson et de conditionnement sous vide, augmenter le temps de fonte, tester la porosité du papier aluminium (Fox *et al.*, 2000).

**Le gonflement du fromage fondu** qui est un accident de fabrication particulièrement grave se traduisant par la présence de nombreux yeux dans le fromage, principalement près de la surface. Les germes qui en sont responsables sont divers : Assez rarement il s'agit de bactéries



coliformes ou de levures, gênées par l'absence de lactose. Plus souvent, ce sont des sporulés anaérobies qui interviennent, parmi lesquels le *Clostridium butyricum*, capable de se développer à partir des lactates. Toutefois, la cause de gonflement la plus fréquente reste encore la présence massive de bactéries propioniques.

Pour lutter contre le gonflement butyrique, l'addition aux fromages, au moment de la fonte, d'une culture sur lait de streptocoques producteurs de nisine, un mélange de polypeptides thermostables inhibant le développement des ferments butyriques (Gouet et Bergère, 1973 ; Veisseyre, 1979).

Le fromage fondu peut être aussi recontaminé au moment du conditionnement (Coliformes, levures, moisissures) ou après conditionnement, par suite d'un défaut dans l'étanchéité de l'emballage (Beerens et Luquet, 1987).

Il y a d'autres défauts également tels les défauts fonctionnels qui peuvent être définis comme l'incapacité des fromages à présenter les propriétés d'usages pour lesquels ils ont été fabriqués. Ces défauts englobent leurs propriétés lors de leur découpe, la fragmentation (fermeté, collant, rapabilité, texture friable et/ou cassante, etc..), leur comportement à la fonte (étalement, filant, coloration, exsudation de matière grasse...), et leur durée de conservation (Roustel et Boutonnier, 2015).



## CHAPITRE III : MATÉRIELS & MÉTHODES



## INTRODUCTION

Le présent chapitre, intitulé 'Matériels & Méthodes' présente comme son nom l'indique les matériaux, les matériels et les méthodes suivies dans le cadre de ce travail de Master ; à savoir :

- ✚ Présentation succincte de l'entreprise fromagère 'Falait' ;
- ✚ Les analyses physico-chimiques & Microbiologiques réalisées chez Falait ;
- ✚ La méthodologie des 'Plans d'expériences' adoptée dans ce travail ;
- ✚ Etude de la stabilité de fromages fondus, par la méthodologie des surfaces de réponses ;
- ✚ Etude des performances d'un conservateur naturel issu des aiguilles de pin, par la méthodologie des surfaces de réponses.

## I. PRESENTATION DE L'ENTREPRISE FALAIT

### I.1. Historique & présentation

L'entreprise FALAIT Spa., au capital de 700 000 000 DZD, est sise dans la zone industrielle de Rouiba ; elle a été fondée en 2000 et compte aujourd'hui environ 700 Employés. Falait joue un rôle essentiel dans le paysage industriel Algérois. Son domaine d'expertise est la production et la commercialisation de produits laitiers, en particulier de fromages.

La fromagerie FALAIT s'efforce de garantir la qualité et la sécurité de ses produits tout en respectant les normes réglementaires en vigueur. En outre, en plus de se concentrer sur la qualité, la fromagerie FALAIT se démarque également en innovant dans ses produits, ce qui lui permet de répondre aux demandes changeantes des consommateurs et aux tendances du marché. Elle investit dans la recherche et le développement pour proposer une gamme diversifiée de fromages répondant aux préférences de sa clientèle tout en maintenant son engagement envers l'excellence et la qualité.

### I.2. La gamme de produits Falait

La figure III.1 suivante montre la gamme des produits Falait bien connus des Algériens depuis environs deux décennies :



Figure III.1. Quelques produits connus de la gamme Falait



### I.2.1. Les produits CHEEZY

Avec un bon rapport qualité/prix, ainsi qu'une large gamme de choix, les produits Cheezy sont les plus commercialisés par Falait ; on distingue :

- Cheezy en portions triangulaires : Cheezy / Cheezy a édam / Cheezy au cheddar ;
- Cheezy cuisto ;
- Cheezy barres ;
- Cheezy slices.

### I.2.2. Les produits Tartino

La gamme de luxe de chez Falait, elle compte :

- Tartino excellence
- Tartino junior
- Tartino original

### I.2.3. Les produits Siplait

Cette gamme offre des produits de qualité et simples à utiliser, tout en étant accessibles à tous.

## II. TECHNOLOGIE DE FABRICATION DES FROMAGES FONDUS CHEZ FALAIT

Falait impose des contrôles rigoureux à chaque étape du processus par biais du laboratoire de contrôle de la qualité. Ces contrôles impliquent une analyse approfondie des matières premières, des produits intermédiaires et des produits finis, ainsi qu'une évaluation du matériel utilisé dans le processus de production.

### II.1. Matières premières utilisées pour la fabrication de la gamme fondue Cheezy

#### II.1.1. Poudre de lait

La poudre de lait utilisée à l'unité de Rouiba est importée de divers pays tels que la France, l'Allemagne, les Pays-Bas, le Canada et la Nouvelle-Zélande. Il s'agit de poudre de lait entière contenant 26 % de matière grasse (MG), obtenue en éliminant 96 à 97 % de l'eau présente dans le lait cru de vache. Cette poudre offre une solubilité très élevée de 99,8 %.

L'unité FALAIT SPA utilise principalement deux types de poudres :

- La poudre de lait entière à 26 % de matière grasse.
- La poudre de lait écrémé à 0 % de matière grasse.



### II.1.2. Le Cheddar

Chez FALAIT, le cheddar utilisé se présente sous forme de blocs sans croûte. Durant son processus de fabrication, il passe par plusieurs étapes et sa couleur peut varier du blanc au jaune. Il est conditionné en cubes de 25 kg, enveloppés dans des films polyéthylène thermoscellables et emballés dans des cartons.

### II.1.3. L'Eau

Chez FALAIT, l'eau utilisée dans la fabrication du fromage fondu provient d'un forage et est traitée par filtration, désinfection et adoucissement. Elle est ensuite analysée pour garantir qu'elle répond aux normes physico-chimiques et microbiologiques de l'eau potable, afin de ne pas agir comme agent vecteur potentiel de germes dangereux.

### II.1.4. Les additifs alimentaires

Les additifs alimentaires comprennent des agents de sapidité, des colorants, des agents de texture et des conservateurs, utilisés de manière limitée selon le type de fromage :

- **SIN 330** : L'acide citrique est utilisé dans l'industrie alimentaire comme acidifiant, correcteur d'acidité et agent de levuration dans la composition des arômes.
- **SIN 160a** : Le  $\beta$ -carotène est un pigment de la famille des caroténoïdes, utilisé comme colorant.

### II.1.5. La caséine présure

Chez FALAIT, la caséine présure joue un rôle essentiel dans la fabrication de fromage fondu. La caséine, principale protéine du lait, est précipitée par l'action de la présure, une enzyme qui favorise la coagulation du lait. Cette caséine présure est ensuite utilisée pour améliorer la texture et la consistance du fromage fondu, assurant une fonte homogène et crémeuse. En plus de son rôle fonctionnel, la caséine présure contribue à la stabilité du produit fini, permettant de maintenir les qualités organoleptiques du fromage fondu durant sa conservation. Grâce à ces propriétés, FALAIT garantit un produit de haute qualité, répondant aux exigences gustatives et texturales des consommateurs.

### II.1.6. Le beurre

Le beurre est un ingrédient clé dans la fabrication du fromage fondu, apportant richesse et onctuosité au produit final. Le beurre contribue non seulement à la texture crémeuse du fromage, mais il améliore également son profil de saveur, ajoutant une note de douceur et de profondeur. De plus, le beurre joue un rôle crucial dans la stabilité de l'émulsion, aidant à lier les autres ingrédients et à prévenir la séparation des phases huileuse et aqueuse.



### II.1.7. Les sels de fontes

Les sels de fonte utilisés dans la fabrication de fromages fondus chez Falait sont à bases de.. :  
SIN 452, SIN 450, SIN 339 et SIN 331.

## II.2. Etapes de production du fromage fondu

Les étapes de production sont détaillées ci-dessous :

### II.2.1. De la réception des matières premières au mélangeage

1. Réception des matières premières.
2. Stockage des matières premières solides et en poudre : Les matières premières sont maintenues dans des conditions optimales d'hygiène, de sécurité et de conservation. Les chambres froides, réglées entre 0 et 6°C, sont réservées au stockage des matières premières solides (en blocs) telles que le cheddar et le beurre. Les magasins à température ambiante de 25°C sont utilisés pour le stockage des matières premières en poudre, comme la poudre de lait, les sels de fonte, la caséine et les additifs. Pour garantir une gestion efficace des stocks, la méthode FIFO (First In, First Out) est utilisée. Cela signifie que les premières matières premières à entrer en stock sont les premières à être utilisées en production, évitant ainsi l'obsolescence des matières premières.
3. Déballage des matières premières.
4. Préparation du mélange.
5. Pesage des matières premières en poudre.
6. Broyage des matières premières solides (cf. Figure III.2) : Les matières premières solides, telles que le cheddar, le Massdam/Edam/Gouda, le beurre, et les matières grasses végétales (MGV) ou animales (MGLA), sont pesées en fonction de la recette au cours du processus. Un broyeur de type KS (Karl Schanel) réduit les blocs de matières premières en particules de quelques millimètres de diamètre. Les matières broyées sont ensuite transportées via un tapis à commande automatique vers le mélangeur, où le malaxage des ingrédients broyés commence.



Figure III.2. Broyage des matières premières solides



7. Mélange des matières premières en poudre : les ingrédients en poudre tels que la poudre de lait (PDL), la caséine acide et/ou présure, le lactosérum, les sels de fonte (Kasomel 2280), le sel de table et l'acide citrique, préalablement pesés, sont placés dans une trémie aspirante qui les envoie vers un mélangeur industriel. Dans ce dernier, les ingrédients en poudre sont mélangés avec de l'eau. Une fois bien mélangé, le mélange est envoyé en deux phases vers le mélangeur, où il rejoint les matières premières solides.
8. Mélange des matières premières en poudre et solides : Une fois les ingrédients bien mélangés, un échantillon est prélevé pour mesurer l'extrait sec (ES) et le pH. En fonction des seuils établis par l'entreprise et en accord avec la réglementation, une correction est effectuée en ajoutant de l'eau et de l'acide citrique si nécessaire. Il est important de noter que la correction d'un lot ne peut se faire qu'au niveau du mélangeur.

### II.2.2. Traitements thermiques - Stérilisation

#### II.2.2.1. Pré-cuisson

A la sortie du mélangeur, le malaxé passe d'abord par un bac tampon, puis par l'affineur où il est précuit à 85°C. Cette étape permet d'homogénéiser le fromage et d'éliminer les particules de grande taille. Le fromage est ensuite transféré vers le bac de lancement.

#### II.2.2.2. Stérilisation

C'est l'étape clé de la fabrication du fromage fondu, réalisée dans des installations en continu reliées à des pompes d'eau. Dans les cuiseurs continus, le mélange est chauffé jusqu'à 140°C pendant 6 à 8 secondes (traitement UHT avec une valeur stérilisatrice équivalente à 4 minutes à 121°C), puis refroidi et maintenu à une température comprise entre 70 et 95°C pendant 4 à 15 minutes. Ce traitement thermique à 140°C détruit et élimine les germes pathogènes ainsi que les formes végétatives (les formes résistantes des bactéries à haute température), garantissant une longue conservation à température ambiante.

### II.2.3. Crémage

Une fois le fromage stérilisé, il est envoyé vers un bac de crémage (cf. Figure III.3) où il subira plusieurs cycles de rotation à  $T=85\text{ C}^\circ$ , jusqu'à crémage.



Figure III.3. Cuve de crémage



## II.2.4. Conditionnement

### II.2.4.1. Mise en portions

Le transfert du fromage se fait par des tuyauteries en acier inoxydable alimentant les couleuses d'une portionneuse de marque Corazza FF220 SX (cf. Figure III.4), afin d'éviter toute contamination lors du conditionnement. Le fromage fondu liquide et chaud est emballé dans du papier d'aluminium laqué ou dans des contenants en matériau plastique thermoscellable. Les machines Corazza effectuent ce conditionnement à une température supérieure à 70°C.

### II.2.4.2. Mise en boîtes

Une fois conditionné, le fromage fondu est automatiquement assemblé dans des boîtes cylindriques contenant 16, 24, ou 8 portions de 240 g, 360 g, ou 120 g, respectivement.



Figure III.4. Photographie de la couleuse de marque Corazza

### II.2.4.3. Banderolage

Les boîtes de fromage, encore chaudes, passent par une banderoleuse où la banderole est appliquée à l'aide d'une colle. La date de fabrication, la date d'expiration et le numéro de lot sont également ajoutés.

### II.2.4.4. Encartonnage et palettisation

Les boîtes de fromage sont ensuite rassemblées dans des caisses de manière semi-automatique. Les caisses sont scellées avec du ruban adhésif et placées sur des palettes, à raison de 70 à 90 cartons par palette.

### II.2.4.5. Refroidissement

Les palettes de produits finis sont dirigées vers une chambre froide réglée à 4°C, où un refroidissement rapide est appliqué au fromage encore chaud pendant 12 heures, afin de stopper toute interaction moléculaire. Ensuite, les palettes de fromage sont transférées vers



une deuxième chambre froide à une température de 10 à 15°C pour le stockage jusqu'à commercialisation.

#### II.2.4.6. Commercialisation

Le produit fini est libéré à 3 jours de date de fabrication (J+3), la suite de plusieurs tests et analyses sur le produit fini, notamment :

- ✚ Analyse microbiologique ;
- ✚ Estimation de la Qualité Sortie Usine (EQSU),
- ✚ Test de Dégustation ;
- ✚ Tests de conservations à 37°C et à 25°C.

### III. ANALYSE PHYSICOCIMIQUE ET MICROBIOLOGIQUE CHEY FALAIT

#### III.1. Echantillonnage

Dans le cadre de notre étude expérimentale, les méthodes d'échantillonnage ainsi que les protocoles d'analyses physico-chimiques et microbiologiques utilisés ont été basés sur les fiches techniques fournies par l'industriel FALAIT.

- **Echantillonnage du cheddar et de la poudre de lait**

Le prélèvement du cheddar et de la poudre de lait se font dans des conditions aseptiques et de manière aléatoire, à partir de 5 blocs pour le cheddar et de 5 sacs fermés pour la poudre de lait. Cela se fait au sein de la zone de stockage des matières premières, selon les étapes suivantes :

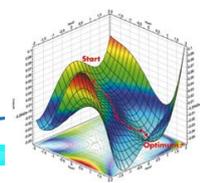
- i. Désinfecter la surface au niveau de la zone de prélèvement avec l'alcool.
- ii. Enfoncer une sonde stérile dans le produit.
- iii. Retirer la sonde et déposer l'échantillon dans un sac stérile.
- iv. Répéter l'opération jusqu'à l'obtention d'au moins 25 grammes d'échantillons.

- **Echantillonnage de l'eau de procès**

Dans l'atelier de fabrication du fromage, le prélèvement de l'eau de procès se fait comme suit :

- i. Désinfecter le robinet avec de l'alcool et par flambage.
- ii. Laisser couler un certain volume d'eau.
- iii. Prélever à proximité d'une flamme le volume désiré dans un flacon stérile.

- **Echantillonnage des sels de fonte**



Dans des boîtes de Petri stérile, une certaine quantité de sels de fonte est prélevée.

- **Echantillonnage de produit finis**

L'échantillonnage du produit fini, emballé et conservé à 10°C est effectué au niveau de la salle de stockage. Des prélèvements aléatoires de 05 portions sont nécessaires pour l'évaluation de la stabilité de la qualité microbiologique et physicochimique du fromage produit.

## III.2 Analyses physico-chimiques

### III.2.1. Détermination du pH (Beurre, Cheddar, produit fini)

La détermination du pH est réalisée selon la norme AFNOR, 1986. Les mesures ont été réalisées sur un pH-mètre modèle Testo 206 pH-1. Pour chaque prise, 2 essais sont réalisés.

### III.2.2. Détermination de l'extrait sec total « EST » (AFNOR, 1986)

Le principe de la méthode repose sur la dessiccation par l'évaporation de l'eau à 85°C d'une quantité déterminée de l'échantillon à analyser. L'analyse a été réalisée en utilisant une thermo-balance modèle Shimadzu série MOC63u (cf. Figure III.5) sur une prise d'échantillon comprise entre 1,2 - 2,5 g. La matière sèche est exprimée en pourcentage de masse lorsque la perte de masse lue s'annule.



Figure III.5. Thermo-balance modèle...pour la mesure de l'extrait sec (%)

### III.2.3. Détermination de la matière grasse (MG) (AFNOR, 1986)

Le principe de la méthode Acido-Butyrométrique consiste en la dissolution des éléments du fromage par addition d'acide sulfurique ( $d=1,525$ ), dans un butyromètre de VAN GULIK, suivie de la séparation de la matière grasse par centrifugation à 1500 rpm pendant 10 minutes dans une centrifugeuse modèle NOVA safety, la séparation étant favorisée par l'addition d'une quantité d'alcool iso-amylque. La lecture est réalisée rapidement et directement sur l'échelle du butyromètre et la teneur en matière grasses est exprimée en pourcentage de masse du produit fini.



### III.2.4. Détermination du rapport 'R' matière grasse/matière sèche (MG/MS)

La teneur en matière grasse dans la matière sèche correspond au pourcentage en masse de la matière grasse contenue dans la matière sèche du fromage. ; elle est obtenue par l'équation III.1 suivante :

$$R \% = \frac{\tau_{MG}}{\tau_{MS}} * 100 \quad (III.1)$$

Où  $\tau_{MG}$  et  $\tau_{MS}$  sont respectivement les taux de matière grasse et sèche en pourcentage.

### III.2.5. Détermination du taux d'humidité

Le taux d'humidité (H%) est déduire directement du taux de matière sèche par l'équation III.2 suivante :

$$H \% = 100 - \tau_{MS} \quad (III.2)$$

### III.2.6. Détermination du titre hydrométrique (Dureté de l'eau de procédé)

La détermination de la dureté de l'eau, qui est due essentiellement aux ions  $Ca^{2+}$  et  $Mg^{2+}$ , consiste au titrage molaire de ces ions avec une solution complexante d'EDTA, en présence du noir ériochrome comme un indicateur coloré, qui vire au rouge foncé ou violette en présence des ions de calcium ou de magnésium.

### III.2.7. Dosage des chlorures $Cl^-$

La concentration en ions chlorure de l'eau de procès est dosée en milieu neutre par une solution de nitrate d'argent, en présence de bichromate de potassium à 5%. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition d'une teinte rouge brique.

## III.3. Analyses microbiologique

Avant la mise sur le marché d'un produit fini, il doit d'abord passer par le laboratoire microbiologique pour y subir des analyses spécifiques. Les germes recherchés et dénombrés dans le fromage fondu sont : la flore totale aérobie mésophile à 30°C, l'*Escherichia coli*, les *Clostridium* sulfito-réducteurs (CSR), les levures et les moisissures, les streptocoques, la salmonella, les spores anaérobies gazogènes et les staphylocoques. Ainsi, si l'analyse montre une qualité satisfaisante, le produit fini sera approuvé pour la libération. En revanche, s'il ne répond pas aux normes, il sera bloqué.

### III.3.1. Milieux de culture et dilution

En fonction des besoins et des germes à rechercher, les milieux de culture sont préparés suivant selon un mode opératoire approprié en pesant une quantité fixe qu'on mélange avec de l'eau distillée dans les proportions indiquées sur le protocole de préparation de chaque



milieu de culture. Ce mélange est chauffé ou non dépendant du protocole, et bien homogénéisé dans un Erlenmeyer, sous agitation magnétique. La stérilisation du produit se fait à l'autoclave (120°C pendant 15min) et le milieu ainsi préparé est conservé dans un réfrigérateur à 4°C.

Pour les produits solides (cheddar, poudre de lait et produit fini), des dilutions sont préparées comme suit :

Introduire aseptiquement 25 grammes du produit à analyser dans un sac stérile contenant 225 ml TSE (Tryptone Sel Eau). Homogénéiser le mélange dans un sac mélangeur (Stomacher) pendant environ 1 à 2 minutes pour obtenir une suspension mère qui correspond à la dilution  $10^{-1}$ , ensuite, on réalise les autres dilutions :  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-5}$ .

### III.3.2. Recherche des germes

#### III.3.2.1. *Staphylococcus aureus*

Le mode opératoire suivi consiste à transférer à l'aide d'une pipette stérile 0,1 ml des dilutions décimales à la surface de la gélose Baird Parker et l'étaler soigneusement. Les boîtes sont incubées à 37°C pendant 48 heures.

A la lecture, un résultat positif est traduit par l'apparition de colonies noires (réduction de tellure) entourées d'un halo clair. Ce halo résulte de la protéolyse des protéines du jaune d'œuf. Les colonies de *Staphylococcus aureus* ont un aspect brillant.

#### III.3.2.2. *Clostridium sulfito-réducteur*

Le mode opératoire suivant est comme suit :

A partir de chaque dilution, on introduit 5 ml dans deux tubes vides et stériles et également 1 ml dans un 3<sup>ème</sup> tube qui va être complété par la suite avec 4 ml d'eau physiologique stérile. Ces trois tubes sont portés au bain marie à 80°C pendant 10 minutes afin d'éliminer les formes végétatives et ne laisser que les spores. Les tubes sont aussitôt refroidis à l'eau de robinet avant de faire couler aseptiquement la gélose viande foie fondue et refroidie à 45°C, additionnée de 5 ml de sulfite de sodium et 2 ml d'alun de fer. Les tubes sont refroidis à l'air ambiant et incubés à 37°C pendant 72 heures.

A la lecture, les colonies de *clostridium* sulfito-réducteur apparaissent de couleur noir. Le résultat s'exprime par le nombre de spores par ml ou par g de produit.

#### III.3.2.4. *La flore mésophile aérobie totale (FMAT)*

Nous avons procédé comme suit pour la détermination de la flore totale aérobie mésophile :

A partir de chaque dilution décimale, porter aseptiquement 1 ml dans 3 boîtes de Petri stériles. Compléter ensuite avec environ 15 ml de gélose PCA fondue puis refroidie à 45°C. Faire ensuite des mouvements circulaires en forme de 8 pour permettre à l'inoculum de se



mélanger avec la gélose. Laisser se solidifier sur la paillasse. Ensuite, incuber les boîtes à 30°C pendant 72 heures

A la lecture, retenir les boîtes contenant un nombre de colonies compris entre 30 et 300. Les résultats sont exprimés en UFC par g de produit selon la formule suivante :

$$X = N \cdot \left(\frac{1}{D}\right) \cdot \left(\frac{1}{V}\right) \quad (\text{III.3})$$

Où : X est le nombre de germes par gramme de produit, N le nombre de colonies, V le volume de l'inoculum et D est le facteur de dilution.

### III.3.2.5. *Escherichia coli*

Le mode opératoire suivi consistait à transférer à l'aide d'une pipette stérile 1 ml de la dilution décimale  $10^{-1}$ , et à l'introduire dans une boîte de Petri stérile ; ensuite à couler 15 ml d'un milieu TBX, bien mélanger et laisser solidifier. Incuber les boîtes pendant 24 heures à 44°C.

A la lecture, les colonies d'*Escherichia coli* apparaissent avec une couleur bleu verte et les résultats sont exprimés en nombre de colonies d'*Escherichia coli* par gramme d'aliment.

### III.3.2.6. *Salmonella spp*

La recherche des salmonelles se fait en 3 étapes :

- Pré-enrichissement (1<sup>er</sup> jour) :

Prélever 25 g de fromage fondu dans des sachets stériles ou stomacher contenant 225 ml d'eau peptone tamponnée. Bien homogénéiser puis incuber à 37°C pendant 24 h.

- Enrichissement (2<sup>ème</sup> jour) :

Repiquage de 1 ml des tubes d'eau peptone positifs dans 9 ml de bouillon à la sélénite cystéine (SFB) et incubation à 37°C pendant 24 h.

- Isolement (3<sup>ème</sup> jour) :

Ensemencement en stries à la surface de la gélose Hektoen à partir des tubes SFB positifs et incubation à 37°C pendant 48 h.

A la lecture, les salmonelles se présentent dans la gélose Hektoen sous forme de colonies de 2 à 4 mm de diamètre et de couleur noire avec un centre bleu. Les résultats sont exprimés par la présence ou l'absence de germes.

### III.3.2.7. *Levures et moisissures*

Prélever 1 ml de chaque dilution préparée et l'inoculer sur une boîte de Petri contenant le milieu de culture Sabouraud. Étaler l'inoculum de manière homogène sur la surface du milieu à l'aide d'une spatule stérile, puis incuber les boîtes de Petri à 25-28°C pendant 5 à 7 jours. Surveiller régulièrement la croissance des colonies de levures et moisissures.



A la lecture, les résultats sont exprimés en unités formant colonies par gramme (UFC/g) de fromage fondu, qu'il faudra comparer avec les normes et critères microbiologiques applicables pour évaluer la qualité microbiologique du fromage fondu.

### *III.3.2.8. Eau de procédé*

L'analyse microbiologique de l'eau de procédé est la même que celle de la poudre de lait, le cheddar et le produit fini, à une exception près : on y recherche et on dénombre les coliformes.

- Test de présomption des coliformes

Le mode opératoire consiste à ensemercer 5 tubes à essai du B.C.P.L à double concentration (D/C) et à y rajouter 10 ml d'eau à analyser. De même, on prend 5 tubes de B.C.P.L à simple concentration (S/C) et on met dans chaque tube 1 ml d'eau à analyser. Enfin, on met 50 ml d'eau à analyser dans un flacon de 50 ml de B.C.P.L.

Les flacons et les tubes sont munis d'une cloche de Durham et l'incubation se fait à 37°C pendant 24 heures.

A la lecture, le résultat positif est traduit par l'apparition d'un trouble bactérien accompagné d'un virage du milieu du violet au jaune et d'un dégagement d'un gaz à 1/10 du volume de la cloche.

- Test de confirmation des coliformes

A partir d'un tube positif du test précédent, on prend aseptiquement 1 ml du contenu qu'on dépose dans un autre tube de B.C.P.L contenant une cloche de Durham. De la même façon, on introduit le même volume dans un tube contenant le milieu Schubert. L'incubation se fait à 44°C pendant 24 heures.

A la lecture, le résultat positif est traduit par un dégagement du gaz (au moins 1/10 du volume de la cloche) et l'apparition d'un anneau rouge à la surface du milieu après l'addition du réactif du Kovac.

### *III.3.2.9. Contrôle de l'ambiance*

Ce control se fait par la disposition des boîtes de Petri ouvertes dans les locaux (conditionneuse, cuiseur). Les boîtes de Petri contiennent le milieu PCA utilisé pour cultiver la flore aérobique mésophile totale. Les particules en suspension dans l'air se développent par sédimentation à la surface des milieux. Après quelques minutes d'exposition à l'air, les boîtes sont fermées et incubées à une température de 30°C pendant 72 heures et après étuvage les colonies sont dénombrées.

### *III.3.2.10. Contrôle du personnel*

Le contrôle de l'hygiène du personnel manipulateur se fait sur les personnes qui sont en contact direct avec le produit : le manipulateur de la matière première (cheddar) et le manipulateur des boîtes avant le remplissage (emballage). Ce contrôle permet d'avoir une



idée sur l'hygiène des manipulateurs. L'échantillonnage est réalisé à l'aide d'écouvillons stériles humidifiés avec de l'eau physiologique. On fait passer les écouvillons sur la paume des mains, entre les doigts, les revers des mains et sur les extrémités des angles. Les écouvillons sont ensuite plongés dans l'eau physiologique stérile qui sera par la suiteensemencée.

## IV. METHODOLOGIE DES PLANS D'EXPERIENCES (MPE)

Lors d'études expérimentales multiparamétriques, le nombre de variables peut être élevé. Les stratégies couramment employées pour mener à bien ces expérimentations sont souvent informelles, et peuvent conduire à un nombre de résultats difficilement exploitables. De ce fait, le scientifique peut avoir fort intérêt à recourir aux plans d'expériences qui permettent non-seulement de suivre le meilleur protocole expérimental mais aussi d'aboutir à une modélisation empirique prédisant une ou plusieurs variables à la fois en fonction des paramètres étudiés.

La méthodologie des plans d'expérience (MPE), faisant partie de la chimiométrie (méthodes statistiques et mathématiques appliquées à la chimie), n'est pas une technique nouvelle ; elle date en fait du début du siècle avec les travaux de Fisher en 1925 (Goupy, 2005 ; Goupy, 2006).

Actuellement, les plans d'expériences sont utilisés dans les domaines industrielles en recherche & développement, dans pratiquement toutes les industries : chimiques, pétrochimiques, pharmaceutiques, mécaniques et automobiles, métallurgiques, etc., et ce, en raison des nombreux avantages qu'ils offrent, à savoir :

- Minimisation du nombre d'expériences nécessaires à l'étude, et par conséquent gains en temps et en coût ;
- Interprétation des résultats expérimentaux avec un effort minimal ;
- Etude d'un très grand nombre de facteurs ;
- Détection d'éventuelles interactions entre les facteurs ;
- Modélisation très aisée des résultats ;
- Prédiction de situations inconnues avec une grande précision.

### IV.1. Langage utilisé dans les plans d'expériences - Terminologie

#### IV.1.1. Le Facteur (X)

Un facteur (X), qu'il soit qualitatif (type de catalyseur, type de matière première, etc.) ou quantitatif (poids d'une pièce, Température, vitesse d'agitation, etc.), est toute variable contrôlable, susceptible d'influer sur la réponse observée. Un facteur est dit significatif si, lorsqu'il varie, modifie significativement la réponse du système, contrairement au facteur non significatif qui n'a aucun effet sur elle (Goupy, 2005 ; Goupy, 2006).



La valeur donnée à un facteur pour réaliser une expérience est appelée niveau, la borne inférieure est le niveau bas, qu'on note (-1), et la borne supérieure est le niveau haut, qu'on note (+1).

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut s'appelle 'domaine de variation' du facteur.

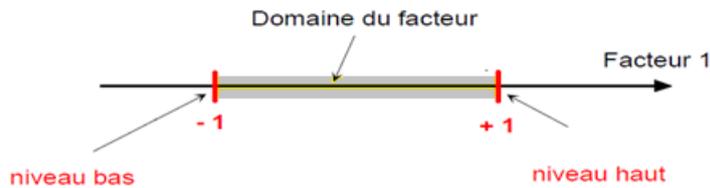


Figure III.6. Domaine d'étude pour un facteur

#### IV.1.2. Les variables centrées réduites

L'introduction de nouvelles variables que l'on appelle **variables centrées réduites** ou **variables codées** dans la conception des plans d'expériences a pour intérêt de présenter les plans d'expériences de la même manière quels que soient les domaines d'étude retenus et quels que soient les facteurs (Goupy, 2006 ; Tinsson, 2010). Cette notion consiste à attribuer la valeur (-1) au niveau bas d'un facteur et la valeur (+1) au niveau haut ; et conduit à deux modifications importantes : i) Déplacement de l'origine des mesures et ii) Changement de l'unité de mesure. Ces deux modifications entraînent. L'expression (III.4) suivante permet de permuter entre les variables réelles et les variables codées :

$$X_i = \frac{A_i - A_0}{Pas} \tag{III.4}$$

Où :  $A_i$  est la valeur réelle,  $A_0$  le centre du domaine et  $X_i$  la valeur codée ;

$$\text{le pas} = (A_{\max} - A_{\min}) / 2$$

#### IV.1.3. La Réponse (Y)

La réponse (Y) du système est la grandeur d'intérêt que l'on mesure pour quantifier sa dépendance des facteurs. Dans une même étude, i.e. dans un même plan d'expériences, on peut étudier un grand nombre de réponses à la fois.

#### IV.1.4. La Surface de réponse

A quelques points bien précis du domaine d'étude correspondent des réponses expérimentales, qui serviront à la modélisation. A partir de ce moment, correspondra un ensemble de réponses calculées à partir des modèles élaborés à l'ensemble de tous les points du domaine d'étude, menant donc à une surface dite de réponse (Sado and Sado, 2000).



#### IV.1.5. Etapes d'une étude par plans d'expériences

La mise en œuvre des plans d'expériences comporte trois étapes principales (Goupy, 2006 ; Goupy, 2005 ; Sado and Sado, 2000) :

1. Choix des facteurs qui influent sur les réponses étudiées ;
2. Choix du type de plans d'expériences, c'est-à-dire de la série d'essais à réaliser afin d'identifier les coefficients du modèle pré-élaboré ;
3. Réalisation des essais menant à la modélisation et à l'optimisation.

#### IV.2. Modélisation mathématique

En l'absence de toute information sur la fonction qui lie la réponse aux facteurs, on se donne a priori une loi d'évolution dont la formulation la plus générale est la suivante :

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n) \quad (III.5)$$

Cette fonction est trop générale et il est d'usage d'en prendre un développement limité de Taylor-Mac Laurin, c'est-à-dire une approximation. Si les dérivées peuvent être considérées comme des constantes, le développement précédent prend la forme d'un polynôme de degrés plus ou moins élevé :

$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^n a_i X_i + \sum_{\substack{i=1 \\ j \neq i}}^n a_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^n a_{ii} X_i^2 + \sum_{ijm} a_{ijm} X_i X_j X_m + \dots + a_{ij\dots n} X_i X_j \dots X_n \quad (III.6)$$

Où :  $y$  : est la réponse,  $n$  le nombre de facteurs,  $a_0$  la constante du modèle,  $a_i$  l'effet du facteur  $X_i$ ,  $a_{ij}$  l'interaction entre les facteurs  $X_i$  et  $X_j$  (il y a une interaction entre deux facteurs lorsque l'effet d'un facteur dépend du niveau de l'autre facteur),  $a_{ijm}$  : l'interaction entre les facteurs  $i$ ,  $j$  et  $m$ ,  $a_{ij\dots n}$  : l'interaction entre tous les facteurs.

Donc, ce modèle mathématique adopté a priori est un polynôme prenant en compte la moyenne, les effets de chaque facteur et toutes les interactions entre les facteurs. Ce genre de modèle dit 'modèle a priori' ou 'postulé', sont des modèles de prévision valables dans le domaine d'étude (qui doit toujours être précisé). Ce ne sont pas des modèles théoriques (de connaissance) basés sur des lois physico-chimiques ou mécaniques. Dans quelques cas, il est possible d'utiliser des lois physiques théoriques connues (Goupy and Creighton, 2006).

#### IV.3. Plans Factoriels Complets (PFC) à deux niveaux $2^k$

Ces plans sont les plus simples à réaliser et les plus complets comme leur nom l'indique. Ils consistent à prendre pour chaque facteur deux valeurs significatives (ou niveaux) qui correspondent aux limites de son domaine de variations. La borne inférieure est le niveau bas (indiqué par -1), tandis que la borne supérieure est le niveau haut (indiqué par +1). Toutes les combinaisons de niveaux sont alors réalisées. La dénomination  $2^k$  signifie 2 niveaux (haut et bas) pour chacun des 'k' facteurs.

##### IV.3.1. Construction des PFC à deux niveaux

Il s'agit dans l'ordre de (Goupy, 2006 ; Tinsson, 2010) :



- 1) Etablir la matrice d'expériences ;
- 2) Réaliser les expériences ;
- 3) Modéliser ;
- 4) Optimiser et prédire.

### IV.3.1.1. Matrice d'expérience

La matrice des essais à réaliser dans le cadre d'un PFC  $2^k$  comporte  $k$  colonnes pour les facteurs principaux et  $2^k$  lignes pour les  $2^k$  essais à réaliser. Une des façons de la construire, dite de droite à gauche, consiste à suivre la règle suivante :

- colonne du 1<sup>er</sup> facteur : alternance de -1 et +1
- colonne du 2<sup>ème</sup> facteur : alternance de -1 et +1 de 2 en 2
- colonne du 3<sup>ème</sup> facteur : alternance de -1 et +1 de 4 en 4
- colonne du 4<sup>ème</sup> facteur : alternance de -1 et +1 de 8 en 8
- Et ainsi de suite pour un nombre plus élevé de facteurs...

En adoptant ces règles empiriques, la matrice des effets est une matrice de Hadamard.

### IV.3.1.2. Modélisation

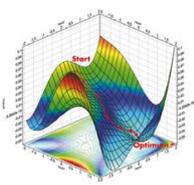
Le but de la modélisation est d'élaborer un modèle mathématique permettant d'exprimer les réponses visées  $Y_i$  en fonction des facteurs étudiés  $X_j$  exprimés en variables centrées réduites.

Dans un PFC  $2^k$ , on suppose que chaque facteur agit linéairement ; le modèle mathématique s'exprime donc par l'équation suivante :

$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^n a_i X_i + \sum_{ij} a_{ij} X_i X_j + \sum_{ijm} a_{ijm} X_i X_j X_m + \dots + a_{ij\dots n} X_i X_j \dots X_n \quad (\text{III.7})$$

### IV.3.2. Avantages et inconvénients des plans factoriels complets

Les PFC sont des plans dits sans risques car ils permettent de déterminer tous les effets et toutes les interactions sans ambiguïtés. Le nombre d'essais nécessaires est au moins égal au nombre total de coefficients à déterminer et les essais sont réalisés de telle sorte que les coefficients sont estimés avec une variance minimale. Leur simplicité d'exploitation assure un bon "rendement" par rapport aux résultats obtenus. Néanmoins ils présentent une limite essentielle : le nombre d'essais augmente très rapidement avec le nombre de facteurs. On atteint déjà 128 expériences ( $2^7$ ) pour 7 facteurs ce qui devient donc très vite difficile à réaliser dans la pratique. Aussi, dans pas mal de situations où un maximum ou un minimum se trouvent au milieu du domaine d'étude des facteurs, les résultats ne peuvent être suffisamment expliqués par un modèle de premier degré, et il serait judicieux de faire appel aux plans composites qui prennent facilement la suite d'un premier plan factoriel complet.



## IV.4. Plans pour surface de réponses – Plans Composites Centrés (PCC)

Les Plans Composites Centrés (PCC) font partie des plans dits ‘pour surfaces de réponses’ ; c’est des plans de second degré i.e. qui permettent d’établir des modèles mathématiques de second degré. Ils sont utilisés pour les variables continues et sont utiles quand la réponse suit un modèle quadratique ou lorsqu’on se trouve près d’un maximum ou d’un minimum au milieu du domaine d’étude.

La construction des PCC consiste à ajouter des points en étoile à partir d’un PFC. Ils sont cependant assez “gourmands” en termes de nombre d’essais par rapport à d’autres types de plans mais ce nombre reste raisonnable lorsque le nombre de facteurs étudiés est faible. Le nombre d’expériences dans un PCC est donné par la relation suivante :

$$N = 2^k + 2k + n_0 \quad (\text{III.8})$$

Où  $k$  est le nombre de facteurs étudiés et  $n_0$  le nombre d’expériences au centre.

En résumé, un PCC se compose en somme de trois parties :

- Un Plan Factoriel Complet  $2^k$ .
- Deux points en étoile par facteur, positionnés hors domaine  $[-1, +1]$  sur les axes de chacun de ceux-ci à une distance  $\alpha$  du centre du domaine. Ces points contribuent à l’évaluation des termes quadratiques du modèle polynomial, c’est-à-dire qu’ils donnent des informations sur la courbure de la surface de réponse.
- $n_0$  expériences (et répétitions) au centre du domaine expérimental, dédiées à l’analyse statistique.

Le schéma ci-contre décrit les différentes expériences à réaliser pour obtenir une modélisation à partir d’un PCC. Les coordonnées des points en étoile dépendent du critère d’optimalité choisi. En général, on retient le critère de presque orthogonalité ou le critère d’isovariance par rotation.

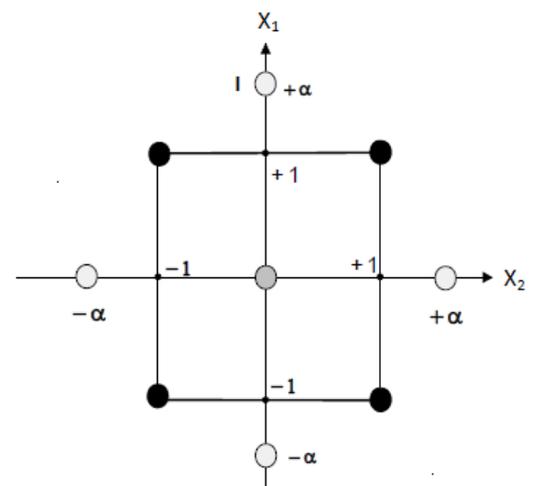


Figure III.7. Schéma présentant les expériences d’un PCC  $2^2+2*2+1$

Les plans composites prennent facilement la suite d’un premier plan factoriel dont les résultats sont insuffisamment expliqués par un modèle du premier degré. Il suffit d’effectuer les expériences correspondant aux points en étoile et de faire les calculs sur l’ensemble de toutes les expériences. Les plans composites sont parfaitement adaptés à une acquisition progressive des résultats.

La modélisation dans un PCC  $2^k + 2K + n_0$  aboutit à des modèles quadratiques donnés par l’équation III.5 ; précédente.



## IV.5. Vérification de la validité du modèle

### IV.5.1. Coefficient de détermination ( $R^2$ , et $R^2$ ajusté)

Le Coefficient de détermination  $R^2$  est un indicateur qui permet de juger la qualité d'une régression linéaire. D'une valeur comprise entre 0 et 1, il mesure l'adéquation entre le modèle et les données observées :  $R^2 = 1$  signifie que l'ajustement est parfait, tandis que  $R^2 = 0$  indique l'absence de corrélation entre la variable dépendante et la variable explicative. L'équation III.9 suivante donne l'expression de  $R^2$  :

$$R^2 = \frac{SCE}{SCT} = 1 - \frac{SCR}{SCT} \quad (\text{III.9})$$

Où : SCT, SCE et SCR sont des sommes données par les équations suivantes :

SCT est la somme des carrés totale, c'est-à-dire la somme des carrés des écarts entre les mesures de la réponse et leur moyenne.

$$SCT = \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2 \quad (\text{III.10})$$

Cette somme peut être décomposée en deux sommes, SCE, la somme des carrés due à la régression ou variation expliquée par le modèle et SCR, la somme des carrés des résidus ou variation inexpliquée par le modèle.

$$SCT = SCE + SCR \quad (\text{III.11})$$

$$SCE = \sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2 \quad (\text{III.12})$$

$$SCR = \sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (\text{III.13})$$

Le Coefficient de détermination ajusté tient compte du nombre de variables ; la qualité du modèle est d'autant meilleure que  $R^2_{ajustée}$  sera proche de 1.

$$R^2_{ajustée} = 1 - \frac{\frac{SCR}{N-P}}{\frac{SCT}{N-1}} \quad (\text{III.14})$$

Où N est le nombre d'essais réalisés et P le nombre des coefficients du modèle (Sado and Sado, 2000 ; Goupy and Creighton, 2006).

### IV.5.2. Analyse statistique des coefficients (Test de Student)

Les différents paramètres du modèle peuvent être analysés statistiquement ; l'hypothèse nulle ( $H_0$ ) est alors étudiée pour chacun des coefficients, selon laquelle ceux-ci sont nuls. Pour ce faire, la statistique  $t_{obs}$  qui dépend de l'estimation de l'écart type de  $a_i$ ,  $\sigma(a_i)$  est alors calculée :

$$t_{obs} = \frac{|a_i|}{\sigma(a_i)} \quad (\text{III.15})$$



Pour réaliser ce test au seuil (risque)  $\alpha$  (défini selon l'intervalle de confiance désiré), il faut comparer la valeur de t de Student avec la valeur tabulée d'un Student à  $(N - p)$  degrés de liberté. On utilise alors la table de Student à  $(N - p)$  degrés de liberté,  $\alpha$  étant choisi, on lit dans cette table de Student la valeur  $t_{crit}$  tabulée ( $\alpha/2, N - p$ ). On rejette  $H_0$  lorsque  $t_{obs} > t_{crit}$ .

Si l'hypothèse  $H_0$  est acceptée, cela veut dire que l'effet en question n'est pas, au risque de  $\alpha$ , significativement différent de « 0 » et donc que la variable qui lui est associée n'a pas d'influence sur la réponse (Sado and Sado, 2000).

### IV.5.3. Test de Fisher

L'objectif de l'analyse globale des résultats est de définir la qualité descriptive du modèle au moyen d'un tableau d'analyse de la variance (ANOVA) (Sado and Sado, 2000 ; Goupy and Creighton, 2006). On calcule le ratio :

$$F_{obs} = \frac{SCE/p-1}{SCR/N-p} \tag{III.16}$$

En pratique, le modèle utilisé contient un terme constant  $a_0$ , correspondant à la moyenne des réponses mesurées. Cette composante n'étant d'aucun intérêt dans l'analyse de la variance, elle est supprimée et donc on prend  $(p-1)$  degré de liberté pour le modèle de régression. Pour réunir ces informations, on utilise le tableau de la variance suivant :

Tableau III.1. Analyse de la variance (ANOVA)

| Source de variation | Degré de liberté | Variation                              | Carré moyen                                       | Fisher  |
|---------------------|------------------|--|---|---|
| Régression          | P-1              | $\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2$ | $\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / p$<br>- 1 | $\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / p - 1}{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 / n - p}$ |
| Résiduelle          | N-P              | $\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2$     | $\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 / n$<br>- p     |   |
| Totale              | N-1              | $\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$       |   |   |

On note  $F(\alpha, p - 1, N - p)$  la valeur tabulée au seuil  $\alpha$  d'une loi de Fisher-Snedecor à  $(P - 1)$  et  $(N-P)$  degrés de liberté.

On pose l'hypothèse  $H_0$ , que l'ensemble des paramètres ont une valeur égale à « 0 » et on compare la vraisemblance de cette hypothèse à l'hypothèse alternative  $H_1$  dans le cadre de



laquelle les paramètres ont la valeur obtenue après estimation. On retient naturellement l'hypothèse la plus vraisemblable sur la base d'un test statistique.

L'hypothèse ( $H_0$ ) est rejetée avec une probabilité  $\alpha$  si :  $F_{obs} > F(\alpha, P - 1 ; N - P)$ .

#### IV.6. Logiciels pour les plans d'expériences

La réalisation rapide et précise d'une étude menée à l'aide d'un plan d'expériences nécessite l'utilisation de l'outil informatique. Celui-ci permet de bénéficier d'une assistance à la création d'un plan d'expériences, de réaliser tous les calculs fastidieux mais aussi d'obtenir tous types de sorties : diagrammes, représentations graphiques, etc. Parmi les logiciels utilisés on trouve : Statistica, Statgraphics, Modde, JMP, etc.

Dans le cadre de cette étude, l'analyse statistique des résultats expérimentaux est effectuée à l'aide du logiciel JMP version 8.0. C'est un logiciel de statistique élaboré par la société SAS Institute Inc. Il est particulièrement bien adapté pour la construction et l'analyse des plans d'expériences. Son ensemble d'outils statistiques permet d'effectuer plusieurs tâches dont les principales sont : la construction d'un plan d'expériences, le choix d'un modèle mathématique, l'interprétation des résultats expérimentaux, le transfert et la sauvegarde des résultats et des analyses.

## V. ETUDE DE LA STABILITE DE FROMAGES INDUSTRIELS 'FALAIT'

Un des soucis majeurs des industries alimentaires est le retour de marchandises pour anomalies diverses : technique, organoleptique, microbiologique, date limite de consommation (DLC) proche, etc. L'entreprise Falait n'est pas exempte de ce genre de problème, surtout pendant les saisons chaudes. La figure III.8 ci-après montre le problème de retour pour la période allant de juin à septembre 2023, c'est à dire pendant la période chaude, dans 5 wilayas du nord et de l'intérieur du pays. On y constate que les retours dus à l'avarie du produit sont énormes : 48 % des retours totaux de 4.5 tonnes, suivi des retours dus aux problèmes techniques : 45 % et enfin ceux dus à l'approche de la date limite de consommation : 7%.

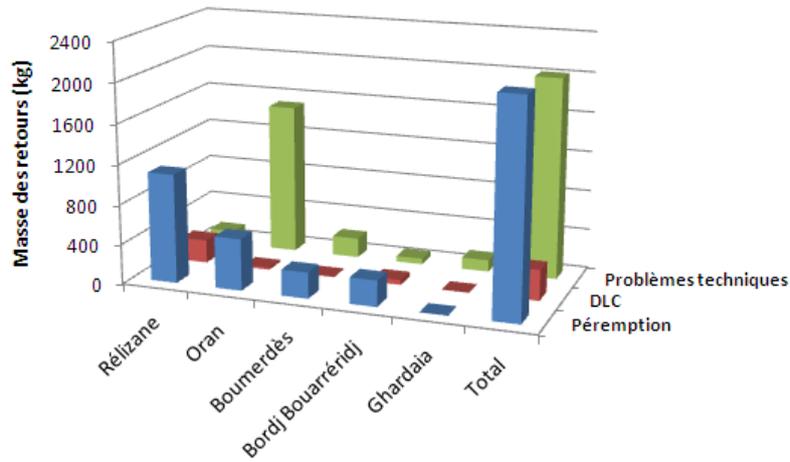
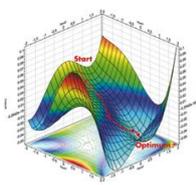


Figure III.8. Retours de produits de juin à septembre 2023

- Péréemption : moisissures, état mouillé, goût aigre, odeur aigre, décoloration, etc.
- DLC : date limite de consommation atteinte ou proche ;
- Problèmes techniques : boîtes écrasées, jarre cassées, boîtes vides, ouverture.

Les raisons de ces retours de produits sont diverses, et peuvent être dues à différents facteurs comme : le non-respect des conditions de transport et de stockage, les coupures d'électricité chez les détaillants, qui peuvent être fréquentes selon la région, la malhonnêteté de certains commerçants qui coupe carrément le disjoncteur à la fermeture, etc.

Pour avoir une idée sur les causes et les effets, nous avons adopté un plan d'expériences central composite  $2^3+6+2$ , afin d'étudier les effets de plusieurs paramètres sur la stabilité des fromages fondus produits par Falait. Notre choix s'est porté sur les deux fromages les plus vendus : les portions : Cheezy et Cheezy à l'Edam.

### V.1. Plan centrale composite PCC $2^3+6+2$ adopté

Nous avons adopté dans ce travail un plan central composite PCC  $2^3+6+2$ , soit : 16 expériences : 8 expériences pour les points factoriels, 6 expériences en  $\alpha$ , avec un coefficient d'iso-variance valant 2 ( $a=2$ ), et 2 points au centre, pour étudier les effets de 3 facteurs importants sur 4 réponses caractéristiques des fromages visés par l'étude, à savoir : son extrait sec (Esec), son pH, son taux d'humidité (H%) et son taux en matière grasse (MG%). Les facteurs choisis sont :

- $X_1$  : La variation de la température ( $\Delta T$ ) par rapport à la température de consigne ( $T_c = 13^\circ\text{C}$ ) :  $\Delta T = T - T_c$  ;
- $X_2$  : La durée, en heures, pendant laquelle le fromage étudié subit ce  $\Delta T$  ;
- $X_3$  : Le nombre de répétition en jours de cette exposition à  $\Delta T$  ; ou en d'autres termes la fréquence des chocs Chaud/Froid.



Le tableau III.2 suivant regroupe les domaines de variation des facteurs étudiés.

**Tableau III.2.** Domaine de variation des facteurs étudiés

| Dénom_       | X <sub>1</sub> : ΔT (°C) | X <sub>2</sub> : Δt (heures) | X <sub>3</sub> : Fréquence (jours) |
|--------------|--------------------------|------------------------------|------------------------------------|
| <b>a (-)</b> | 3                        | 1,5                          | 1                                  |
| <b>-1</b>    | 10                       | 3                            | 2                                  |
| <b>0</b>     | 17                       | 4,5                          | 3                                  |
| <b>1</b>     | 24                       | 6                            | 4                                  |
| <b>a(+)</b>  | 31                       | 7,5                          | 5                                  |

Le PCC suivi a donc été déroulé en 16 expériences, regroupées dans le tableau III.3 suivant, qui représente la matrice d'expériences.

**Tableau III.3.** Matrice d'expériences du PCC adopté pour l'étude de la stabilité des fromages

| Config. | Essai  | X1 | X2 | X3 |
|---------|--------|----|----|----|
| 00a     | Exp 1  | 0  | 0  | -2 |
| ---     | Exp 2  | -1 | -1 | -1 |
| ++-     | Exp 3  | 1  | -1 | -1 |
| -+-     | Exp 4  | -1 | 1  | -1 |
| ++-     | Exp 5  | 1  | 1  | -1 |
| 0a0     | Exp 6  | 0  | -2 | 0  |
| a00     | Exp 7  | -2 | 0  | 0  |
| 0       | Exp 8  | 0  | 0  | 0  |
| 0       | Exp 9  | 0  | 0  | 0  |
| A00     | Exp 10 | 2  | 0  | 0  |
| 0A0     | Exp 11 | 0  | 2  | 0  |
| --+     | Exp 12 | -1 | -1 | 1  |
| +++     | Exp 13 | 1  | -1 | 1  |
| -++     | Exp 14 | -1 | 1  | 1  |
| +++     | Exp 15 | 1  | 1  | 1  |
| 00A     | Exp 16 | 0  | 0  | 2  |

En parallèle avec la caractérisation physico-chimique des fromages des 16 expériences précédentes, nous avons aussi réalisé une analyse microbiologique visant 5 micro-organismes : l'*Escherichia coli*, les staphylocoques, la flore mésophile aérobie totale (FMAT), les salmonelles, les levures, et les moisissures. Ces analyses ont été réalisées selon les modes opératoires suivis chez Falait (cf. partie III et notamment les paragraphes : III.3).



## VI. ELABORATION D'UN NOUVEAU CONSERVATEUR SELON UNE METHODOLOGIE AUX PLANS D'EXPERIENCES

Vu ce grand problème de retour de produits vers l'entreprise fromagère Falait, surtout pendant la période chaude de l'année, et se basant sur les résultats de l'étude précédente, nous avons réorienté notre recherche vers la mise en place d'un nouveau conservateur issu des aiguilles de pin (Pin-needles derived preservative : PNDP). Le précurseur que nous avons choisi était le pin blanc de Provence ou pin d'Alep (*Pinus halepensis*) (cf. Figure III.9.), qui comme les autres essences, ont tendance à occuper certaines ceintures altitudinales correspondant à des étages de végétation, et bien entendu à des ensembles bioclimatiques, qui se retrouvent sur tout le pourtour de la Méditerranée (Quezel et Barbero, 1992).

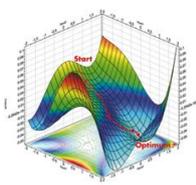


Figure III.9. Pin blanc de Provence ou pin d'Alep (*Pinus halepensis*)

### IV.1. Choix du précurseur – Echantillonnage – Préparation

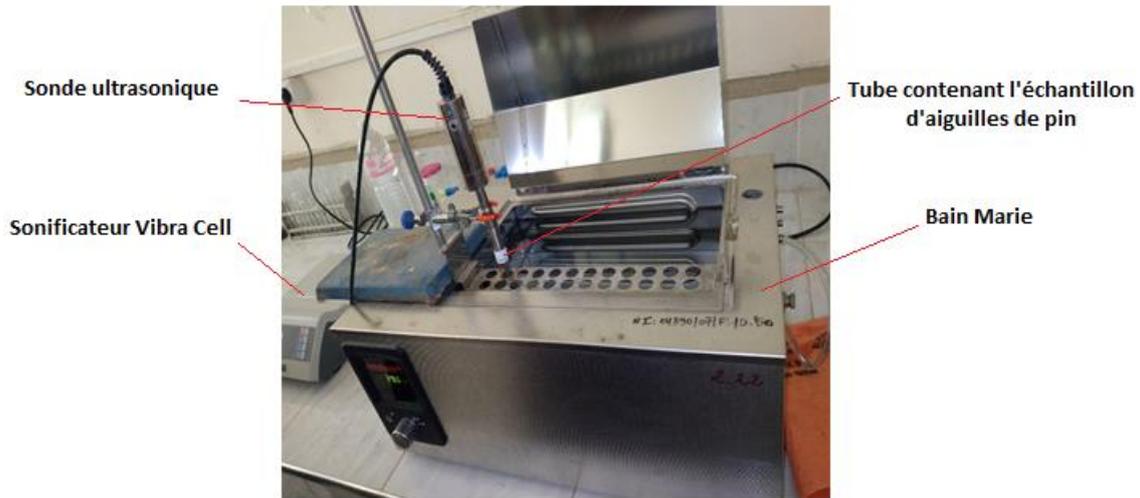
Nous avons procédé à un échantillonnage sur 3 différents arbres, récents de 4 à 5 mètres de hauteur. Nous avons porté une attention particulière, lors de notre récolte du 22 avril 2024 tôt dans la matinée, ne prendre que des aiguilles de même couleur verte vive. Notre protocole expérimental consistait à d'abord laver une masse représentative, à l'égoutter puis à la sécher dans une étuve à 50°C. Le taux d'humidité a été déterminé après plusieurs jours de séchage à 50 °C en traçant la courbe  $m = f(\text{temps})$ . La masse a été considérée comme étant sèche lorsqu'un palier avait été atteint ; le taux d'humidité est alors calculé par l'équation III.17 :

$$\tau_h(\%) = \frac{m_0 - m_f}{m_0} \times 100 \quad (\text{III.17})$$



Où :  $m_0$  et  $m_f$  sont respectivement la masse initiale et la masse sèche finale obtenue de la matière végétale.

La masse sèche a ensuite été broyée puis préparée selon un plan d'expériences central composite, dans un procédé d'extraction macération assistée par les ultra-sons : EMAUS, dont le dispositif est représenté sur la figure III.10 ci-dessous.



**Figure III.10.** Dispositif expérimental - Procédé d'extraction macération assistée par les ultra-sons : EMAUS

Le protocole expérimental consistait à peser 1g de matière végétale (mv) séchée et à lui ajouter un volume approprié de solvant (selon le plan central composite PCC  $2^3+6+2$  adopté. Le solvant étant lui-même constitué d'éthanol avec différentes fractions volumiques dans de l'eau désionisée (selon le PCC adopté). Un sonificateur Vibra Cell modèle 75185, relié à une sonde ultrasonique introduite directement dans la solution à traiter, délivre une puissance réglée selon le PCC adopté, et ce, à 40 °C pendant 25 minutes.

#### IV.1.1. Plan centrale composite PCC $2^3+6+2$ adopté

Nous avons adopté dans ce travail un plan central composite PCC  $2^3+6+2$ , avec deux points au centre et un coefficient d'iso variance valant 2 ( $\alpha=2$ ), pour étudier les effets de 3 facteurs importants sur 3 réponses caractéristiques du conservateur visé par l'étude, à savoir : Le rendement du procédé EMAUS (Rend%), La teneur total en polyphénols (TPC en mg/L) déterminée en équivalent Acide Gallique et l'activité antioxydante exprimée en pourcentage d'inhibition au DPPH (DPPH-I%). Le tableau III.4 suivant regroupe les domaines de variation des facteurs étudiés, à savoir :

- $X_1$  : Ratio matière végétale séchée (g) par millilitre de solvant ;
- $X_2$  : Fraction volumique de l'éthanol dans le mélange Ethanol/eau (solvant) ;
- $X_3$  : Puissance de la sonde à ultrasons utilisée lors du procédé EMAUS.



Tableau III.4. Domaine de variation des facteurs étudiés

| Niveau en variables codées | X <sub>1</sub> : ratio (g <sub>mv</sub> (*) : mL <sub>solvant</sub> ) | X <sub>2</sub> : Fraction volumique (éthanol dans le solvant) | X <sub>3</sub> : Puissance des ultrasons : A% |
|----------------------------|---|---|---|
| -α                         | 1 : 30  | 0.4   | 10  |
| Niveau bas : -1            | 1 : 25  | 0.5   | 30  |
| Centre : 0                 | 1 : 20  | 0.6   | 50  |
| Niveau haut : 1            | 1 : 15  | 0.7   | 70  |
| +α                         | 1 : 10  | 0.8   | 90  |

(\*) mv : Matière végétale

Le plan a été déroulé en 16 expériences, toutes dupliquées, à savoir : 8 expériences pour les points factoriels, 6 expériences en α et 2 points au centre. Le tableau III.5 ci-après regroupe donc les 16 expériences qui constituent : La matrice d'expériences.

Tableau III.5. Matrice d'expériences du PCC adopté.

| Configuration | Exp.   | X <sub>1</sub> : ratiom mv/slv | X <sub>2</sub> : Fraction Ethanol dans slv | X <sub>3</sub> : puissance |
|---------------|--------|--------------------------------|--|----------------------------|
| 00α           | Exp 1  | 0                              | 0  | -2                         |
| ---           | Exp 2  | -1                             | -1   | -1                         |
| +++           | Exp 3  | 1                              | -1   | -1                         |
| --+           | Exp 4  | -1                             | 1  | -1                         |
| ++-           | Exp 5  | 1                              | 1  | -1                         |
| 0α0           | Exp 6  | 0                              | -2   | 0                          |
| α00           | Exp 7  | -2                             | 0  | 0                          |
| 0             | Exp 8  | 0                              | 0  | 0                          |
| 0             | Exp 9  | 0                              | 0  | 0                          |
| A00           | Exp 10 | 2                              | 0  | 0                          |
| 0A0           | Exp 11 | 0                              | 2  | 0                          |
| --+           | Exp 12 | -1                             | -1   | 1                          |
| +++           | Exp 13 | 1                              | -1   | 1                          |
| +++           | Exp 14 | -1                             | 1  | 1                          |
| +++           | Exp 15 | 1                              | 1  | 1                          |
| 00A           | Exp 16 | 0                              | 0  | 2                          |

## VI.2. Méthode de caractérisation du PNDP

A la fin du procédé EMAUS adopté dans ce travail, les différents macérâts ont été séchés dans un rotavapeur modèle Stuart RE 300 DB afin de déterminer la masse de l'extrait sec obtenu.



#### IV.2.1. Détermination du rendement du procédé EMAUS : Rend%

Le rendement est alors calculé par l'équation III.18 suivante :

$$Rend\% = \frac{m_{es}}{m_{vs}} \times 100 \quad (III.18)$$

Où :  $m_{es}$  et  $m_{vs}$  sont respectivement la masse de l'extrait sec et la masse sèche de la matière végétale.

#### IV.2.2. Dosage des composés phénoliques par la méthode de Folin-Ciocalteu (TPC)

Les polyphénols sont des petites molécules naturelles composées d'un ou plusieurs groupes hydroxyles phénoliques. Ce sont des métabolites secondaires courants dans le règne végétal.

Le dosage des polyphénols dans le conservateur issu des aiguilles de pin (Pin-needles derived preservative : PNDP) a été réalisé par la méthode de Folin-Ciocalteu 'en équivalent acide gallique', et ce, par en utilisant un spectrophotomètre UV-Visible modèle Optizen 2120UV, à sa longueur d'onde d'absorption maximale :  $\lambda_{max} = 725 \text{ nm}$ .

La méthode Folin-Ciocalteu est utilisée pour doser les composés phénoliques totaux (TPC) présents dans toutes les parties de végétaux (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois). Elle a été décrite en 1965 par Singleton et Rossi (1965). Les polyphénols grâce à leurs propriétés antioxydantes sont bénéfiques pour la santé, et suscitent un intérêt croissant pour la prévention et le diagnostic de plusieurs maladies et sont utilisés dans l'industrie en tant qu'additifs.

Le réactif de Folin Ciocalteu est un acide jaune composé d'un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique. Lors de l'oxydation des substances phénoliques, le réactif est réduit en mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration obtenue après la réaction est proportionnelle à la concentration de polyphénols présents dans les extraits végétaux, elle possède une absorbance maximum d'environ 725 nm.

Dans le cadre de ce travail, une solution mère à 200 mg/L d'acide gallique a été préparé et a servi pour la réalisation de la gamme d'étalons du spectromètre aux concentrations : 100, 200, 400, 600 800 et 1000 ppm.

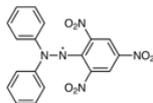
Le protocole expérimental suivi est celui décrit par Anta *et al.* (2020), qui consiste à mélanger : 40  $\mu\text{L}$  de macérât, 960 mL d'eau désionisée, 0.5 mL de réactif de Folin dilué 10 fois et 2.5 mL de solution de carbonate de sodium (20 % w/v), et à les laisser incuber 40 minutes à température ambiante et à l'abri de la lumière. Les étalons d'acide gallique ont aussi été préparés de la même manière de sorte que la teneur totale en composés phénoliques (TPC) soit exprimée en masse équivalente d'acide gallique par gramme de matière sèche (Anta *et al.* 2020).



### IV.2.3. Détermination de l'activité antioxydante (DPPH-I%)

Les molécules antioxydantes peuvent être classées de différentes manières en fonction de leur environnement et des fonctions qu'elles remplissent (Gulcin and Alwasel, 2023). Un antioxydant est défini comme une substance qui peut retarder de manière significative ou empêcher complètement l'oxydation des molécules du substrat, même à de faibles concentrations ; Ils donnent des électrons aux radicaux libres, les rendant inoffensifs, et les neutralisent en minimisant les dommages oxydatifs dans les processus biologiques. Par ailleurs, l'efficacité de l'antioxydant dépend également de sa concentration dans le système et de sa localisation, telle que la distribution de l'interface.

Le protocole expérimental suivi dans ce travail est basé sur la méthode d'inhibition au DPPH : 1,1-diphényl-2-picrylhydrazil :



La capacité de piégeage d'un antioxydant des radicaux DPPH est déterminée dans l'éthanol en mesurant la chute de l'absorbance à 517 nm. Les analyses ont été réalisées en utilisant un spectrophotomètre UV-Visible modèle Optizen 2120UV dans une cuvette de 3 mL.

Pour ce faire, nous avons commencé par préparer une solution mère de 0.0913 mM de radicaux DPPH dans de l'éthanol, protégée de la lumière par une feuille d'aluminium. La solution mère a donné une absorbance à 517 nm valant 0.846 uA. Le test consistait à mélanger 0,5 mL de la solution d'extrait de plante à 100 µg/mL, avec 3 mL de la solution de DPPH. Le mélange est alors laissé dans l'obscurité pendant 30 minutes, pendant lesquelles la couleur violette disparaît lorsqu'un agent antioxydant est présent dans le milieu réactionnel. Un échantillon de référence contenant 0,5 ml d'éthanol a été préparé de la même manière pour servir de blanc aux mesures spectroscopiques. Celui-ci présente alors une absorption maximale à 517 nm. Toutes les analyses ont été effectuées en 3 répétitions et l'absorbance a été enregistrée à 517 nm.

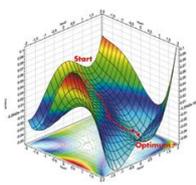
L'acide ascorbique a été utilisé dans ce travail comme référence pour le test au DPPH. Une gamme d'étalons en acide ascorbique de concentrations allant de 5 à 75 µg/mL, a été préparée à partir d'une solution mère de 250 µg/ml de concentration.

Le taux d'inhibition des radicaux DPPH, est calculé en utilisant la formule suivante :

$$DPPH - I\% = 100 * \frac{Abs_{Blanc} - Abs_{2chantillon}}{Abs_{Blanc}} \quad (III.19)$$

### VI.2.4. Détermination de l'activité antibatérienne

Les composés phénoliques, les résines et les huiles essentielles présentent des effets inhibiteurs sur la croissance bactérienne. Dans cette perspective, des extraits issus d'aiguilles de pin, soit le conservateur PNDP élaboré, des expériences Exp5 et Exp9 ont été testés sur diverses souches bactériennes. La détection et l'évaluation de la bio-activité au sein des différentes populations bactériennes ont été réalisées selon une méthodologie largement



reconnue dans ce domaine. À leur réception, des souches bactériennes ont été conservées à 4°C dans des tubes contenant 10 ml de milieu de culture incliné (gélose nutritive). Nous avons en l'occurrence testé 2 souches bactériennes :

- ✓ Bactéries Gram (+) : *Staphylococcus aureus* (ATCC 43300).
- ✓ Bactéries Gram (-) : *Escherichia coli* (ATCC 25922).

Pour ce faire, et selon la méthode employée et la souche bactérienne nous avons adopté Le milieu de culture Mueller-Hinton (MH)

#### IV.2.4.1. Préparation des pré-cultures

A partir de la gélose nutritive de conservation, un prélèvement des souches a été effectué à l'aide d'une anse de platine, puis mis dans 5 ml de bouillon nutritif et incubé à 37°C pendant 18 heures. Après ce temps d'incubation, les souches ont subi un repiquage par la méthode de stries en milieu solide correspondant à chaque souche (Celiktas *et al.*, 2007). Ces ensemencements ont été suivis d'une incubation de 24h à 37°C, et ce, afin d'obtenir des cultures jeunes (cf. Figure III.11).

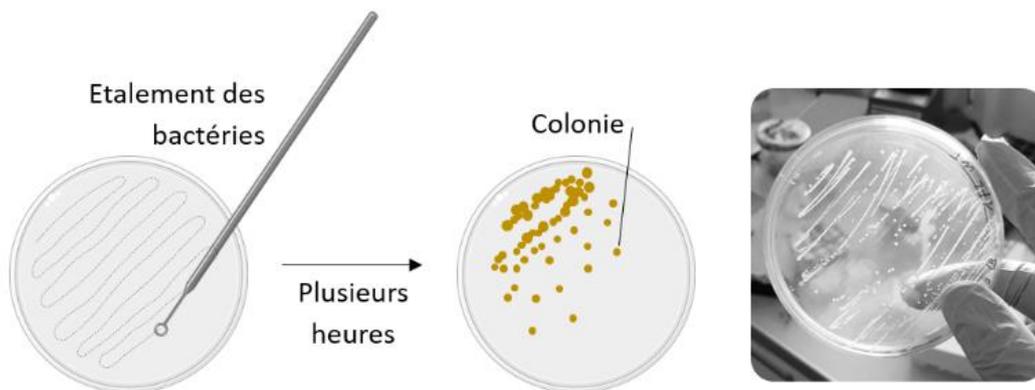


Figure III.11. Méthode de préparation des pré-cultures (repiquage)

#### IV.2.4.2. Test antibactérien

Pour évaluer l'activité antibactérienne des extraits préparés à partir d'aiguilles de pin, nous avons utilisé la méthode de diffusion sur gélose (disques). Cette méthode est largement utilisée dans les laboratoires de microbiologie en raison de sa simplicité et de son coût modéré. Elle offre une grande richesse d'informations, permettant de déterminer la résistance ou la sensibilité des souches microbiennes aux composés testés et/ou à leurs extraits. Le principe de cette technique est similaire à celui du test d'antibiogramme, où des disques chargés d'extraits sont déposés sur la surface de milieux de culture solide ensemencés avec des espèces bactériennes spécifiques (Celiktas *et al.*, 2007). Les extraits commencent à diffuser dès leur application sur le milieu de culture, et pour favoriser la croissance bactérienne, les boîtes sont incubées dans une étuve pendant 24 à 48 heures, selon la souche bactérienne. L'effet des extraits sur la croissance bactérienne se traduit par l'apparition d'une zone appelée « zone d'inhibition », où aucune bactérie ne pousse, ce qui est clair et facile à mesurer.



**Mode opératoire suivi :**

Une suspension bactérienne a été préparée dans de l'eau physiologique stérile pour chaque souche. Les densités optiques de ces suspensions ont été trouvées égales à 0.361 et 0.263 pour l'*Escherichia coli* et les *staphylococcus aureus*, respectivement. Ces suspensions ont ensuite été diluées à un rapport de 1/100, obtenant ainsi un inoculum estimé à  $10^6$  germes/mL (échelle de McFarland à 0.5).

Cet inoculum a ensuite été étalé uniformément sur toute la surface des boîtes de Petri contenant de la gélose Mueller-Hinton à l'aide d'un écouvillon stérile. Des disques de Ø 6 mm, en papier Whatman N°3, ont été stérilisés à 140°C pendant 1h. Trois disques ont été utilisés par souche : un disque témoin avec un antibiotique standard (Kanamycine) et les deux autres avec l'extrait d'aiguilles de pin à différentes concentrations (une très concentrée de Exp5 : Exp 5c et une autre de concentration modérée : Exp9). Les disques ont été placés sur la surface de la gélose inoculée et imbibés avec 50 µl d'extrait d'aiguilles de pin.

Après une incubation de 24 heures à 37°C, une zone circulaire d'inhibition est apparue autour des disques où aucune croissance microbienne n'était observée, indiquant la sensibilité des souches testées à ce bio-inhibant. Plus la zone d'inhibition est large, plus le micro-organisme est sensible à l'extrait. L'activité antibactérienne a été quantifiée en mesurant le diamètre de la zone d'inhibition autour de chaque disque à l'aide d'un pied à coulisse, enregistré à l'extérieur des boîtes fermées. Selon Ponce *et al.* (2003), la sensibilité est classée en fonction des diamètres des halos d'inhibition tel que : **\* 0 à 8 mm** : bactérie non-sensible ou résistante / **\* 9 à 14 mm** : bactérie sensible ou intermédiaire / **\* 15 à 19 mm** : bactérie très sensible / **\* 20 mm ou +** : bactérie extrêmes sensible.



**Figure III.12.** Réalisation des tests antibactériens

**IV.2.5. Test de l'activité antifongique**

L'activité antifongique des extraits d'aiguilles de pin fait référence à leur capacité à inhiber la croissance et la propagation des champignons. Les aiguilles de pin sont connues pour contenir divers composés bioactifs tels que des phénols, des résines et des huiles essentielles, qui présentent des propriétés antifongiques potentielles. Cette activité peut être explorée contre une variété de champignons pathogènes ou contaminants, offrant ainsi des applications



potentielles dans l'agriculture, la médecine vétérinaire, et même dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique pour la préservation des produits et la lutte contre les infections fongiques.

Les études sur l'activité antifongique des extraits d'aiguilles de pin doivent impliquer des méthodes d'évaluation standardisées telles que les tests de diffusion en gélose, où des disques imprégnés d'extraits sont placés sur des milieux de culture fongique pour observer la formation de zones d'inhibition de la croissance fongique. Ces études visent à déterminer la concentration optimale d'extrait nécessaire pour inhiber efficacement la croissance fongique, ainsi qu'à identifier les composés bioactifs responsables de cette activité. Nous avons testé la souche : *Penicillium roqueforti*, où suivant les méthodes employées dans l'essai et selon les souches, nous avons utilisés comme milieu de culture : PDA (*Potato dextrose agar*).

#### IV.2.5.1. Purification des souches

La purification a été effectuée avec un matériel stérile et sur une paillasse bien désinfectée autour du bec Bunsen. Avant d'entamer la purification, le milieu de culture PDA a été coulé dans les boîtes de Petri et laissé se solidifier. La purification a été réalisée à l'aide d'une série de repiquages. Un prélèvement, au bord de la colonie, d'un fragment de *Penicillium roqueforti* a été effectué à l'aide d'une pipette Pasteur stérile et a été déposé sur le milieu de culture, afin d'éviter la contamination, puis incubé à 25°C pendant 5 jours

#### IV.2.5.2. Test antifongique

Des boîtes de Petri pré-stérilisées ont été remplies de milieu de culture, puis un fragment de la moisissure *Penicillium roqueforti* a été placé au centre de chaque boîte. Ensuite, quatre puits ont été réalisés dans chaque boîte de Petri à l'aide de pipettes Pasteur stériles. Chaque puits a été rempli avec 50 µl d'extrait d'aiguilles de pin et les boîtes ont été incubées pendant 5 jours à 25°C. La lecture des résultats s'effectue en comparant avec une boîte témoin négative, qui est ensemencée en même temps que les autres boîtes, et dans les mêmes conditions. Le pourcentage d'inhibition (I%) est calculé selon l'équation III.20 (Leroux et Creder, 1978) :

$$I \% = 100 * (D_{ct} - D_{ce}) / D_{ct} \quad (III.20)$$

Où :  $D_{ct}$  et  $D_{ce}$  sont respectivement les diamètres des colonies dans les boites témoin et essai.



Figure III.13. Réalisation des tests antifongiques



## **CHAPITRE IV : RESULTATS EXPERIMENTAUX & DISCUSSIONS**



## INTRODUCTION

Le présent chapitre rassemble tous les résultats expérimentaux obtenus dans ce travail, ainsi qu'une discussion approfondie suivie de conclusions, surtout concernant l'entreprise Falait où toute la problématique concernait son problème de retour.

Il sera question dans un premier temps des résultats concernant la stabilité des fromages fondu de marque Cheezy, puis des résultats concernant le conservateur mis en place dans le cadre de ce travail à partir des aiguilles de pins.

### IV.1. Etude de la stabilité des fromages fondus industriels

#### IV.1.1. Résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques des fromages étudiés

Le tableau IV.1 ci-dessous présente les résultats des analyses physico-chimiques des 16 expériences du tableau III.3, réalisées dans le cadre du PCC adopté.

**Tableau IV.1.** Propriétés physico-chimiques des fromages industriels :  
Cheezy et Cheezy à l'Edam

| Essai  | Cheezy |      |       |       | Cheezy à l'Edam |      |       |      |
|--------|--------|------|-------|-------|-----------------|------|-------|------|
|        | Esec   | pH   | H%    | MG%   | Esec            | pH   | H%    | MG%  |
| Exp 1  | 41,05  | 5,67 | 58,95 | 18,5  | 38,22           | 5,68 | 61,78 | 21   |
| Exp 2  | 40,63  | 5,7  | 59,37 | 20    | 40,43           | 5,72 | 59,57 | 19,5 |
| Exp 3  | 40,19  | 5,77 | 59,81 | 20,5  | 40,27           | 5,78 | 59,73 | 19,5 |
| Exp 4  | 40,54  | 5,7  | 59,81 | 20    | 41,22           | 5,69 | 58,78 | 20   |
| Exp 5  | 38,64  | 5,66 | 61,36 | 20,05 | 37,98           | 5,55 | 62,02 | 19   |
| Exp 6  | 37,78  | 5,69 | 62,22 | 21    | 41,39           | 5,69 | 58,61 | 20   |
| Exp 7  | 39,97  | 5,7  | 60,03 | 19    | 40,73           | 5,71 | 59,63 | 20   |
| Exp 8  | 38,59  | 5,72 | 61,41 | 20,1  | 38,93           | 5,71 | 61,07 | 18   |
| Exp 9  | 38,63  | 5,72 | 61,37 | 20,5  | 40,89           | 5,71 | 59,11 | 20   |
| Exp 10 | 41,04  | 5,82 | 58,96 | 19,5  | 41,24           | 5,68 | 58,76 | 20,5 |
| Exp 11 | 40,15  | 5,68 | 59,85 | 21    | 40,57           | 5,7  | 59,43 | 20   |
| Exp 12 | 41,11  | 5,67 | 58,89 | 20    | 39,12           | 5,71 | 60,88 | 20   |
| Exp 13 | 38,8   | 5,58 | 61,2  | 20    | 36,82           | 5,7  | 61,18 | 20   |
| Exp 14 | 39,55  | 5,68 | 60,45 | 21    | 38,41           | 5,66 | 61,59 | 19,5 |
| Exp 15 | 38,57  | 5,64 | 61,43 | 19    | 39,79           | 5,7  | 60,21 | 20   |
| Exp 16 | 39,26  | 5,7  | 60,74 | 20    | 38,55           | 5,68 | 61,45 | 19,5 |

Les valeurs regroupées dans le tableau IV.1 montrent que les 2 fromages choisis pour notre étude sont très similaires. En effet, comme le montre le tableau IV.2 suivant, les pourcentages moyens de variation des propriétés physico-chimiques mesurées pour ces deux fromages sont très petits allant de 0.67 % pour le pH à 4.61 % pour la matière grasse.



**Tableau IV.2.** Pourcentages moyens de variation des propriétés physico-chimiques des fromages industriels Falait : Cheezy et Cheezy à l'Edam

| $\Delta$ sec (%) | $\Delta$ pH (%) | $\Delta$ H (%) | $\Delta$ MG (%) |
|------------------|-----------------|----------------|-----------------|
| 3.03             | 0.67            | 1.77           | 4.61            |

Par conséquent, nous avons jugé inutile de réaliser une étude complète par PCC pour les deux fromages Cheezy et Cheezy à l'édam, et notre choix c'est porté sur Cheezy puisqu'il est bien plus commercialisé.

En ce qui concerne les analyses microbiologiques faites sur les échantillons des 16 expériences du tableau III.3 :

- 1) **Escherichia coli** : Tous les échantillons ont été trouvés conformes ; ce qui indique un bon contrôle au niveau de l'entreprise Falait (circuit, ambiance, eau, personnel,...).
- 2) **Staphylocoques Aureus** : Tous les échantillons ont également été trouvés conformes, suggérant une absence de contamination par ces bactéries.
- 3) **Salmonella** : Pour cette bactérie pathogène aussi, les résultats des 16 expériences ont été trouvés conformes.
- 4) **FMAT** : Hormis 3 expériences, les autres ont toutes été trouvées conformes ; en effet :
  - ✓ **Exp 3** : grand  $\Delta$ T, Faible fréquence : Cet échantillon a été trouvé contaminé par 60 colonies.
  - ✓ **Exp 11** : moyen  $\Delta$ T, temps d'exposition maximal, moyenne fréquence : l'échantillon a présenté des colonies indénombrables (> 300 C).
  - ✓ **Exp 5** : grand  $\Delta$ T, temps d'exposition maximal, Faible fréquence : cet échantillon était le plus contaminé de tous.

On peut conclure donc que pour la FMAT, le temps d'incubation est le paramètre le plus important, suivi de  $\Delta$ T, et de la fréquence des chocs chaud/froid.

- 5) **Levures & Moisissures** : 5 échantillons ont été trouvé contaminés avec des colonies indénombrables, savoir : Exp1, Exp 8, Exp 9, Exp 11 et Exp 13.



### IV.1.2. Résultats du PCC adopté pour l'étude de la stabilité des fromages

Les résultats des analyses physico-chimiques du fromage Cheezy du tableau IV.1 relatant les 16 expériences du PCC suivi ont été traités par la méthode des moindres carrés partiels sur le logiciel JMP version 8, et ont abouti aux 4 modèles polynomiaux suivants :

$$Esec\% = 38.71 - 0.22.x_1 + 0.08.x_2 - 0.35.x_3 + 0.47.x_1^2 + 0.09.x_2^2 + 0.39.x_3^2 - 0.02.x_1x_2 - 0.12.x_1x_3 - 0.02.x_2x_3 \quad (IV.1)$$

$$pH = 5.70 + 0.01.x_1 - 0.004.x_2 - 0.01.x_3 + 0.01.x_1^2 - 0.01.x_2^2 - 0.01.x_3^2 - 0.007.x_1x_2 - 0.02.x_1x_3 + 0.02.x_2x_3 \quad (IV.2)$$

$$H\% = 61.31 + 0.20.x_1 - 0.06.x_2 + 0.32.x_3 - 0.47.x_1^2 - 0.09.x_2^2 - 0.39.x_3^2 - 0.03.x_1x_2 + 0.16.x_1x_3 - 0.02.x_2x_3 \quad (IV.3)$$

$$MG\% = 20.36 - 0.03.x_1 - 0.03.x_2 + 0.15.x_3 - 0.26.x_1^2 + 0.17.x_2^2 - 0.26.x_3^2 - 0.31.x_1x_2 - 0.32.x_1x_3 + 0.06.x_2x_3 \quad (IV.4)$$

Ces équations ont été utilisées pour recalculer les 4 propriétés du fromage Cheezy pour les 16 expériences du plan adopté, et ces valeurs sont tracées en fonction des valeurs expérimentales sur la figure IV.1 ci-dessous. Sur celle-ci, on constate une assez bonne concordance entre valeurs calculées et valeurs expérimentales pour le taux de matière grasse (figure IV.1-d), avec un coefficient de détermination :  $R^2 = 80\%$ , qui est très acceptable pour ce genre de modélisation. Pour les autres grandeurs,  $R^2$  est assez faible, mais ne reflète en aucun cas une inadéquation des modèles élaborés.

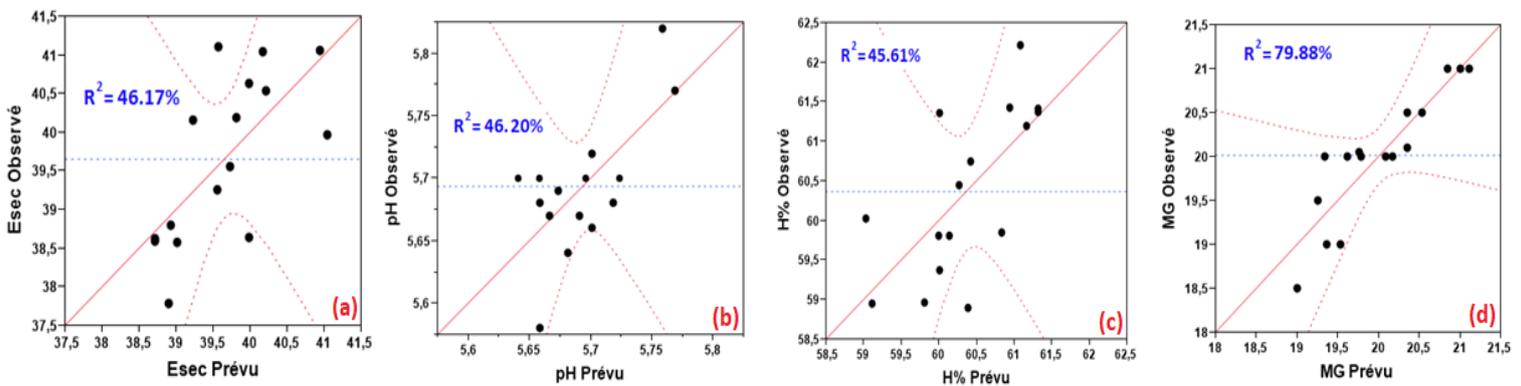


Figure IV.1. Grandeurs expérimentales vs. Grandeurs calculées : a- Esec ; b-pH ; c-H% ; d-MG

L'analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour vérifier l'adéquation des modèles élaborés (Eqts. IV.1 à IV.4) et pour étudier leurs coefficients. Les résultats de cette analyse sont rassemblés dans le tableau IV.3 ci-dessous, regroupant outre les valeurs des coefficients des modèles, leur écart-types, ainsi que les résultats des tests de Fisher et Student, pour un intervalle de confiance de 95%.



Tableau IV.3. Analyse ANOVA sur les coefficients des modèles élaborés

| Propriété | Esec %    |            |            |           | pH       |            |            |           | H%        |            |            |           | MG %      |            |            |           |
|-----------|-----------|------------|------------|-----------|----------|------------|------------|-----------|-----------|------------|------------|-----------|-----------|------------|------------|-----------|
|           | Coef.     | Estimation | Écart-type | Rapport t | Prob.> t | Estimation | Écart-type | Rapport t | Prob.> t  | Estimation | Écart-type | Rapport t | Prob.> t  | Estimation | Écart-type | Rapport t |
| a0        | 38.7075   | 0.820513   | 47.17      | <0.001*   | 5.70125  | 0.040482   | 140.83     | <0.001*   | 61.314375 | 0.812543   | 75.46      | <0.001*   | 20.359375 | 0.342863   | 59.38      | <0.001*   |
| a1        | -0.218125 | 0.310125   | -0.7       | 0.5082    | 0.00875  | 0.015301   | 0.57       | 0.5882    | 0.19625   | 0.307112   | 0.64       | 0.5464    | -0.028125 | 0.12959    | -0.22      | 0.8354    |
| a2        | 0.081875  | 0.310125   | 0.26       | 0.8006    | -0.00375 | 0.015301   | -0.25      | 0.8146    | -0.06     | 0.307112   | -0.2       | 0.8516    | -0.028125 | 0.12959    | -0.22      | 0.8354    |
| a3        | -0.346875 | 0.310125   | -1.12      | 0.3061    | -0.0125  | 0.015301   | -0.82      | 0.4452    | 0.325     | 0.307112   | 1.06       | 0.3307    | 0.153125  | 0.12959    | 1.18       | 0.2821    |
| a12       | -0.01625  | 0.438583   | -0.04      | 0.9716    | -0.0075  | 0.021639   | -0.35      | 0.7407    | -0.0275   | 0.434323   | -0.06      | 0.9516    | -0.30625  | 0.183268   | -1.67      | 0.1457    |
| a13       | -0.11875  | 0.438583   | -0.27      | 0.7957    | -0.02    | 0.021639   | -0.92      | 0.391     | 0.1625    | 0.434323   | 0.37       | 0.7212    | -0.31875  | 0.183268   | -1.74      | 0.1326    |
| a23       | -0.01875  | 0.438583   | -0.04      | 0.9673    | 0.0225   | 0.021639   | 1.04       | 0.3385    | -0.025    | 0.434323   | -0.06      | 0.956     | 0.05625   | 0.183268   | 0.31       | 0.7693    |
| a11       | 0.47375   | 0.310125   | 1.53       | 0.1775    | 0.01     | 0.015301   | 0.65       | 0.5376    | -0.47375  | 0.307112   | -1.54      | 0.1739    | -0.2625   | 0.12959    | -2.03      | 0.0892    |
| a22       | 0.08875   | 0.310125   | 0.29       | 0.7844    | -0.00875 | 0.015301   | -0.57      | 0.5882    | -0.08875  | 0.307112   | -0.29      | 0.7823    | 0.175     | 0.12959    | 1.35       | 0.2256    |
| a33       | 0.38625   | 0.310125   | 1.25       | 0.2594    | -0.00875 | 0.015301   | -0.57      | 0.5882    | -0.38625  | 0.307112   | -1.26      | 0.2552    | -0.2625   | 0.12959    | -2.03      | 0.0892    |

Les coefficients avec un astérisque sont ceux qui ont un effet trouvé significatif sur les réponses étudiées, pour l'intervalle de confiance choisi. La figure IV.2 suivante donne un classement des coefficients en fonction de leurs effets sur les réponses étudiées.

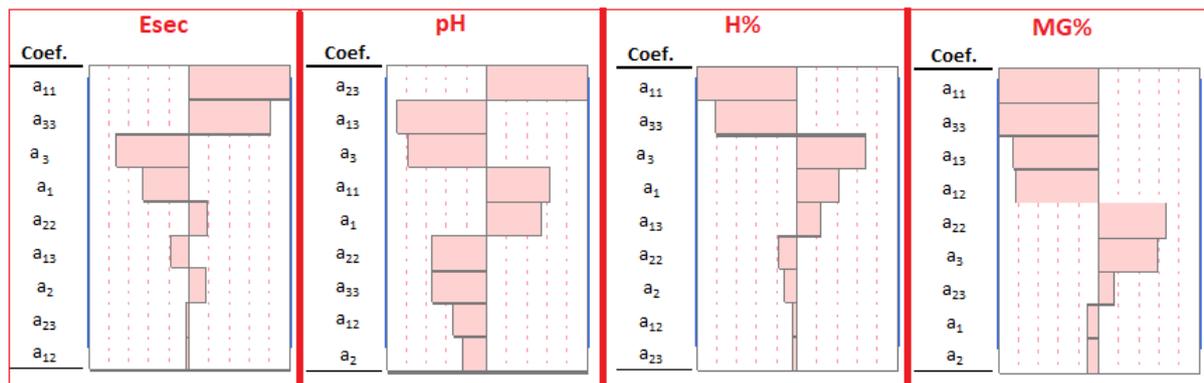


Figure IV.2. Classement des effets des facteurs sur les réponses étudiées

De cette figure, on peut tirer les conclusions suivantes :

**1- Sur l'extrait sec :**

- Les effets des facteurs et de leurs interactions sont classés dans l'ordre décroissant suivant :  $X_1^2 > X_3^2 > X_3 > X_1 > X_2^2 > X_1X_3 > X_2 > X_2X_3 > X_1X_2$  ; ce qui signifie que les effets les plus importants sur l'extrait sec sont la différence de température  $\Delta T$  et la fréquence de l'application de ce  $\Delta T$ , i.e. la fréquence des chocs chaud/froid. Les interactions binaires entre facteurs ne semblent pas importantes sur cette réponse.



- Les effets de  $X_1$  et  $X_3$  ( $\Delta T$  et fréquence) sont négatifs sur Esec, c'est-à-dire que ces facteurs conduisent à une perte en matière sèche, et par effets combinés, à une baisse de la valeur de Esec de l'ordre de 5 %.

**2- Sur le pH :**

- Les effets des facteurs et de leurs interactions binaires sont classés dans l'ordre décroissant suivant :  $X_2X_3 > X_1X_3 > X_3 > X_1^2 > X_1 > X_2^2 > X_3^2 > X_1X_2 > X_2$ ; ce qui signifie que les effets les plus importants sur le pH sont les interactions  $X_1X_3$  et  $X_2X_3$ , i.e. les interactions  $\Delta T/\Delta t$  (élévation de température et temps d'application) et  $\Delta T/\text{fréquence}$  des chocs chaud/froid. On dit que deux facteurs montrent des interactions si l'effet de l'un dépend du niveau de l'autre, par exemple :  $X_1$  ( $\Delta T$ ) conduit à une augmentation du pH de 3% pour  $X_3 = -2$  (une fréquence d'une fois), mais lorsque  $X_3 = +2$  (fréquence de 5 fois), l'effet de  $\Delta T$  s'inverse et devient négatif conduisant à une baisse du pH de 2%. De même, l'effet de  $X_3$  est positif à faibles valeurs de  $X_2$ , mais devient négatif pour des valeurs élevées de  $X_2$ .
- Les effets de  $X_2$  et  $X_3$  (temps et fréquence) sont négatifs sur le pH, c'est à dire qu'ils conduisent à une acidification du fromage, alors que  $X_1$  influence positivement le pH.

**3- Sur l'humidité H% :**

- Les effets des facteurs et de leurs interactions binaires sont classés dans un ordre décroissant similaire à celui trouvé pour la réponse Esec, soit :  $X_1^2 > X_3^2 > X_3 > X_1 > X_1X_3 > X_2^2 > X_2 > X_1X_2 > X_2X_3$ . Ceci signifie que les effets les plus importants sur l'humidité (H%) sont la différence de température  $\Delta T$  et la fréquence de l'application de ce  $\Delta T$ , i.e. la fréquence des chocs chaud/froid. Les interactions binaires entre facteurs ne semblent pas importantes sur cette réponse aussi.
- Inversement à la réponse Esec, ce qui est parfaitement attendu, les effets de  $X_1$  et  $X_3$  ( $\Delta T$  et fréquence) sont positifs sur H%, c'est à dire qu'ils conduisent à son augmentation. L'effet de la fréquence est le plus important des effets des 3 facteurs étudiés

**4- Sur le taux de matières grasses MG% :**

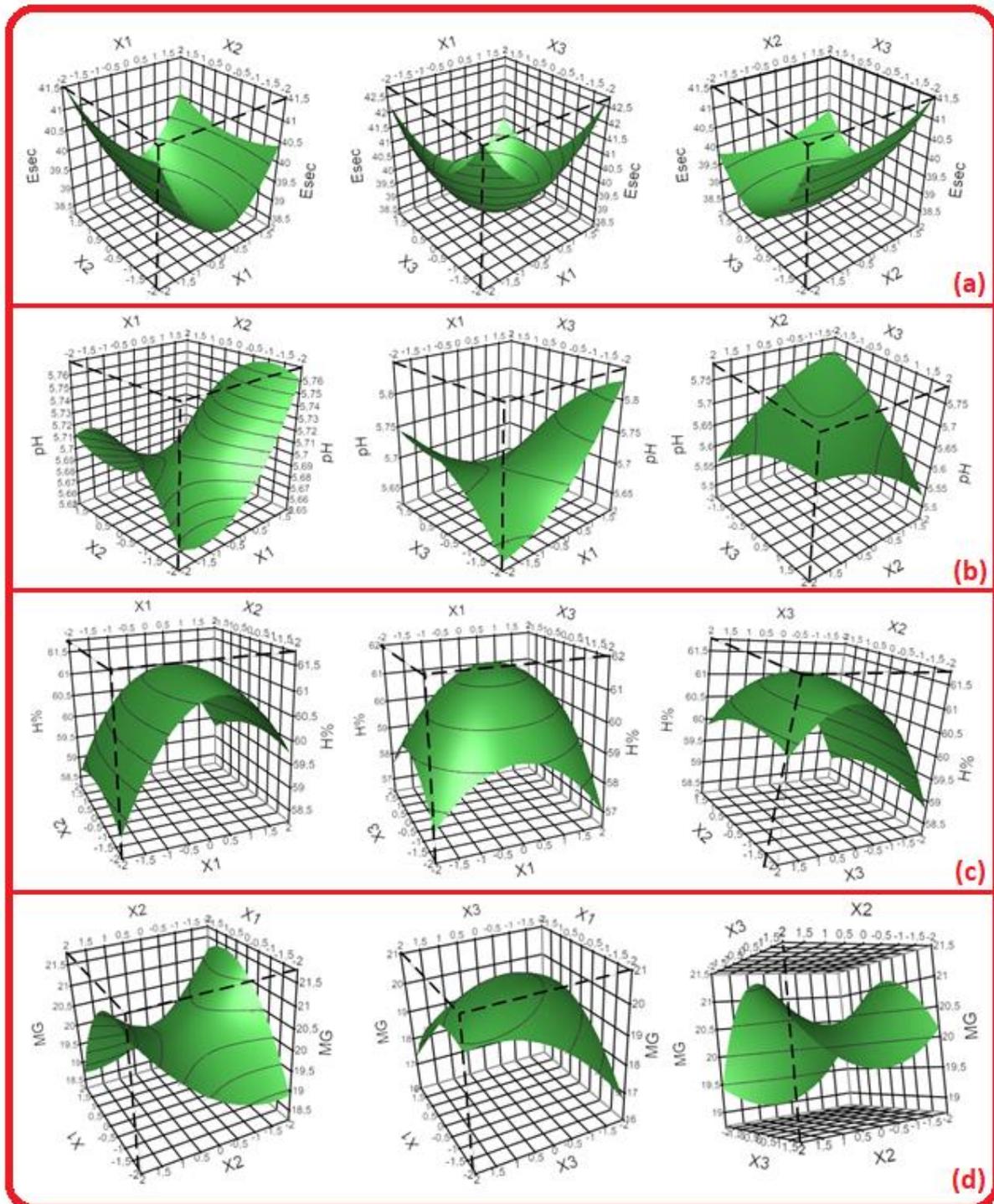
- Les effets des facteurs et de leurs interactions binaires sur MG% sont classés selon l'ordre décroissant suivant :  $X_1^2 > X_3^2 > X_1X_3 > X_1X_2 > X_2^2 > X_3 > X_2X_3 > X_1 > X_2$ .
- Les effets des facteurs étudiés sur cette réponses ne sont pas très significatifs comparé à leurs effets quadratiques et d'interactions binaires.

La figure (IV.3) suivante représente les tracés 3D des surfaces de réponses pour les 4 réponses, calculées par les modèles donnés par les équations IV.1 à IV.4, en fonction des facteurs étudiés, deux à deux, tout en gardant le troisième à sa valeur centrale. On constate :

**1- Pour la réponse extrait sec (Esec) :**



- Les normes en vigueur applicables pour les fromages fondu en terme d'extrait sec requièrent une valeur  $> 36\%$ . Sur la figure IV.3(a) on constate que quelque soient les valeurs des facteurs, on reste au-dessus de cette valeur et que le facteur  $X_3$  et celui qu'il faudra le plus respecté (à garder au minimum) pour maintenir un Esec élevé.



**Figure IV.3.** Surface de réponses en fonction de ( $X_1$ ,  $X_2$ ), ( $X_1$ ,  $X_3$ ) et ( $X_2$ ,  $X_3$ ) :  
(a) Esec – (b) pH – (c) H% - (d) MG%



- Le deuxième facteur le plus important à garder à son niveau bas est  $X_1$ , i.e. qu'il faudra que le  $\Delta T$  soit le plus faible possible pour garder un Esec relativement élevé.
- Il n'existe pratiquement pas d'effets d'interactions entre facteurs influençant cette réponse.

**2- Pour la réponse pH :**

- Les normes en vigueur applicables pour les fromages fondus en terme de pH requièrent une valeur telle que :  $5.59 < \text{pH} < 5.64$ . Sur la figure IV.3(b), on constate par analyse des surfaces de réponse que ce seuil maximal est facilement franchissable dès que l'un des 3 facteurs étudiés dépasse sa valeur minimale. Ceci montre que cette réponse est bien plus sensible et délicate à maintenir dans les normes que la précédente.
- On constate aussi les fortes interactions inter-factorielles sur cette réponse : des interactions  $X_1X_2$ ,  $X_1X_3$  et  $X_2X_3$  ; c'est-à-dire que l'effet de chaque facteur (positif ou négatif et son degré d'importance) est fortement dépendant des niveaux des autres facteurs.

**3- Pour la réponse humidité (H%) :**

- Les normes en vigueur applicables pour les fromages fondus en terme d'humidité requièrent une valeur  $< 64$  %. Sur la figure IV.3(c) on constate que, comme pour l'extrait sec dont il est inversement proportionnelle, le taux d'humidité est, quelques soient les conditions expérimentales étudiées, inférieur à ce seuil.
- On constate aussi que les valeurs élevées de l'humidité sont situées au centre du domaine d'étude pour les 3 facteurs ( $X_1=X_2=X_3=0$ ), avec une accentuation vers les valeurs élevées de  $X_3$ .

**4- Pour la réponse taux de matière grasse (MG%) :**

- Les normes en vigueur applicables pour les fromages fondus en terme de matière grasse requièrent une valeur  $> 18$  %. Sur la figure IV.3(d), on constate que cette valeur est bien respectée sauf lorsque les trois facteurs à la fois tendent vers leur niveaux hauts :  $X_1, X_2, X_3 \rightarrow +2$ .
- On constate aussi que l'effet de  $X_3$  est le plus important d'entre les 3 facteurs ; ce qui était quelque part prévisible étant donné ses effets sur les autres réponses.

**IV.1.2.1. Optimisation par la fonction Désirabilité de la stabilité du fromage fondu Cheezy**

Le problème ici implique des réponses conflictuelles qui doivent être optimisées simultanément, car leur analyse séparée peut aboutir à des solutions incompatibles. Par exemple, les conditions qui permettront d'augmenter l'extrait sec ou le taux de matières grasses peuvent être contradictoires, et même si ce n'est pas le cas, pourra influencer négativement, ne serait-ce qu'une seule des réponses restantes. C'est la raison pour laquelle l'approche de la fonction de Désirabilité (D) est utilisée pour la simulation dans cette partie-là. Cette approche est l'une des méthodes les plus utilisées dans l'industrie pour l'optimisation des processus à réponses multiples. La figure IV.4 suivante représente le tracé de la fonction



désirabilité avec les quatre réponses étudiées, en fonction des facteurs étudiés, où la situation optimale y est représentée pour les conditions suivantes :  $D = 0.88$  ;  $X_1 = -1$  ;  $X_2 = +1$  ;  $X_3 = -1$ .

Cette situation mène aux réponses suivantes :  $E_{sec} = 40.22\%$  ;  $pH = 5.66$  ;  $H\% = 60\%$  ;  $MG\% = 19.79\%$ .

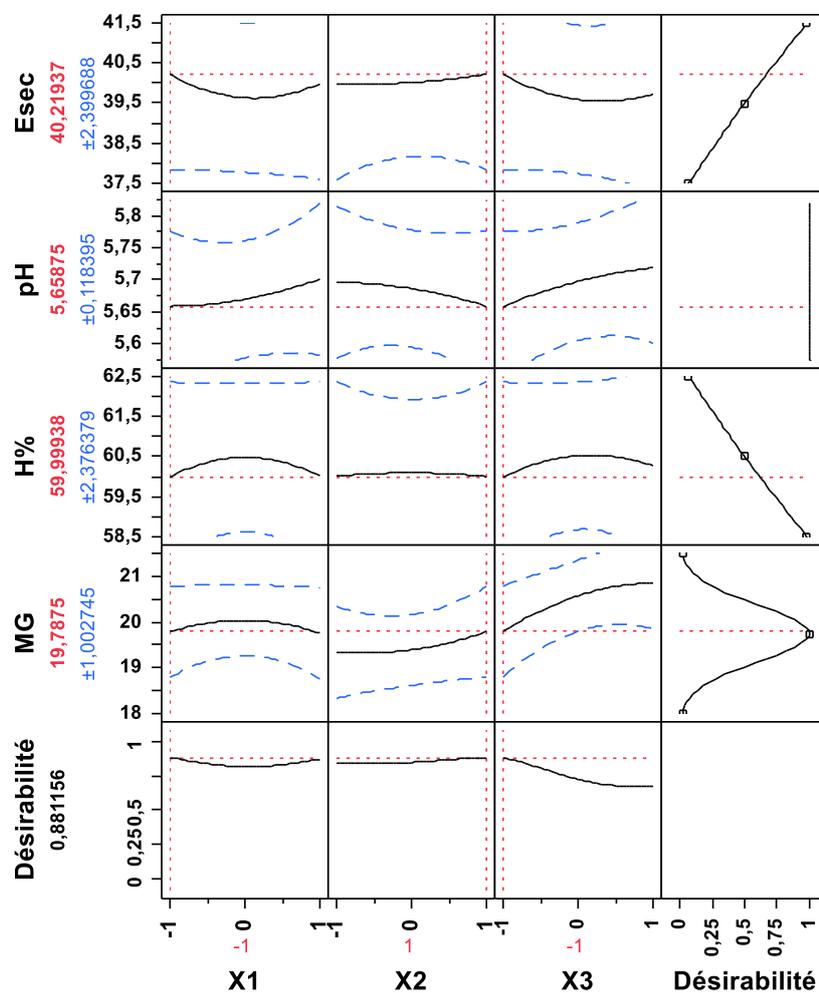


Figure IV.4. Simulation par la fonction Désirabilité de la stabilité du fromage fondu Cheezy soumis à diverses conditions



## IV.2. Elaboration et caractérisation d'un conservateur issu des aiguilles de pin

### IV.2.1. Détermination du taux d'humidité du précurseur

La courbe IV.5 suivante représente la masse des aiguilles de pins, lavées et séchées, en fonction du temps de séchage à 50 °C, sur une période de 7 jours. On y constate qu'un palier est atteint au bout de 4 jours pour une masse finale sèche 'm<sub>f</sub>' de 83.80 g. Le taux d'humidité calculé par l'équation III.17 est alors de  $\tau_h = 46.22\%$ .

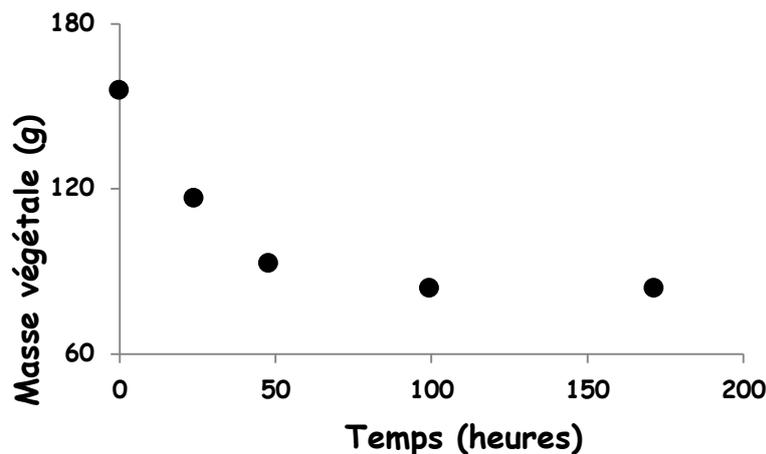


Figure IV.5. Détermination du taux d'humidité du précurseur :  
Masse vs. Temps de séchage à 50 °C

### IV.2.2. Dosage des composés phénoliques par la méthode de Folin-Ciocalteu (TPC)

La figure IV.6 suivante représente la courbe d'étalonnage du spectrophotomètre UV-Visible à l'acide gallique à  $\lambda_{max} = 725 \text{ nm}$ .

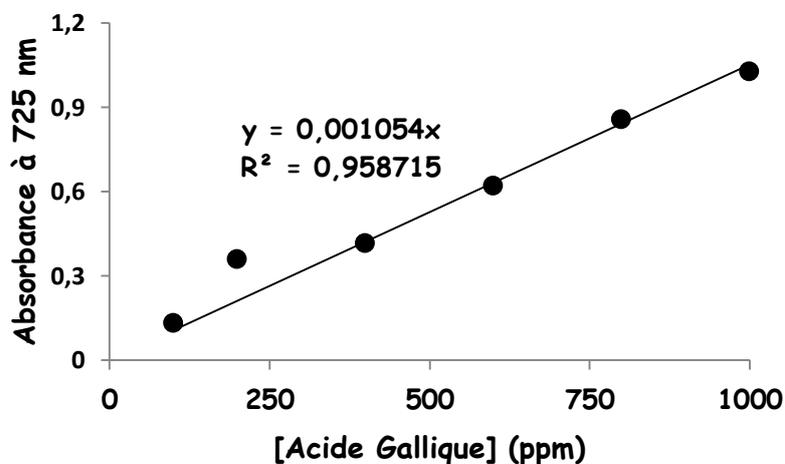


Figure IV.6. Courbe d'étalonnage du spectromètre à l'acide gallique



### IV.2.3. Détermination de l'activité antioxydante (DPPH-I%)

La courbe d'étalonnage de la gamme d'étalons 'acide ascorbique' est représentée sur la figure IV.7 ci-dessous, avec la courbe représentant le taux d'inhibition des radicaux DPPH, calculé par l'équation III.19.

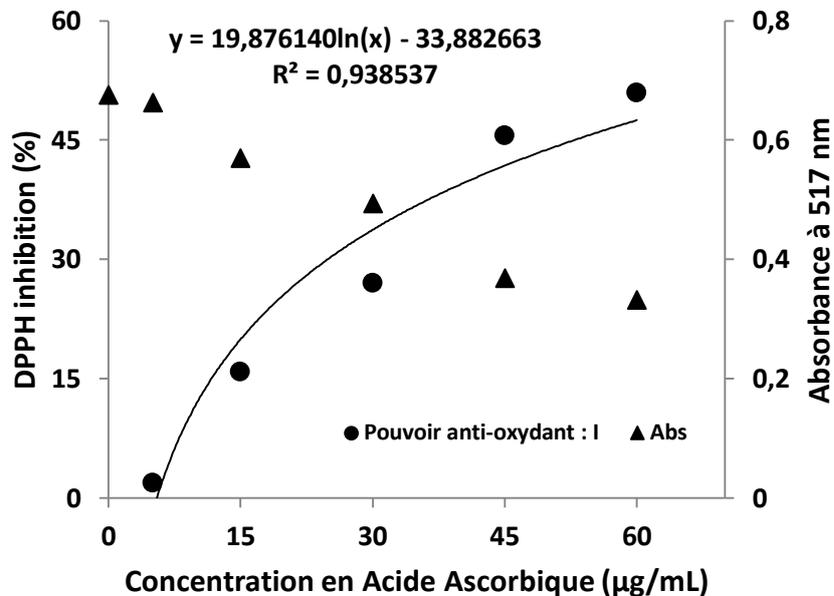


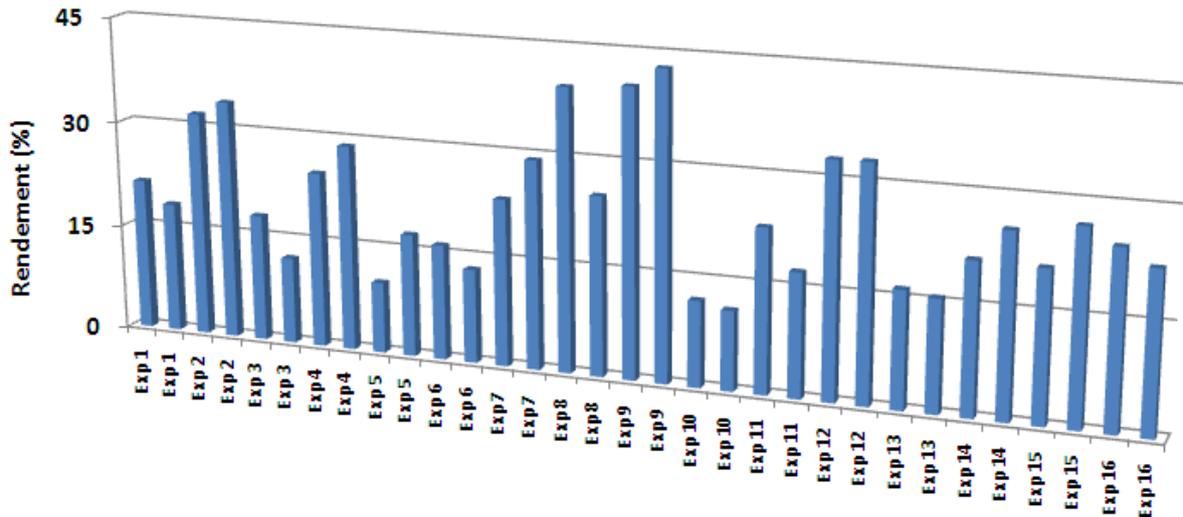
Figure IV.7. Courbe d'étalonnage du spectromètre à l'acide ascorbique

La concentration d'acide gallique qui piège 50% des radicaux DPPH : 150 a été trouvée, en utilisant l'équation de la courbe de tendance, égale à 68.05 µg/mL.

### IV.2.4. Evaluation de l'extrait des aiguilles de pins (PNDP) selon le PCC adopté

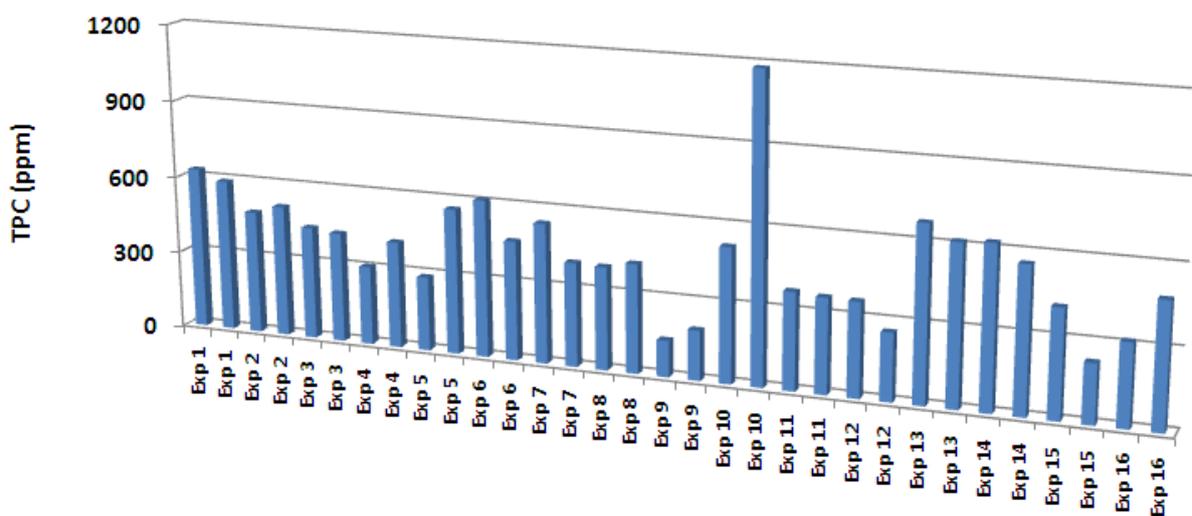
Les résultats des 16 expériences –dupliquées une fois- du tableau III.5, du plan d'expériences adopté, sont présentés sur les graphiques III.8 à III.10 suivants pour le rendement (Rend%), la concentration en polyphénols totaux (TPC) ainsi que l'inhibition au DPPH (DPPH-I%), respectivement.

Sur la figure III.8, on peut constater des rendements en extrait sec du procédé EMAUS adopté dans ce travail, allant de 11.5 % pour Exp 10 ( $X_1 = +2$  ;  $X_2 = X_3 = 0$ ) à 43 % pour Exp 9 ( $X_1 = X_2 = X_3 = 0$ ). A première vue, il semblerait qu'augmenter la valeur de la fraction d'éthanol dans le solvant ainsi que la puissance des ultrasons, au-delà de la valeur du centre du domaine d'étude serait sans efficacité, sinon coûteuse en solvant et en énergie. Il semblerait aussi que le ratio masse végétale/Solvant soit un facteur significatif pour la réponse 'Rend%'.



**Figure IV.8.** Rendement en extrait sec obtenus pour les différentes conditions expérimentales du PCC adopté

La figure IV.9 ci-dessous, montre que la concentration en polyphénols dépend fortement des conditions expérimentales du plan d'expériences adopté ; elle varie de 166.67 ppm pour l'expérience Exp 9 ( $X_1 = X_2 = X_3 = 0$ ) à 852 ppm pour Exp 10 ( $X_1 = +2 ; X_2 = X_3 = 0$ ). Donc on conclut bien que la concentration maximale en polyphénols (TPC) est obtenue dans les mêmes conditions qui donnent un rendement minimal, et vice versa, quand le rendement est maximal la TPC est minimale. Ce qui peut sembler paradoxal à première vue est au fait tout à fait logique, puisque le rendement est rapporté à la masse initiale du végétal, i.e. plus celle-ci est grande plus le rendement est faible.



**Figure IV.9.** Teneur en polyphénols totaux (TPC) pour les différentes conditions expérimentales du PCC suivi



D'un autre côté, plus la masse végétale est grande, plus on en extrait des polyphénols. Nous sommes donc ici confrontés au problème bien connu en statistique des réponses paradoxales. Heureusement, avec les logiciels des plans d'expériences on peut aisément traiter ce genre de problème avec la fonction désirabilité.

Enfin, la Figure IV.10 suivante montre une inhibition au DPPH : DPPH-I% allant de 78.39 % pour Exp 5 ( $X_1 = +1$  ;  $X_2 = +1$  ;  $X_3 = -1$ ) à 92.21 % pour Exp 13 ( $X_1 = +1$  ;  $X_2 = -1$  ;  $X_3 = +1$ ). Ces deux expériences ont été effectuées avec une même masse végétale, mais la première avec une fraction maximale d'éthanol dans le solvant et une puissance minimale des ultrasons, alors que la seconde est effectuée exactement dans les conditions inverses : fraction minimale d'éthanol dans le solvant et puissance maximale des ultrasons.

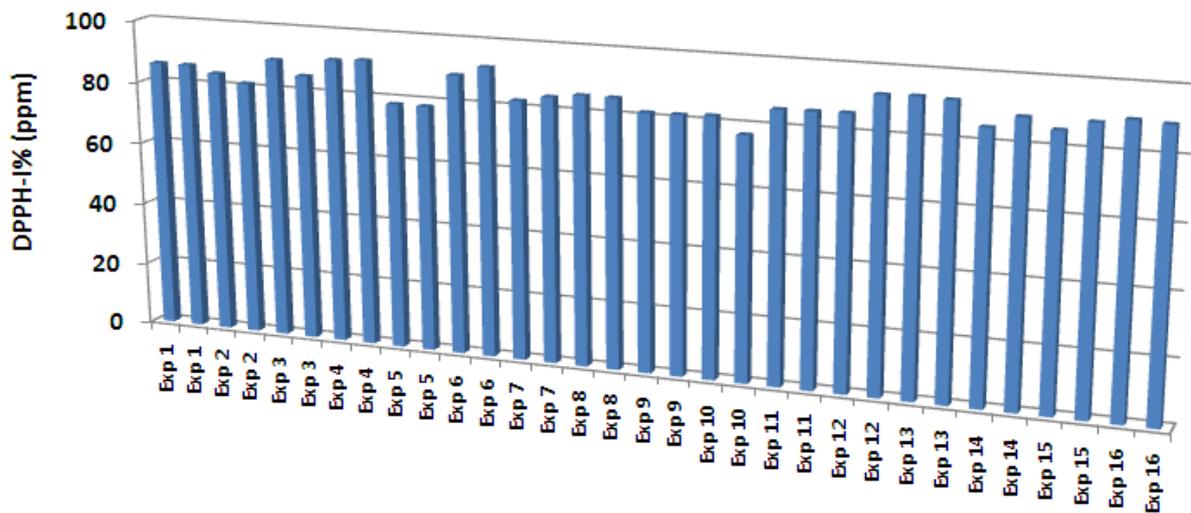


Figure IV.10. Indice d'inhibition au DPPH : DPPH-I%, pour les différentes conditions expérimentales du PCC suivi

#### IV.2.5. Résultats du PCC pour l'optimisation des propriétés du conservateur PNDP

##### IV.2.5.1. Rendement du procédé d'extraction EMAUS

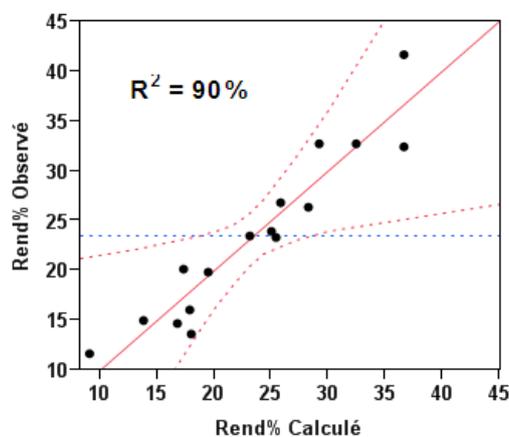
Les résultats des rendements d'extraction des 16 expériences du PCC adopté ont été traités par la méthode des moindres carrés sur le logiciel JMP et ont abouti au modèle polynomial suivant :

$$Rend\% = 36.64 - 4.79.x_1 + 0.12.x_2 + 0.92.x_3 - 4.50.x_1^2 - 4.90.x_2^2 - 3.83.x_3^2 + 2.73.x_1x_2 + 1.85.x_1x_3 + 0.72.x_2x_3 \quad (IV.5)$$

Les rendements d'extraction des 16 expériences du plan adopté, ont été recalculés par le modèle élaboré (Equation IV.5), et les valeurs ont été très proches des valeurs expérimentales, comme on peut le voir sur la figure IV.11 ci-après, représentant les valeurs de rendement



expérimentales en fonction de celles calculées. On y constate une très bonne concordance entre valeurs calculées et valeurs expérimentales, avec un coefficient de détermination :  $R^2 = 90\%$ , ce qui est très acceptable pour ce genre de modélisation.



**Figure IV.11.** Rendement expérimental vs. Rendement calculé

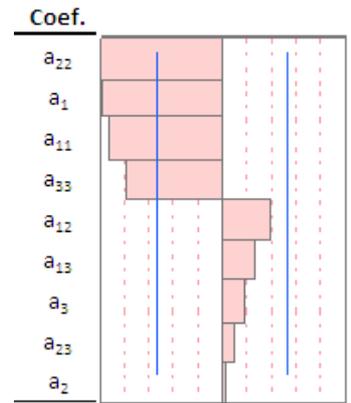
L'analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour vérifier l'adéquation du modèle élaboré (Eq. IV.5) et étudier ses coefficients. Les résultats de cette analyse sont regroupés dans le tableau IV.4 ci-dessous, regroupant outre les valeurs des coefficients du modèle, leur écart-types, ainsi que les résultats des tests de Fisher et Student, pour un intervalle de confiance de 95%.

**Tableau IV.4.** Analyse ANOVA des coefficients du modèle élaboré pour Rend%

| Coef.    | Estimation | Écart-type | Rapport t | Prob.> t |
|----------|------------|------------|-----------|----------|
| $a_0$    | 36.640324  | 2.830468   | 12.94     | <.0001*  |
| $a_1$    | -4.786716  | 1.069816   | -4.47     | 0.0042*  |
| $a_2$    | 0.1268558  | 1.069816   | 0.12      | 0.9095   |
| $a_3$    | 0.9233559  | 1.069816   | 0.86      | 0.4212   |
| $a_{12}$ | 2.7337116  | 1.512949   | 1.81      | 0.1208   |
| $a_{13}$ | 1.8492117  | 1.512949   | 1.22      | 0.2674   |
| $a_{23}$ | 0.7235455  | 1.512949   | 0.48      | 0.6494   |
| $a_{11}$ | -4.502171  | 1.069816   | -4.21     | 0.0056*  |
| $a_{22}$ | -4.8975    | 1.069816   | -4.58     | 0.0038*  |
| $a_{33}$ | -3.83125   | 1.069816   | -3.58     | 0.0116*  |



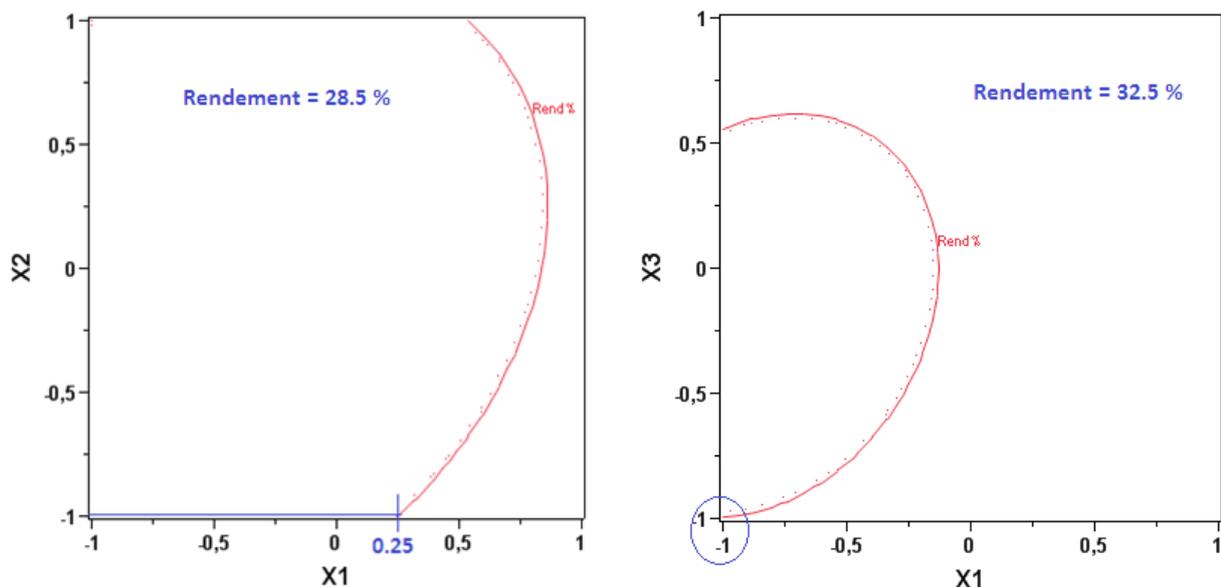
Les coefficients avec un astérisque sont ceux qui ont un effet jugé significatif sur la réponse étudiée. La figure ci-contre donne un classement des coefficients en fonction de leurs effets sur la réponse. On constate que les effets les plus importants sont négatifs sur le rendement :  $X_2^2 > X_1 > X_1^2 > X_3^2$ . Les autres effets et interaction sont positifs mais non significatifs :  $X_1X_2 > X_1X_3 > X_3 > X_2X_3 > X_2$ .



La figure (IV.13) suivante représente les courbes d'iso-réponses du rendement en fonction de  $(X_1, X_2)$  et  $(X_1, X_3)$ , respectivement. On constate qu'un même rendement peut toujours être obtenu avec des paramètres expérimentaux, et qu'il serait judicieux de viser les paramètres les moins coûteux.

**Figure IV.12.** Classement des effets des facteurs, de leurs effets quadratiques et d'interaction

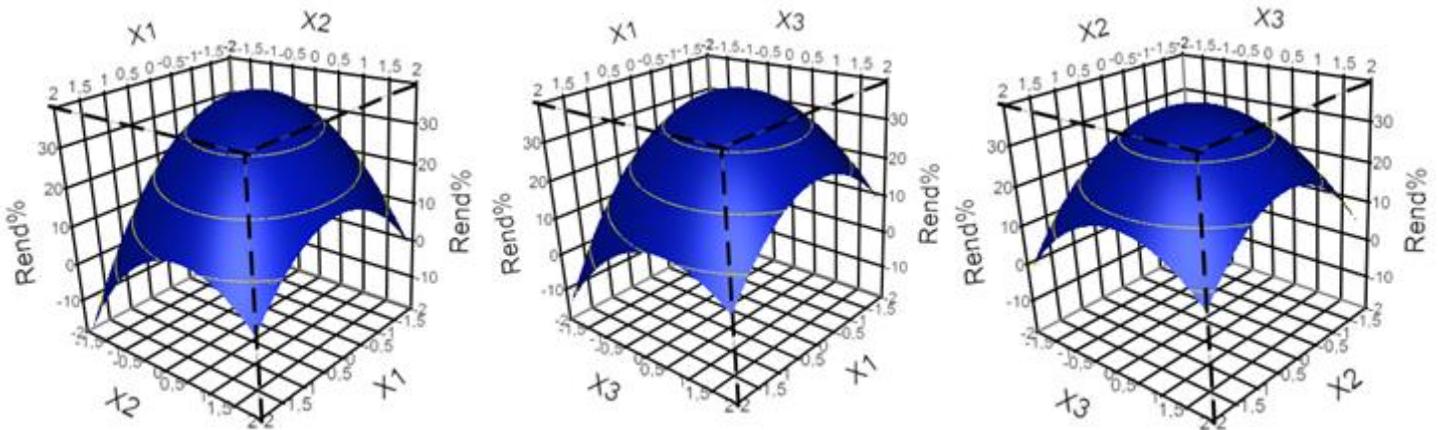
Par exemple, il serait préférable de fixer  $X_2$  à sa valeur minimale et  $X_1$  à 0.25 pour avoir un rendement de 28.5 %. De même, il est beaucoup moins coûteux de fixer aussi bien  $X_1$  que  $X_3$  à leurs valeurs minimales pour avoir un rendement de 32.5 %.



**Figure IV.13.** Courbes d'iso-réponses : Rendement vs.  $(X_1, X_2)$  et  $(X_1, X_3)$



Sur la figure 3-Dimensions IV.14, sont représentées les surfaces de réponses des rendements calculés en fonction des facteurs étudiés, deux à deux, tout en gardant le troisième à sa valeur centrale. On constate que l'allure générale des surfaces de réponse est pratiquement la même, présentant une valeur maximale de Rend% aux centres des domaines d'études de chaque facteur (Valeur 0) et que le rendement dans ces conditions se situe entre 28 et 35 %.



**Figure IV.14.** Surface de réponses en fonction de  $(X_1, X_2)$ ,  $(X_1, X_3)$  et  $(X_2, X_3)$

#### IV.2.5.2. Etude de la teneur en polyphénols totaux (TPC)

Les résultats des mesures de la teneur totale en polyphénols (TPC) des 16 expériences du PCC adopté ont été traitées par la méthode des moindres carrés partiels sur JMP8, et ont débouché sur le modèle quadratique suivant :

$$TPC \left( \frac{mg}{L} \right) = 273.56 + 51.72.x_1 - 32.15.x_2 - 16.24.x_3 + 91.47.x_1^2 + 41.41.x_2^2 + 53.98.x_3^2 - 59.44.x_1x_2 + 7.41.x_1x_3 + 12.12.x_2x_3 \quad (IV.6)$$

Les valeurs expérimentales de la TPC pour les 16 expériences, ont été recalculées par le modèle donné par l'équation IV.6, et sont représentées en fonction des valeurs expérimentales sur la figure IV.15, ci-dessous. On constate une concordance acceptable entre les valeurs calculées et expérimentales, avec un coefficient de détermination :  $R^2 = 60.72 \%$ , ce qui est très acceptable pour ce genre de modélisation.

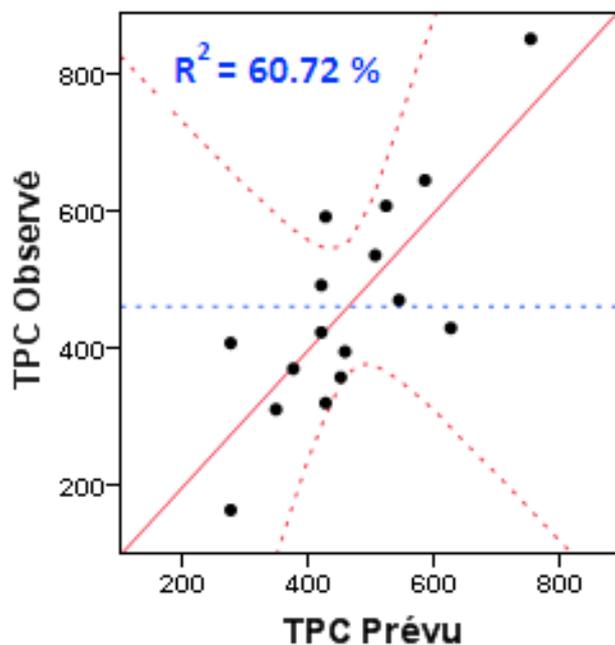


Figure IV.15. TPC expérimentale vs. TPC calculée

Les résultats de l'analyse ANOVA sur les coefficients du modèle donné par l'équation IV.6 sont rassemblés dans le tableau IV.5 ci-après, regroupant outre les valeurs des coefficients du modèle, leur écart-types, ainsi que les résultats des tests de Fisher et Student, pour un intervalle de confiance de 95%.

Tableau IV.5. Analyse ANOVA des coefficients du modèle élaboré pour TPC

| Coef.           | Estimation | Écart-type | Rapport t | Prob.> t |
|-----------------|------------|------------|-----------|----------|
| a <sub>0</sub>  | 273.56104  | 105.4642   | 2.59      | 0.041*   |
| a <sub>1</sub>  | 51.717663  | 39.86173   | 1.3       | 0.2421   |
| a <sub>2</sub>  | -32.14935  | 39.86173   | -0.81     | 0.4507   |
| a <sub>3</sub>  | -16.23775  | 39.86173   | -0.41     | 0.6979   |
| a <sub>12</sub> | -59.43627  | 56.373     | -1.05     | 0.3323   |
| a <sub>13</sub> | 7.4122391  | 56.373     | 0.13      | 0.8997   |
| a <sub>23</sub> | 12.11654   | 56.373     | 0.21      | 0.8369   |
| a <sub>11</sub> | 93.473276  | 39.86173   | 2.34      | 0.0575   |
| a <sub>22</sub> | 41.409709  | 39.86173   | 1.04      | 0.3389   |
| a <sub>33</sub> | 53.980867  | 39.86173   | 1.35      | 0.2244   |



La figure ci-contre donne un classement des coefficients du modèle (équation IV.2) en fonction de leurs effets sur la réponse TPC. On constate l'ordre des effets suivant sur TPC :  $X_1^2 > X_3^2 > X_1 > X_1X_2 > X_2^2 > X_2 > X_3 > X_2X_3 > X_1X_3$ .

Ceci signifie donc que la masse initiale du végétale a un effet positif sur la TPC, comme attendu, alors que la fraction d'éthanol et la puissance des ultrasons ont toutes deux des effets négatifs sur elle.

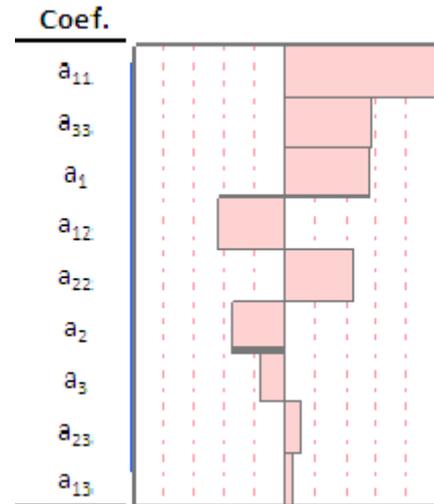


Figure IV.16. Classement des effets des facteurs sur la TPC

La figure (IV.17) ci-après représente les courbes d'iso-réponses de la teneur totale en polyphénols (TPC) en fonction de  $(X_1, X_2)$  et  $(X_1, X_3)$ , respectivement. Sur la première, on conclue qu'il est plus intéressant d'avoir une TPC maximale de 438 ppm en minimisant la fraction d'éthanol ( $X_2 = -1$ ) tout en fixant la masse initiale du végétale à une valeur moyenne ( $X_1 = 0.4$ ). De même, sur la deuxième courbe, il serait préférable de fixer  $X_3$  à sa valeur minimal ( $X_3 = -1$ ) et  $X_1$  à 0.70 pour avoir une TPC = 545 ppm.

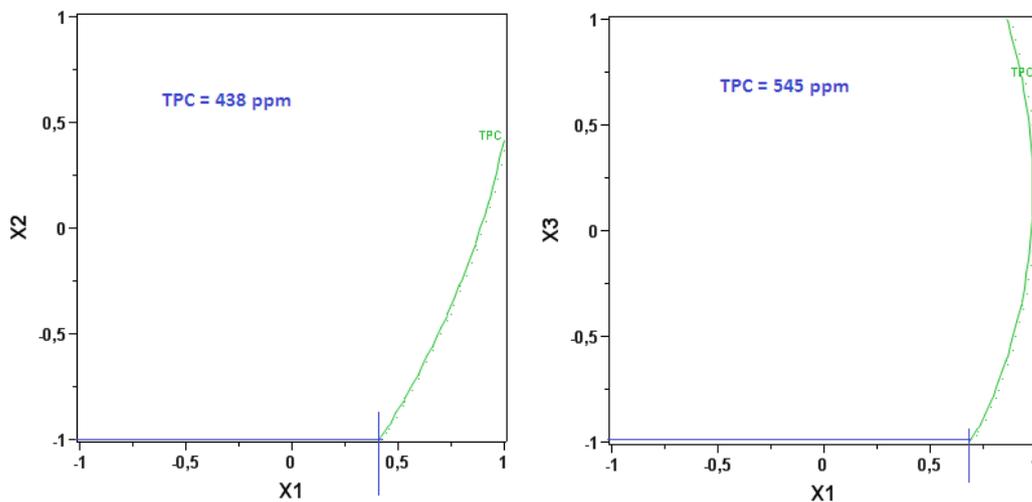


Figure IV.17. Courbes d'iso-réponses : TPC vs.  $(X_1, X_2)$  et  $(X_1, X_3)$

La figure IV.18 ci-dessous représente le tracé 3D des surfaces de réponse des TPC calculés en fonction des facteurs étudiés, deux à deux, tout en gardant le troisième à sa valeur centrale. Comme pour le rendement, on constate que l'allure générale des surfaces de réponse est pratiquement la même, présentant des TPC maximales aux extrémités des domaines d'études,



et ce, quel que soit le facteur considéré. A première vue, on peut atteindre pour une optimisation mono-paramétrique, des valeurs maximales de TPC allant de 1400 à 1500 ppm en fixant les conditions suivantes :  $X_1 = +1$  ;  $X_2 = X_3 = -1$ . Mais ce n'est pas notre objectif dans ce travail, qui vise à optimiser les trois réponses à la fois par la fonction Désirabilité, où il sera question de faire des concessions d'une réponse donnée en faveur des autres réponses à optimiser.

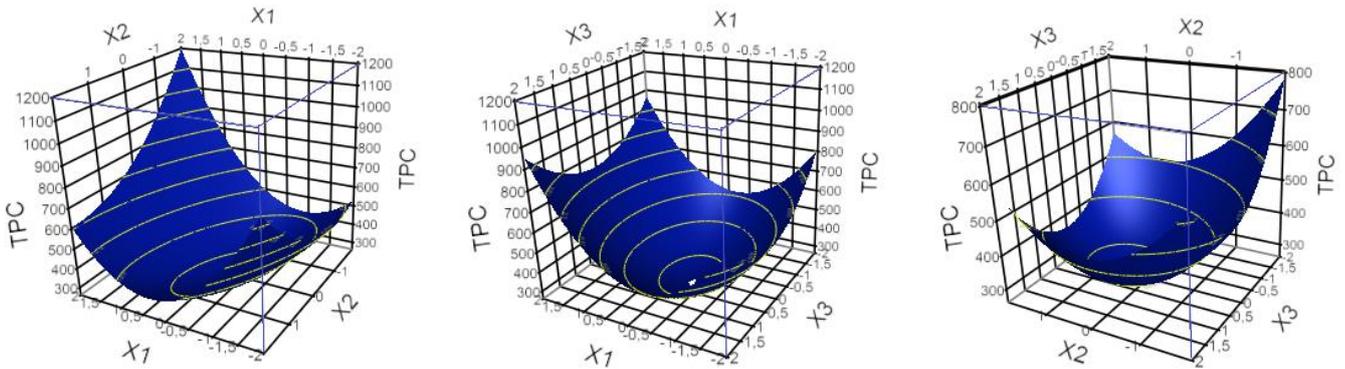


Figure IV.18. Tracé 3D des surfaces de réponses des TPC vs.  $(X_1, X_2)$ ,  $(X_1, X_3)$  et  $(X_2, X_3)$

#### IV.2.5.3. Etude de l'activité antioxydante (DPPH-I%)

Les résultats des mesures de l'indice d'inhibition au DPPH (DPPH-I%) des 16 expériences du PCC adopté ont aussi été traitées par la méthode des moindres carrés partiels sur JMP8, et ont débouché sur le modèle quadratique suivant :

$$DPPH - I\% (\%) = 84.35 - 0.75.x_1 - 1.11.x_2 + 1.40.x_3 - 0.52.x_1^2 + 1.13.x_2^2 + 1.08.x_3^2 - 2.56.x_1x_2 + 1.45.x_1x_3 - 0.90.x_2x_3 \quad (IV.7)$$

Ce modèle donné par l'équation IV.7 a été utilisé pour recalculer la DPPH-I% dans les conditions des 16 expériences du PCC adopté. Ces valeurs calculées sont représentées en fonction des valeurs expérimentales sur la figure IV.19 suivante, où on peut voir une assez bonne concordance avec un coefficient de détermination  $R^2 = 80.36\%$ .

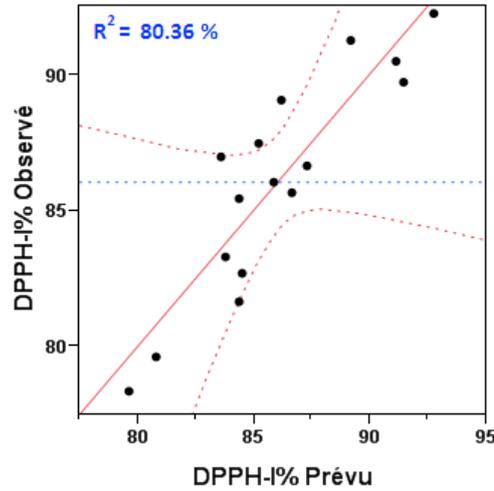


Figure IV.19. DPPH-I% expérimentale vs. DPPH-I% calculée

Les résultats de l'analyse ANOVA sur les coefficients du modèle équation IV.7, pour un intervalle de confiance de 95%, sont regroupés dans le tableau IV.6 ci-après. Celui-ci rassemble les valeurs des coefficients du modèle, leur écart-types, ainsi que les résultats des tests de Fisher et Student.

Tableau IV.6. Analyse ANOVA des coefficients du modèle élaboré pour la DPPH-I%

| Coef.           | Estimation | Écart-type | Rapport t | Prob.> t |
|-----------------|------------|------------|-----------|----------|
| a <sub>0</sub>  | 84,34671   | 1,885772   | 44,73     | <,0001*  |
| a <sub>1</sub>  | -0,747729  | 0,712755   | -1,05     | 0,3346   |
| a <sub>2</sub>  | -1,108887  | 0,712755   | -1,56     | 0,1708   |
| a <sub>3</sub>  | 1,4010636  | 0,712755   | 1,97      | 0,0969   |
| a <sub>12</sub> | -2,560304  | 1,007987   | -2,54     | 0,0441*  |
| a <sub>13</sub> | 1,4491637  | 1,007987   | 1,44      | 0,2006   |
| a <sub>23</sub> | -0,895571  | 1,007987   | -0,89     | 0,4085   |
| a <sub>11</sub> | -0,518007  | 0,712755   | -0,73     | 0,4947   |
| a <sub>22</sub> | 1,1318804  | 0,712755   | 1,59      | 0,1634   |
| a <sub>33</sub> | 1,079227   | 0,712755   | 1,51      | 0,1808   |

La figure IV.20 ci-contre montre le classement des coefficients du modèle (équation IV.7) en fonction de leurs effets sur la DPPH-I%. On y constate l'ordre des effets suivant :

$$X_1X_2 > X_3 > X_2^2 > X_2 > X_3^2 > X_1X_3 > X_1 > X_2X_3 > X_1^2$$

La figure (IV.21) ci-dessous, représente les courbes d'iso-réponses de l'indice d'inhibition DPPH-I% en fonction de (X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>) et (X<sub>1</sub>, X<sub>3</sub>), respectivement. On y constate qu'une bonne inhibition de 86 % peut être obtenue pour différentes possibilités

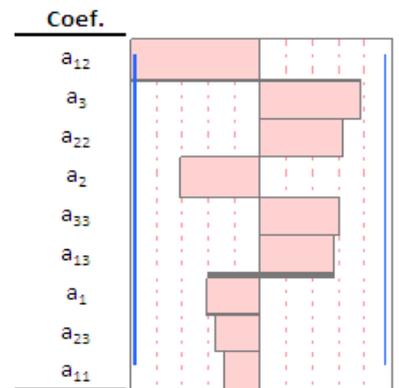
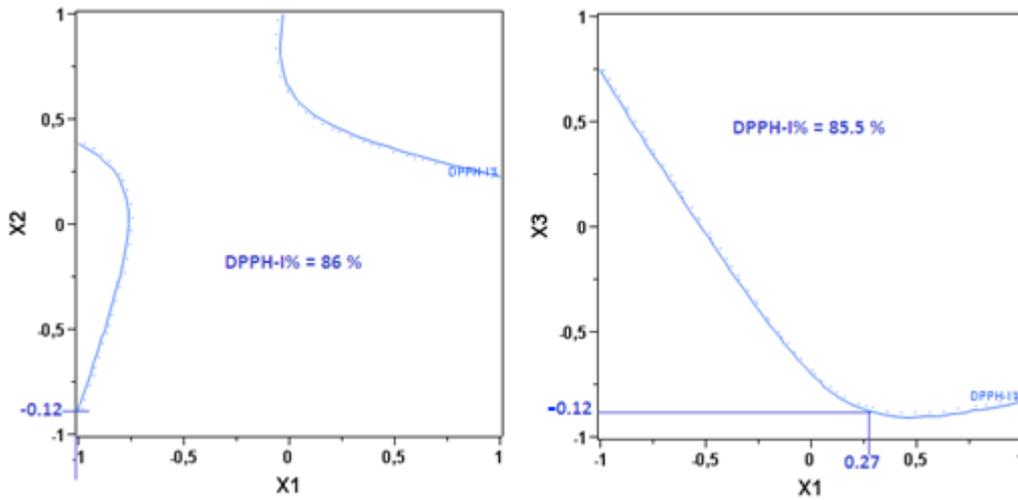


Figure IV.20. Classement des effets des facteurs sur la DPPH-I%



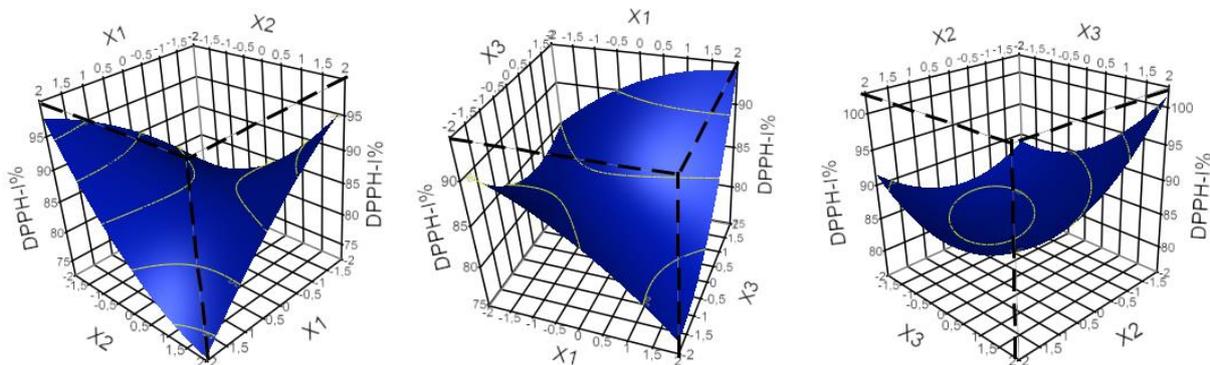
expérimentales, mais, par souci de viser les conditions les moins contraignantes et les moins coûteuses, il serait préférable de choisir les conditions :  $X_1 = -1$  ;  $X_2 = -0.12$  ;  $X_3 = -0.12$ .



**Figure IV.21.** Courbes d'iso-réponses : DPPH-I% vs.  $(X_1, X_2)$  et  $(X_1, X_3)$

La figure IV.22 suivante représente le tracé 3D des surfaces de réponse des indices d'inhibition calculés en fonction des facteurs étudiés, deux à deux, tout en gardant le troisième à sa valeur centrale. Contrairement aux deux premières réponses, l'allure générale des surfaces de réponse pour la DPPH-I% est différente selon les facteurs.

A première vue, on peut atteindre pour une optimisation mono-paramétrique, des valeurs maximales dépassant les 95% en fixant les conditions suivantes :  $X_1 = X_2 = -1$  ;  $X_3 = +1$ . Mais comme nous l'avons souligné précédemment, c'est d'une optimisation multiparamétrique par la fonction Désirabilité, qu'il est question dans ce travail.



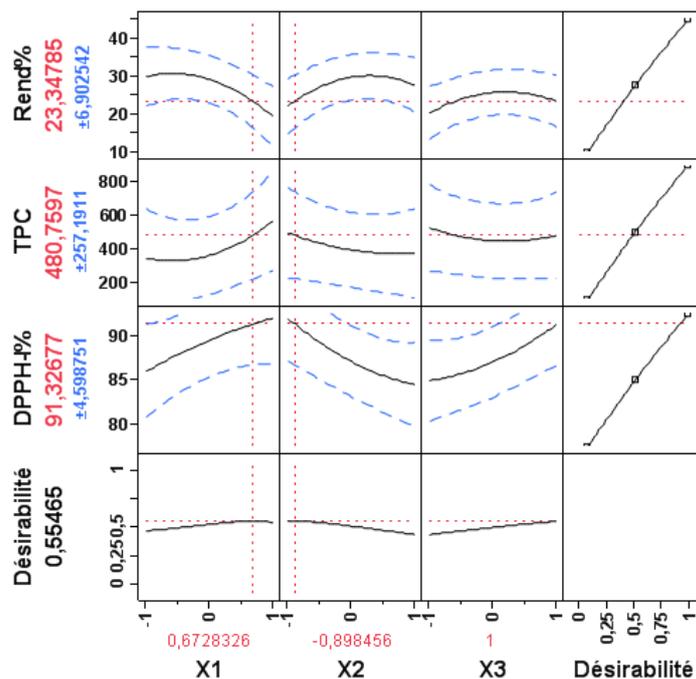
**Figure IV.22** Tracé 3D des surfaces de réponses des DPPH-I% vs.  $(X_1, X_2)$ ,  $(X_1, X_3)$  et  $(X_2, X_3)$



*IV.2.5.4. Optimisation par la fonction Désirabilité du procédé d'extraction macération EMAUS du PNDP*

Le problème ici implique des réponses conflictuelles qui doivent être optimisées simultanément, car leur analyse séparée peut aboutir à des solutions incompatibles. Par exemple, augmenter le rendement nécessitera de diminuer la masse végétale, ce qui influencera négativement les autres réponses : TPC et DPPH-I%. C'est la raison pour laquelle l'approche de la fonction de Désirabilité (D) est utilisée pour l'optimisation. La figure suivante représente le tracé de la fonction désirabilité avec les trois réponses étudiées, en fonction des facteurs choisis, où la situation optimale y est représentée pour les conditions suivantes :  $D = 0.55$  ;  $X_1 = 0.67$  ;  $X_2 = -0.90$  ;  $X_3 = +1$ .

Cette situation mène aux réponses suivantes : Rend% = 23.35 % ; TPC = 480.76 mg/L ; DPPH-I% = 91.33 %.



**Figure IV.23.** Optimisation par la fonction Désirabilité du procédé EMAUS adopté pour l'élaboration du conservateur PNDP



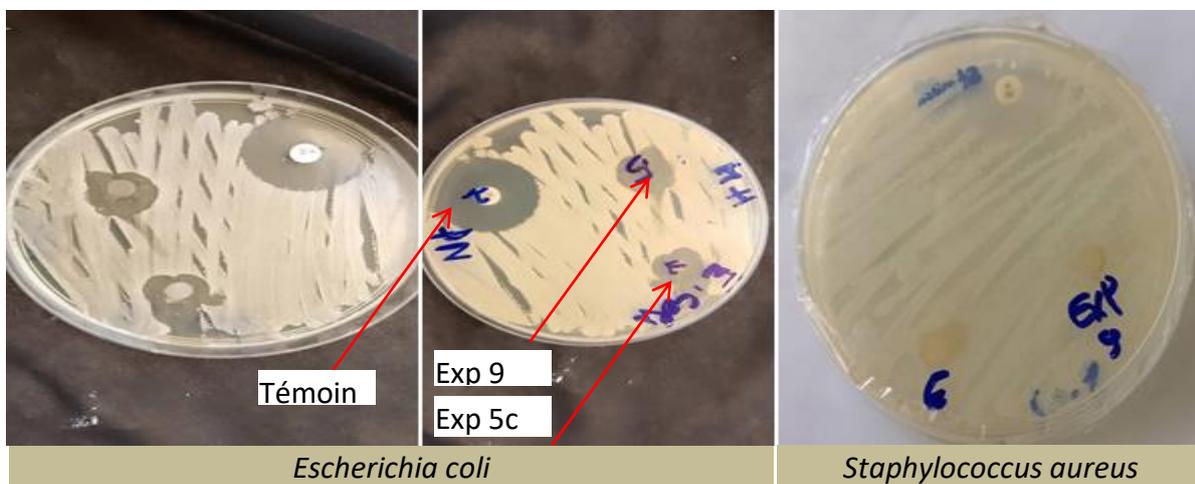
#### IV.2.6. Résultats de l'activité antibactérienne du PNDP

Les résultats des analyses antibactériennes du conservateur PNDP sont rassemblés dans le tableau IV.7 ci-après.

**Tableau IV.7.** Diamètre des zones d'inhibition (mm) de l'extrait des aiguilles de pin

|               | Souches bactériennes         | Disque | Zone d'inhibition | Sensibilité                |
|---------------|------------------------------|--------|-------------------|----------------------------|
| <b>Gram -</b> | <i>Escherichia coli</i>      | Exp 5c | 11 mm             | Sensible ou intermédiaire  |
|               | ATCC 25922                   | Exp 9  | 15 mm             | Très sensible              |
| <b>Gram+</b>  | <i>Staphylococcus aureus</i> | Exp 5c | 9 mm              | Sensible ou intermédiaire  |
|               | ATCC 43300                   | Exp 9  | 8mm               | Non-sensible ou résistante |

Du tableau IV.7 et des images de la figure IV.24 suivante, on constate que les souches bactériennes testées se sont révélées sensibles à l'extrait étudié, démontrant ainsi une claire activité antibactérienne sur les deux souches évaluées, avec des zones d'inhibition de diamètres significatifs, et un effet plus marqué sur les bactéries (gram -) que les bactéries (gram +). Ces effets antibactériens peuvent être attribués à la présence de divers agents chimiques dans l'extrait de pin d'Alep.



**Figure IV. 24.** Résultats des tests antibactériens

#### IV.2.7. Résultats de l'activité antifongique

Les figures IV.25 (a et b) montrent les résultats observés pour les tests d'activité antifongique des extraits d'aiguilles de pin (PNDP) des expériences Exp 5c et Exp 9. On constate sur les deux images un effet inhibiteur significatif de la croissance du champignon comparé à la boîte témoin où le champignon s'est propagé uniformément dans toutes les directions. En effet, la



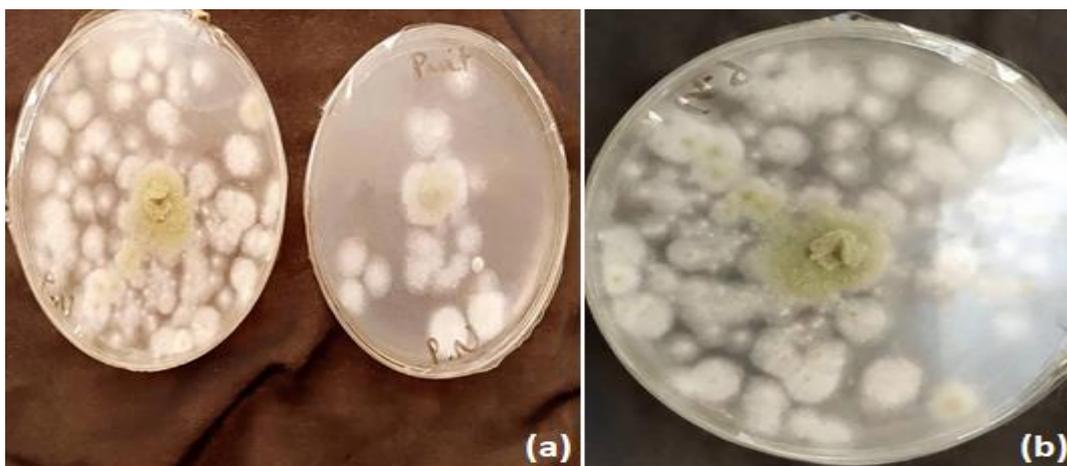
boîte contenant l'extrait Exp 9 présente une réduction marquée de la croissance du champignon, particulièrement visible sur les bords du puits rempli avec l'extrait, formant ainsi une zone d'inhibition. Cette observation suggère que l'extrait a entravé la croissance rapide du champignon. Les résultats suivants ont été obtenus :

- **Boîte témoin :** Diamètre des colonies :  $D_{ct} = 1.9$  mm.
- **Boîte contenant les extraits :** Diamètre des colonies :  $D_{ce}(\text{exp } 9) = 0.5$  mm,  $D_{ce}(\text{exp } 5c) = 0.8$  mm.

Les pourcentages d'inhibition calculés par l'équation III.20 sont trouvés tels que :

- ✚ 1% (exp 9) = 73.68%.
- ✚ 1% (Exp 5c) = 57.89%.

Ce résultat suggère donc que pour une meilleure activité antifongique, il serait plus intéressant de préparer le conservateur selon les conditions de l'échantillon Exp 9, puisque celui-ci a montré une réduction significative de la croissance des moisissures, avec un taux d'inhibition de 73,68%.



**Figure IV. 25.** Résultats des tests antifongiques  
(a) Témoin (gauche) et Exp 5c et Exp 9 (droite) – (b) Témoin



## **CONCLUSION GENERALE**



Aujourd'hui, plus que jamais, l'industrie fromagère joue un rôle crucial dans le secteur agricole et alimentaire, apportant une contribution majeure à l'économie, tout en répondant à la demande croissante de ce produit alimentaire de base, très apprécié à travers le monde pour ses qualités nutritionnelles et gustatives. En Algérie, les ventes au détail, toutes catégories de fromage confondues, ont atteint 165 milliards DA en 2023, ce qui représente une augmentation de 10 % en valeur par rapport à l'année précédente.

Cette étude est conduite dans le but de répondre à un problème inhérent aux fromages, à savoir leur stabilité, et crucial pour les industriels puisqu'il y va de leur image de marque d'un côté, mais aussi pour leur permettre de minimiser les retours de marchandises qui leurs causent chaque année des pertes considérables.

Pour ce faire, nous avons adopté la méthodologie des plans d'expériences pour étudier, dans un premier temps, les effets de 3 facteurs : l'élévation de température ' $\Delta T$ ', le temps d'application de ce  $\Delta T$ , et enfin la fréquence de son application, i.e. les fréquences des chocs chaud/froid, et ce, sur les propriétés physico-chimiques et microbiologiques d'un fromage fondu : les portions Cheezy de Falait. Les réponses que nous avons choisies sont toutes réglementées avec des valeurs seuils, à savoir : l'extrait sec, le pH, le taux d'humidité et le taux de matière sèche.

- ✚ Le Plan central composite adopté pour cette partie-là a abouti à 4 modèles empiriques pour les 4 réponses étudiées avec des  $R^2$  allant de 46 à 80 %.
- ✚ Les effets les plus significatifs des facteurs sur les réponses choisies étaient classés tels que : Fréquences des chocs >  $\Delta T$  > temps. En effet, les chocs chaud/froid conduisent à une évaporation rapide de l'eau du fromage, qui se condense après à la surface interne de l'emballage en aluminium, conduisant à une altération du produit.
- ✚ L'optimisation par la fonction Désirabilité a donné les conditions suivantes pour une meilleure conservation des fromages fondus :  $D = 0.88$  ; Fréquences des chocs chaud/froid minimale,  $\Delta T$  minimale, alors que le temps n'a pas un effet significatif, sachant qu'il serait mieux qu'il soit le plus faible possible. Cette situation mène aux réponses suivantes :  $E_{sec} = 40.22\%$  ;  $pH = 5.66$  ;  $H\% = 60\%$  ;  $MG\% = 19.79\%$ . (Valeur dans les normes en vigueur).

Dans une deuxième partie de ce travail, et dans le même contexte de la stabilité des fromages fondus, nous avons testé l'aptitude d'un conservateur naturel issu des aiguilles de pins d'Alep (PNDP) élaboré par un procédé d'extraction-Macération assistée par les ultra-sons, que nous avons optimisé par la méthodologie des surfaces de réponse. Nous avons donc visé trois réponses importantes pour tout conservateur : le rendement d'extraction Rend%, le teneur totale en polyphénols (TPC), et l'activité antioxydante par le test d'inhibition au DPPH (DPPH-I%). Les facteurs que nous avons retenu pour en étudier les effets sur les réponses choisies sont : La masse végétale mv, la fraction de l'éthanol dans le solvant eau éthanol Xeth et la puissance des ultrasons exprimée en A%. Les résultats obtenus sont tels que :



- ✚ Le plan central composite adopté a abouti à 3 modèles empiriques (pour les 3 réponses) avec des coefficients de détermination de 90%, 61% et 80 %, respectivement pour : Rend%, TPC et DPPH-I%.
- ✚ La masse végétale avait, comme on pouvait s'attendre, l'effet le plus important sur Rend% et sur TPC. Par contre c'est la puissance des ultrasons qui avait l'effet le plus significatif sur la réponse DPPH-I%.
- ✚ L'optimisation par la fonction Désirabilité des trois réponses étudiées, en fonction des facteurs choisis, a aboutit à la situation optimale suivantes :  $D = 0.55$  ;  $mv = 0.67$  (valeur moyenne) ;  $X_{eth} = -0.90$  (faible valeur) ;  $A\% = +1$  (valeur maximale). Cette situation mène aux réponses suivantes : Rend% = 23.35 % ; TPC = 480.76 mg/L ; DPPH-I% = 91.33 %.

Enfin, le PNPD élaboré a subi des tests antimicrobiens et antifongiques et les résultats ont montré :

- ✚ une activité antimicrobienne notable. Les zones d'inhibition observées dans les tests antibactériens indiquent une efficacité contre les bactéries Gram-négatives et Gram-positives, avec des diamètres significatifs. Cela est attribuable aux composés actifs présents dans l'extrait.
- ✚ un effet inhibiteur sur la croissance des champignons, visible à travers les zones d'inhibition autour des puits remplis d'extrait, comparées aux témoins où le champignon s'est propagé librement.

Ces résultats suggèrent que l'extrait d'aiguilles de pin(PNDP) pourrait être un conservateur efficace contre divers micro-organismes, soulignant son potentiel pour des applications dans la conservation alimentaire ou médicale.

Les conclusions de cette étude apportent donc des éclairages précieux pour l'industrie fromagère, notamment pour comprendre les causes des retours et pourquoi pas pour tenter d'incorporer le conservateur naturel élaboré dans les ingrédients de la formulation, bien sûr après d'autres essais de validation. En somme, ce travail constitue une avancée significative dans la compréhension des facteurs influençant la stabilité des fromages fondus et propose des solutions concrètes pour améliorer leur qualité, tout en ouvrant des perspectives pour de futures recherches dans le domaine.



## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**



- Anta, J. F. E. A., Marcelle, B. D., Siewe, B. F., & Raghavarao, K. S. M. S. (2020). Modelling and optimization of ultrasound assisted extraction of polyphenols using response surface methodology. *European Journal of Engineering and Technology Research*, 5(9), 1004-1012.
- Bourgeois, C. M., & Leveau, J. Y. (Eds.). (1980). *Techniques d'analyse et de contrôle dans les industries agro-alimentaires*. Technique & documentation.
- Boutonnier, J. L. (2000). *Manufacturing of processed cheese*. Techniques de l'Ingénieur. Agroalimentaire (France).
- Chambre, M., and J. Daurelles. "Processed cheese." (2000) : 641-657.
- C.C.I.L : Centre Canadien d'Information Laitière. Code national sur les produits laitiers (2005). [http://www.Dairyinfo.Gc.Ca/Index\\_F.Php?S1=Dr-LandS2=CanadaandS3=NdcCnplandS4=05-2005](http://www.Dairyinfo.Gc.Ca/Index_F.Php?S1=Dr-LandS2=CanadaandS3=NdcCnplandS4=05-2005).
- Crédoc, Cahier de la recherche (2013). CCAF, Tris spécifiques BEL.
- Debry, G. (2001). *Lait, nutrition et santé*. Technique et documentation-Lavoisier.
- Deshoux A. (2020). *Le marché des fromages (fondu) en Algérie*. Bretagne Commerce International info.
- Eck A., 1989. *Le fromage*. Ed. Tec et Doc, Lavoisier, Paris, p. 385 – 409. 28-
- Eck, A., & Gillis, J. C. (2006). *Le fromage*. 3eme edition: Tec et Doc. Lavoisier. Paris. 891p.
- Eck, A., & Gillis, J.C. (1997). *Le Fromage de la science à l'assurance-qualité*. Paris : Technique et Documentation Lavoisier, 3rd Edition.
- EFSA: European Food Safety Authority (2010). Scientific opinion on lactose thresholds in lactose intolerance and galactosaemia. *EFSA J.*; 8(9):1777.
- Elisabeth Bühner-Astfalk (2011), *le potassium un micronutriment essentiel*. <https://www.swissmilk.ch> Site consulté le 19 Juillet 2019
- Guinee T. P., Cari M. and Kalab M. (2004). Pasteurized processed cheese and substitute / imitation cheese products. *cheese: chemistry, physics and microbiology*, 2, 349-394.
- Kombila-Moundounga, É. (1994). Dénaturation thermique et gélification des protéines de lactosérum en solution modèle et dans un aliment complexe, le fromage fondu à tartiner: effets du NaCl, du lactose et du glycérol. National Library of Canada= Bibliothèque nationale du Canada, Ottawa.
- FAO/OMS., Codex Alimentarius n° A-6. Norme Générale Codex pour le fromage (CODEX STAN 283-1978). 2011. *Lait et produits laitiers 2eme édition*. Rome, 261p.
- Feiberg, (2002). *Répertoire générale des aliments*. Tome 2 : Produits laitiers, 2ème Édition. Tech & doc, Lavoisier, Paris.
- Fox, P., Guinee, T., Cogan, T., et McSweeney, P. (2000). *Fundamentals of cheese science*. An Asen publication, 23(3ème édition), 445 – 450.



- Gaucheron F., 2004. Minéraux et produits laitiers, édition Tec et Doc, Lavoisier. P 566, 581, 582.
- Ghezali *et al.*, (2016). Caractérisation physicochimique et microbiologique du fromage fondu, « Le Picon » de la fromagerie Bel Algérie, Thèse de Master, Université Saad Dahleb 3. Blida 1, 27 P.
- Gillis, J. C., AYERBE, A., Lincet, D., Moineau, S., Roy, D., & Turgeon, S. (2018). Le fromage. Technique et Documentation.
- Gouet, P., & Bergere, J. L. (1973). Ensilage et gonflement butyrique des fromages. Fourrages, 56, 89.
- Goupy, J. (2005). Pratiquer les plans d'expériences. Paris: Dunod.
- Goupy, J. (2006). Plans d'expériences. Ed. Techniques Ingénieur.
- Goupy, J., & Creighton, L. (2006). Introduction aux plans d'expériences-3ème édition-Livre+ CD-Rom. Hachette.
- Gulcin, İlhami, and Saleh H. Alwasel. "DPPH radical scavenging assay." *Processes* 11.8 (2023): 2248.
- Jeanet, R., Croguennec, T., Mahaut, M., Schuck, P., & Brulé, G. (2007). *Les produits laitiers* (pp. 184-p). Editions Tec & Doc Lavoisier.
- Meyer, A. (1973). Processed cheese manufacture.
- Lee, B. O. (1981). Etude biochimique de la fonte des fromages (Doctoral dissertation). Université de Nancy 1
- Legrand, P. (2008). Intérêt nutritionnel des principaux acides gras des lipides laitiers. *Sciences des aliments*, 28(1-2), 34-43.
- Leroux, P., & Credet, A. (1978). Document sur l'étude de l'activité des fongicides. INRA, Versailles, France, 26.
- Luquet, F. M. (1990). Lait et produits laitiers: vache, brebis, chèvre. Tome 2: Les produits laitiers, transformation et technologies. Ed., Lavoisier. Sciences et Techniques Agro-alimentaires, 637.
- Magri, W., Belarouci, M. and Meriouli, Y., (2016). Contribution à l'étude de la qualité physico chimique et microbiologique du fromage fondu pasteurisé. Thèse de Master, Université M'hamed Bougara Boumerdes, Boumerdes. 80 P.
- Mahaut, M., Jeanet, R., & Brulé, G. (2000). Initiation à la technologie fromagère (p. 194). Editions Tec et Doc/Lavoisier.
- Oliveira, R. B., Margalho, L. P., Nascimento, J. S., Costa, L. E., Portela, J. B., Cruz, A. G., & Sant'Ana, A. S. (2016). Processed cheese contamination by spore-forming bacteria: A review of sources, routes, fate during processing and control. *Trends in Food Science & Technology*, 57, 11-19.



Page Web DjazAgro : <https://www.djazagro.com/fr-FR/actualites-tendances/tendances-prospectives/fromages-en-algerie>

Page Web Milk Swiss: <https://api.swissmilk.ch/wp-content/uploads/2019/05/informations-specialisees-le-potassium-un-micronutrimet-essentiel-nutrition-fr.pdf>

Page Web Statistica : <https://fr.statista.com/statistiques/1367522/principaux-pays-exportateurs-de-fromage/>

Ponce, A. G., Fritz, R., Del Valle, C., & Roura, S. I. (2003). Antimicrobial activity of essential oils on the native microflora of organic Swiss chard. *LWT-Food Science and Technology*, 36(7), 679-684.

Quezel, P., & Barbero, M. (1992). Le pin d'Alep et les espèces voisines: répartition et caractères écologiques généraux, sa dynamique récente en France méditerranéenne. *Forêt méditerranéenne*, 13(3), 158-170.

Richonnet, C. (2016). Caractéristiques nutritionnelles des fromages fondus. *Cahiers de nutrition et de diététique*, 51(1), 48-56.

Roustel, S. (2014). Fromage fondu : physico-chimie du processus de fonte. *Technique de l'ingénieur*, F6 310 2, 31-35.

Roustel S. et Boutonnier J.L. (2015). Fromage fondu : Technologie de fabrication et contrôle qualité. *Techniques de l'ingénieur*, F6311 : 1 : 1-19.

Sado, G., & Sado, M. C. (2000). Les plans d'expériences : de l'expérimentation à l'assurance qualité. *Afnor*.

Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.

Tinsson, W. (2010). Plans d'expériences : constructions et analyses statistiques (Vol. 67). Springer Science & Business Media.

Veisseyre, R. (1979). Les orientations de la recherche et l'évolution des technologies laitières [France]. *Genie Rural*.

Zamberlin, Š., Antunac, N., Havranek, J., & Samaržija, D. (2012). Mineral elements in milk and dairy products. *Mljekarstvo: časopis za unaprjeđenje proizvodnje i prerade mlijeka*, 62(2), 111-125.

Zhang, D., & Mahoney, A. W. (1989). Bioavailability of iron-milk-protein complexes and fortified cheddar cheese. *Journal of dairy science*, 72(11), 2845-2855.

Zhang, D., & Mahoney, A. W. (1989). Effect of iron fortification on quality of Cheddar cheese. *Journal of dairy science*, 72(2), 322-332.

Zhang, D., & Mahoney, A. W. (1990). Effect of iron fortification on quality of cheddar cheese. 2. Effects of aging and fluorescent light on pilot scale cheeses. *Journal of dairy science*, 73(9), 2252-2258.

Zhang, D., & Mahoney, A. W. (1991). Iron fortification of process Cheddar cheese. *Journal of dairy science*, 74(2), 353-358.

## ملخص:

تلعب صناعة الأجبان اليوم دورًا حاسمًا في القطاع الزراعي والغذائي، وتساهم مساهمة كبيرة في الاقتصاد، وفي نفس الوقت تلبي الطلب المتزايد على هذه السلعة الغذائية المحبوبة التي تحظى بتقدير كبير في جميع أنحاء العالم. وفي ظل هذه الخلفية قمنا بتنفيذ دراسة مشروع نهاية درجة الماجستير مع إحدى الشركات المصنعة، من أجل الاستجابة لمشكلة حاسمة، وهي استقرار المنتجات في السوق وعائدات البضائع، هاته المشكلة التي تؤدي إلى خسائر كبيرة. وقد اعتمدنا في ذلك منهجية سطح الاستجابة لدراسة تأثير 3 عوامل معروفة: التباين في درجة الحرارة ( $\Delta T$ )، ووقت وتكرار تطبيق ( $\Delta t$ )، على الخصائص الفيزيائية والكيميائية والمكروبيولوجية للأجبان المصنعة.

أظهرت نتائج النمذجة أن تواتر الصدمات الساخنة/الباردة هو الذي كان له التأثير الأكبر على الاستجابات يليها ( $\Delta T$ ) كما أعطت دالة الاستحسان "D" الشروط التالية لتحسين الحفظ  $D=0.88$  ، بالنسبة للتردد و  $\Delta T$  منخفضة قدر الإمكان.

في الجزء الثاني، درسنا تحسين خصائص المادة الحافظة الطبيعية من إبر الصنوبر "PNDP" ، باستخدام منهجية سطح الاستجابة ايضاً قمنا بدراسة تأثيرات 3 عوامل الا وهي: كتلة النبات، وجزء الإيثانول في المذيب، وقوة الموجات فوق الصوتية على 3 استجابات وهي: المحصول، ومحتوى البوليفينول (TPC) ، والعمل المضاد للأكسدة PNDP (DPPH-1%) . أظهرت النمذجة والتحسين باستخدام دالة الاستحسان الشروط المثلى التالية: المحصول = 23.35%؛  $TPC = 480.76$  ملجم/لتر،  $DPPH-1\% = 91.33\%$  كما أظهرت المادة الحافظة PNDP نشاط مضاد للميكروبات ومضاد للفطريات، مما يسلب الضوء على إمكاناته في التطبيقات الغذائية والطبية مستقبلاً (الحفظ الغذائي والطبي) لذلك فان هذا البحث يقدم أفقاً كبيرة لصناعة الأجبان من خلال اقتراح طرق لتحسين ثبات استقرار منتجاتها، بالرغم من أن هناك حاجة إلى المزيد من التحقق والدراسات للتأكد من صحة تطبيقه في القطاع الصناعي.

**الكلمات المفتاحية:** الجبن المطبوخ؛ منهجية سطح الاستجابة؛ ثبات الجبن؛ الحافظ؛ النمذجة؛ دالة الاستحسان.

**Abstract:** Today, the cheese industry plays a crucial role in the agricultural and food sector, making a major contribution to the economy, while meeting the growing demand for this staple food product, which is highly appreciated throughout the world. It was against this backdrop that we carried out our final year Master's project, working for an industrial company, in order to address a crucial problem: the stability of marketed products and returns of goods, which result in considerable losses. We therefore adopted the response surface methodology to study the effect of 3 known parameters: temperature variation ( $\Delta T$ ), time and frequency of application of this  $\Delta T$ , on the physico-chemical and microbiological properties of processed cheeses. The results of the modelling carried out showed that it was the frequency of hot/cold shocks that had the greatest effect on the studied responses, followed by  $\Delta T$ . The Desirability function 'D' gave the following conditions for better conservation:  $D=0.88$ , for a frequency and a  $\Delta T$  as low as possible. In the second part, still related to preservation, we studied the optimisation of the properties of a natural preservative derived from pine needles, 'PNDP' using response surface methodology. The effects of 3 factors: plant mass, ethanol fraction in the solvent and ultrasound power, were studied on 3 responses: extraction yield, total polyphenol content (TPC) and the antioxidant action of PNDP (DPPH-I%). Modelling and optimisation using the Desirability function showed the following optimum conditions: Yield = 23.35 %; TPC = 480.76 mg/L; DPPH-I% = 91.33 %. The PNDP preservative also showed strong antimicrobial and antifungal activity, highlighting its potential for food and medical preservative applications. This research therefore offers significant prospects for the cheese industry by proposing methods to improve the stability of their products, although further validation is required for industrial application.

**Keywords :** Processed cheese; Response surface methodology; Cheese stability; Natural constituent; Modelling; Desirability function.

---

**Résumé :** Aujourd'hui, l'industrie fromagère joue un rôle crucial dans le secteur agricole et alimentaire, apportant une contribution majeure à l'économie, tout en répondant à la demande croissante de ce produit alimentaire de base, très apprécié à travers le monde. C'est dans ce contexte, que nous avons mené notre projet de fin d'étude de Master, au niveau d'un industriel, afin de répondre à un problème crucial qui est celui de la stabilité des produits commercialisés et des retours de marchandises qui engendrent des pertes considérables. Nous avons donc adopté la méthodologie des surfaces de réponse afin d'étudier l'effet de 3 paramètres connus : la variation de température ( $\Delta T$ ), le temps et la fréquence de l'application de ce  $\Delta T$ , sur les propriétés physico-chimiques et microbiologiques des fromages fondus. Les résultats de la modélisation réalisée ont montré que c'est la fréquence des chocs chaud/froid qui a le plus grand effet sur les réponses étudiées, suivie du  $\Delta T$ . La fonction Désirabilité 'D' a donné les conditions suivantes pour une meilleure conservation :  $D=0.88$ , pour une fréquence et un  $\Delta T$  les plus faibles possible. Dans une seconde partie, toujours en rapport avec la conservation, nous avons étudié l'optimisation des propriétés d'un conservateur naturel issu des aiguilles de pin 'PNDP', avec la méthodologie des surfaces de réponses. Les effets de 3 facteurs : la masse végétale, la fraction d'éthanol dans le solvant et la puissance des ultrasons, ont été étudiés sur 3 réponses : le rendement, la teneur en polyphénols (TPC) et l'action antioxydante du PNDP (DPPH-I%). La modélisation et l'optimisation par la fonction Désirabilité ont montré les conditions optimales suivantes : Rendement = 23.35 % ; TPC = 480.76 mg/L ; DPPH-I% = 91.33 %. Le conservateur PNDP a également montré une forte activité antimicrobienne et antifongique, soulignant son potentiel pour des applications en conservation alimentaire et médicale. Cette recherche offre donc des perspectives importantes pour l'industrie fromagère en proposant des méthodes pour améliorer la stabilité de leurs produits, bien que des validations supplémentaires soient nécessaires pour une application industrielle.

**Mots clés :** Fromage fondu ; Méthodologie des surfaces de réponses ; Stabilité des fromage ; Conservateur naturel ; Modélisation ; Fonction Désirabilité.