



Année universitaire 2021-2022

Filière d'ingénieurs
Industries Agroalimentaires

Rapport de stage de fin d'études

**Caractérisation des amidons dans une masse blanche
fermentée par la construction d'un plan d'expérience et
planification**

Réalisé par l'élève ingénieur :
GHAFFOULI Chaymae

Encadré par :
Mr. AIT MOKHTAR Zakaria – (Centrale Danone)
Pr. SAFFAJ Taoufiq – (FST Fès)

Présenté le 19 juillet 2022 Devant le jury composé de :

- Pr. SAFFAJ Taoufiq
- Pr. MOUGHAMIR Khadija
- Pr. EL GHADRAOUI Lahsen

Stage effectué à : Centre Pilote R&D El Jadida - Centrale Danone



Faculté des Sciences et Techniques - Fès

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☎ 212 (0)5 35 60 29 53 Fax : 212 (0)5 35 60 82 1

Filière Ingénieurs IAA

Mémoire de fin d'étude pour l'obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat

Nom et Prénom : GHAFFOULI Chaymae

Année universitaire : 2021/2022

Titre : Caractérisation des amidons dans une masse blanche fermentée par la construction d'un plan d'expérience et planification

Résumé

De nombreux produits laitiers frais, contiennent des additifs alimentaires qui leur permettent d'assurer leur stabilité microbiologique, physico-chimique et organoleptique.

Parmi ces additifs, on retrouve notamment les amidons, qui apportent de nombreuses fonctionnalités : la viscosité, l'onctuosité, améliorent la texture et assurent la stabilité pendant la durée de conservation.

Le sujet de mon mémoire consiste à classier ces différents amidons modifiés par leur pouvoir texturant. Leur capacité à apporter de la texture dans les produits finis a été évaluée, ainsi que leur impact organoleptique.

Les amidons ont été analysés, dans un premier temps, dans un seul cas d'application : les yaourts brassés, en les testant avec différentes températures de préchauffage et différentes pressions d'homogénéisation afin de conclure sur leurs couples température/pression optimums par la construction d'un plan d'expérience.

Après cette classification, une idée globale sera établie sur l'ensemble des amidons, et en cas de rupture, le remplacement d'un amidon par un autre sera facilement applicable.

Tous les essais vont être stockés dans une base de données qui sera à la disposition des développeurs pour leurs futurs projets au sein de service Recherche et développement de Centrale Danone.

Mot clés : Amidon, plan d'expérience, Température, pression

Abstract

Title: Characterization of starches in a fermented white mass by the construction of an experiment plan and planning

Many fresh dairy products contain food additives that allow them to ensure their microbiological, physico-chemical, and organoleptic stability.

These additives include starches, which provide many functionalities: viscosity, lubricity, improve texture and ensure stability during shelf life.

The subject of my brief is to classify these different starches modified by their texturing power. Their ability to provide texture in finished products was evaluated, as well as their organoleptic impact.

The starches were initially analyzed in only one application case: the yogurts are stirred, testing them with different preheating temperatures and different homogenization pressures to conclude on their optimum temperature/pressure pairs.

After this classification, a global idea will be established on all starches, and in case of rupture, the replacement of one starch by another will be easily applicable.

All the tests will be stored in a database that will be available to future developers in the recherche and development department of Centrale Danone.

Key words: Starch, experiment plan, Temperature, pressure

Dédicaces

A l'âme de mes grands parents

A Ma mère et mon père

Qui ont toujours été là pour moi, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance, j'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute ma reconnaissance et tout mon amour,

À ma sœur chérie Ghita, et mes deux frères Soufian et Walid

Merci de m'avoir toujours supportée dans mes décisions, Merci pour tout votre amour et votre confiance,

À mes enseignants auxquels je rends un grand hommage pour leur apport sur mes connaissances le long du cursus de mes études,

A tous ceux qui me sont chers, et à tous ceux que je respecte et qui me gardent une place dans leur cœur.

Veillez trouver en ces mots tout l'estime et le respect que j'éprouve pour vous,

Je dédie ce modeste travail....

Chaymae GHAFFOULI

Remerciements

Je remercie tout particulièrement Mr. Geoffroy DRIGNY de m'avoir accueillie au sein de l'équipe recherche et innovation, et Mme Ouafae DHIMENE pour la confiance qu'elle m'a accordée et m'avoir permis de réaliser mon stage au sein de l'équipe R&I

J'exprime ma profonde gratitude à mon responsable de stage Zakaria AIT MOKHTAR pour son accompagnement tout au long de de mon stage, pour sa confiance, son écoute et ses conseils précieux qui m'ont permis de m'intégrer, de progresser et de mener à bien l'ensemble de mes missions, ainsi qu'à toute l'équipe R&I : Mina EL ASSAS, Oumaima FAKIHANI, Hind BOURABAA, Sara SOUALHI, Jawad WAHHABI, Abdelmadjid RAJ, Ahmed KASSOU, et Ilham AHMANE.

Je remercie vivement Mme HAJJOUBI Loubna ; responsable recrutement, pour le soutien, le temps et l'attention qu'elle m'a accordés.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à toute l'équipe de Centre Pilote R&I : Rida ETTABOUTI et son équipe de maintenance, Walid LEGMERI, Nadir MHAND, Adil EL HIROUCHI, et Zakaria FARIH pour leur aide lors de la fabrication des yaourts, pour avoir répondu à toutes mes questions et m'avoir montré le fonctionnement du matériel de mesure pour le suivi de mes essais.

Ma reconnaissance s'adresse particulièrement aux Professeurs de la filière des Industries Agro-alimentaires, pour leurs directives précieuses qui nous ont été d'un appui durant ces années, qu'ils trouvent en ces lignes l'expression de ma gratitude.

Si ce mémoire a su se concrétiser et s'accomplir, c'est aussi grâce à l'assistance de mon encadrant, Professeur Taoufiq SAFFAJ.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance au Professeur EL GHADRAOUI Lahsen et Professeur MOUGHAMIR Khadija pour l'intérêt avec lequel ils ont entouré ce travail, et pour avoir accepté de le juger.

Et finalement, que les personnes qui m'ont soutenues d'une manière ou d'une autre dans la réalisation de ce travail trouvent ici l'expression de ma reconnaissance.

Avant-propos

Après l'obtention d'un baccalauréat scientifique en 2016 et d'un diplôme des études universitaires en sciences et techniques en 2019 en Biologie-Chimie-Géologie, j'ai intégré le Cycle d'Ingénieur d'Etat En Industries Agroalimentaires à la Faculté des sciences et techniques de Fès. Dès ma 1^{ère} année d'étude, ma passion par le domaine agroalimentaire a commencé à se développer et s'est confirmée lors de mes stages effectués dans ce domaine et surtout pour la recherche et l'innovation qui m'avait énormément plu lors de mon stage de fin d'études au sein de Centre Pilote Recherche et innovation de Centrale Danone.

Comme une conclusion à ces cinq années d'études, le mémoire : « Caractérisation des amidons dans une masse blanche fermentée par la construction d'un plan d'expérience et planification » vous est aujourd'hui présenté, avec pour objectif l'obtention du titre d'Ingénieur d'Etat en Industrie Agroalimentaire.

Ce mémoire a été rédigé au cours de mon stage de fin d'études chez Centre Pilote R&I de Centrale Danone, au niveau de l'usine d'El Jadida, dans le cadre d'un projet stratégique du groupe.

Liste des figures

Figure 1 : Sites de production de Centrale Danone	4
Figure 2: Création de Jamila en 1966	5
Figure 3: Les produits de Centrale Danone	6
Figure 4 : Organigramme Service R&I	7
Figure 5: les 4 pôles du service R&I	8
Figure 6: Ligne de production du Centre Pilote R&I	8
Figure 7: Etapes de développement des produits laitiers	9
Figure 8: Les 3 types d'activités de la recherche et innovation	14
Figure 9: Types de l'innovation selon Schumpeter.....	14
Figure 10: : Milko-Scan TMFT1	32
Figure 11: Agitateur et bassine	33
Figure 12: Bain marie.....	34
Figure 13: Homogénéisateur.....	34
Figure 14: Autoclave	35
Figure 15: Viscosimètre BROOKFIELD	36
Figure 16: les 3 degrés de cuisson des grains d'amidon du maïs cireux	37
Figure 17: les 3 degrés de cuisson des grains d'amidon du manioc.....	37
Figure 18: Mesure de la viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis de tous les amidons testés aux 3 températures de préchauffage	41
Figure 19: Mesure de pH à J+1 des produits finis de tous les amidons testés aux 3 températures de préchauffage	42
Figure 20: Mesure de viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis des amidons testés à 55°C de préchauffage et 140 bars en homogénéisation	44
Figure 21: Mesure de viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis des amidons testés à l'échelle pilote	45
Figure 22: Mesure de viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis des essais avec deux amidons	49
Figure 23: Mesure de viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon.....	50
Figure 24: Interface de la base de données.....	54

Liste des tableaux

Tableau 1: Composition moyenne du lait de vache exprimée en g par 100g	18
Tableau 2: Caractéristiques principales des amidons	22
Tableau 3: Composition des amidons.....	23
Tableau 4: Recette utilisée	29
Tableau 5: Liste des amidons utilisés et leurs caractéristiques	30
Tableau 6: Les niveaux des facteurs	30
Tableau 7: Matrice des effets.....	31
Tableau 8: Matrice des expériences	31
Tableau 9: Degrés de cuisson de tous les amidons testés aux différentes températures de préchauffage .	42
Tableau 10:Température Optimum des amidons testés.....	44
Tableau 11: Description des essais réalisés en combinant deux amidons	48
Tableau 12: classement de lisse à l'aspect des produits finis (de gauche, le moins lisse, à droite, le plus lisse) des essais avec deux amidons.....	49
Tableau 13: classement de la texture à la cuillère des produits finis (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture) des essais avec deux amidons	49
Tableau 14: classement de la texture en bouche des produits finis (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture) des essais avec deux amidons.....	49
Tableau 15: Description des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon	50
Tableau 16: classement de lisse à l'aspect des produits finis du 1er des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins lisse, à droite, le plus lisse)	51
Tableau 17: classement de la texture en bouche et à la cuillère des produits finis du 1er des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture)	51
Tableau 18: classement de lisse à l'aspect des produits finis du 2ème des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins lisse, à droite, le plus lisse)	51
Tableau 19: classement de la texture en bouche et à la cuillère des produits finis du 2ème des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture)	51
Tableau 20: classement de lisse à l'aspect des produits finis du 3ème groupe des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon (de gauche, le moins lisse, à droite, le plus lisse)	52
Tableau 21: classement de la texture en bouche et à la cuillère des produits finis du 3ème des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture)	52

Liste des abréviations

EPI : équipements de protection individuelle

NEP : nettoyage en place

pH : potentiel hydrogène

R&I : Recherche et innovation

R&D : Recherche et développement

RPM : Rotation par minute

RS : Réservoir de stockage

TM : Tank de maturation

TR : Tank de réhydratation

TT : Tank tampon

UHT : Ultra Haute Température

VBA : Visual Basic for Application

Table des matières

<i>Résumé</i>	<i>I</i>
<i>Abstract</i>	<i>II</i>
<i>Dédicaces</i>	<i>III</i>
<i>Remerciements</i>	<i>IV</i>
<i>Avant-propos</i>	<i>V</i>
<i>Liste des figures</i>	<i>VI</i>
<i>Liste des tableaux</i>	<i>VII</i>
<i>Table des matières</i>	<i>VIII</i>
<i>Introduction</i>	<i>1</i>
Chapitre 1 : PRESENTATION DE LA SOCIETE DANONE	2
I. Groupe Danone	3
1. Présentation d'un leader mondial.....	3
2. Groupe Danone en chiffres.....	3
II. Centrale Danone	4
1. Présentation de la Centrale Danone.....	4
2. Historique.....	5
3. Les produits de la Centrale Danone	6
III. Centre Pilote R&I	7
1. Organigramme du service R&I	7
2. Présentation du Centre Pilote R&I	8
3. Organisation du Centre Pilote	8
4. Etapes de développement des produits laitiers.....	9
IV. Processus de fabrication	9
1. Poudrage.....	9
2. Préchauffage	10
3. Homogénéisation	10
4. Traitement thermique	10
5. Fermentation	11
6. Lissage et refroidissement	11
7. Conditionnement.....	11
8. Fin de la production : Refroidissement.....	11
9. Contrôle après production : Stress test	11
10. Nettoyage en place	12
Chapitre 2 : Revue Bibliographique	13
I. Recherche et innovation	14
II. Généralités sur le Lait	15
1. Définition	15
2. Etapes de la transformation laitière	15
III. Les grandes étapes de la fabrication des yaourts	17
Définition	17
1. Prétraitement du lait	17
2. Fermentation du lait	19
3. Traitements post-fermentaires	20
4. Conditionnement	21

IV. Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires	21
1. Composition de l'amidon	21
2. Transformation hydrothermique des amidons	23
3. Amidons modifiés chimiquement	24
4. Amidons modifiés physiquement.....	26
5. Interactions.....	26
6. Applications.....	27
Chapitre 3 : Méthodes et Matériels	28
I. Présentation de l'étude	29
II. Recette utilisée.....	29
III. Présentation du plan d'expérience	30
1. Etablir l'objectif de l'expérience.....	30
2. Identifier les facteurs.....	30
3. Déterminer le design du plan d'expérience.....	31
4. Réalisation du plan d'expérience :	31
IV. Matériels et Méthodes :	32
1. Etapes de fabrication des produits finis	32
1.1 Préparation des ingrédients et pesée.....	32
1.2. Incorporation et agitation :.....	33
1.3. Préchauffage	33
1.4. Homogénéisation	34
1.5. Pasteurisation.....	34
1.6. L'ensemencement :	35
1.7. L'étuvage.....	35
1.8. Refroidissement produit fini	36
2. Analyses des produits finis.....	36
2.1. Analyses physico-chimiques.....	36
2.2 Analyses microscopiques.....	37
2.3 Analyse sensorielle.....	38
Chapitre 4 : Etude des amidons alimentaires modifiés	40
I. Caractérisation des amidons alimentaires modifiés à échelle laboratoire	41
1. Détermination de la température optimum des amidons.....	41
2. Etude de l'influence de la pression d'homogénéisation sur la viscosité du produit.....	43
3. Conclusion.....	44
II. Classification des amidons alimentaires modifiés par leur pouvoir texturant	44
III. Confirmation des résultats des amidons performants à l'échelle Pilote	45
1. Analyses physico-chimiques.....	45
2. Analyses sensorielles.....	45
3. Conclusion et prochaines étapes	46
Chapitre 5 : Etude des solutions innovantes en interne	47
I. Combinaison de deux amidons pour avoir des yaourts texturants	48
1. Objectif et organisation des essais réalisés :	48
2. Analyses physico-chimiques.....	48
3. Analyses sensorielles.....	49
4. Conclusion.....	49
II. Etude de l'influence de la variation de taux protéique et la quantité de l'amidon sur les produits finis	49
1. Objectif et organisation des essais	49
2. Analyses physico-chimiques.....	50
3. Analyses sensorielles.....	51
3. Conclusion.....	52
Chapitre 6 : Mise en place d'une base de données en VBA Excel	53

I. Introduction :	54
II. L'interface de la base de données	54
III. Mode de fonctionnement de la base de données	54
<i>Conclusion</i>	56
<i>Annexes</i>	
<i>Références</i>	

Introduction

Au cœur de la révolution alimentaire, Danone souhaite aider les consommateurs à adopter des habitudes alimentaires plus durables et plus saines en leur offrant une nourriture bénéfique pour leur santé. De ce fait, la recherche et l'innovation font partie intégrante de sa volonté.

Actuellement, de nombreux produits laitiers frais, et notamment ceux aux fruits, possèdent des additifs qui leur permettent d'assurer leur stabilité et les qualités organoleptiques attendues par les consommateurs.

Ce mémoire porte principalement sur les amidons permettant d'apporter de la texture à la plupart des produits laitiers.

Un risque de rupture de stock de ces amidons, qui est un des problèmes que peut avoir à affronter une entreprise dans sa chaîne logistique plus encore dans cette période d'instabilité, a été détecté.

Pour cela, les amidons existants et de nouveaux amidons sont étudiés, afin de conclure sur leur capacité à apporter de la texture dans les produits finis en sollicitant différents fournisseurs d'amidons afin qu'ils nous proposent des solutions performantes que celles utilisées actuellement.

Ainsi que nous avons testé et analysé d'autres solutions qui doivent être mises en œuvre afin d'éviter ou de minimiser le risque de cette rupture.

Ce rapport, structuré en 6 chapitres, rend compte des missions mises en place au cours du stage afin de répondre à la problématique.

- Le premier chapitre décrit l'organisme d'accueil,
- Le 2^{ème} chapitre consacré à la recherche bibliographique
- Le 3^{ème} chapitre pour la présentation de la problématique et Matériels et méthodes
- Le 4^{ème} chapitre pour discuter les apports donnés par les résultats de l'étude de l'ensemble des amidons
- Le 5^{ème} chapitre où l'étude des solutions innovantes en internes a été détaillée
- Et un dernier chapitre pour la présentation de la base de données mise à la disposition des futurs développeurs.

Chapitre 1 : PRESENTATION DE LA SOCIETE DANONE

I. Groupe Danone

1. Présentation d'un leader mondial

La société Danone a été créée en 1919 à Barcelone par Isaac Carasso. Il a fondé la première usine de yaourt, produit qu'il connaissait des Balkans dont il a été originaire. Le nom Danone fait référence à son fils « Petit Daniel ». Son yaourt est alors uniquement vendu en pharmacie, afin de remédier aux infections intestinales dont souffrent de nombreux enfants à cette époque.

En 1929, Daniel Carasso décide de fonder la marque Danone à Paris. Il a alors 25 ans et voit le yaourt comme un aliment de plaisir qu'il vend dans le réseau des crémeries et des pâtisseries. Autant en Espagne qu'en France, ce nouvel aliment connaît un grand succès. Le slogan de l'époque « Délicieux et sain, Danone est le dessert des digestions heureuses » annonçait déjà l'image de la marque que l'on connaît aujourd'hui « Apporter la santé par l'alimentation au plus grand nombre ».

En 1979, Isaac Carasso rencontre Antoine Riboud, président de la société BSN, leader français des boissons et de l'alimentation infantile. De la fusion des deux entreprises aux objectifs complémentaires naît le géant de l'agroalimentaire que l'on connaît aujourd'hui. A partir de l'année 1990, Danone est présent sur l'ensemble des continents.

En 1991, la création du premier institut Danone marque la volonté du groupe de s'inscrire sur le marché de la nutrition et de l'alimentation saine.

En 2007, le PDG Franck Riboud cède l'activité Biscuits du groupe à Kraft et rachète Royal Numico, l'un des leaders mondiaux de la Nutrition Infantile et Médicale. Danone recentre alors son activité autour de quatre grands pôles : les produits laitiers frais et produits végétaux (EDPB), la nutrition médicale (AMN), la nutrition infantile (ELN) et les boissons (EVW).

En 2017, Emmanuel Faber, actuel directeur général de la société, décide de racheter Whitewave/Alpro, leader mondial du marché de l'alimentation végétale. Danone continue ainsi à répondre aux nouvelles tendances et aux attentes des consommateurs à la recherche d'une alimentation plus saine et plus durable. Danone lance aussi cette année sa nouvelle signature « One Planet, One Health » qui reflète la vision selon laquelle notre santé et celle de la planète sont interdépendantes.

Aujourd'hui, Danone figure parmi les leaders mondiaux de l'alimentation en s'appuyant sur 4 principaux domaines : les Produits Laitiers Frais, Biologiques et Végétaux, les Eaux, la Nutrition Infantile et la Nutrition Médicale. La mission principale de l'entreprise est d'apporter la santé par l'alimentation au plus grand nombre, rendue possible grâce aux 100.000 collaborateurs qui en font une réalité au quotidien.

2. Groupe Danone en chiffres

Danone est un groupe agroalimentaire français qui a centré son activité autour de quatre pôles : produits laitiers frais, eaux en bouteille, nutrition médicale et nutrition infantile.

Le groupe figure parmi les leaders mondiaux dans ces quatre secteurs.

Il possède plus de 180 sites de production dans le monde et embauche plus que 100000 salariés répartis dans plus de 55 pays.

Ses produits sont disponibles dans 120 pays. Les produits laitiers frais et les produits d'origine végétale sont classés numéro 1 mondialement. Et ils sont positionnés les premiers en Europe dans le domaine de la nutrition médicale.

Danone est un leader mondial de l'alimentation, et un portefeuille unique de produits tourné vers la santé.

54% du chiffre d'affaires est réalisé dans l'Europe et l'Amérique du Nord (États-Unis, Canada), et les 46% sont répartis dans le reste du monde : Asie-Pacifique, Amérique latine, Moyen-Orient et Afrique.

Par ailleurs, le Groupe Danone donne une valeur très importante à ses salariés (Danoners). Il considère que les salariés sont au cœur du succès de Danone ; Ils ont le pouvoir d'atteindre les objectifs du Groupe Danone et ils permettent à l'entreprise d'identifier les priorités pour accélérer la révolution de l'alimentation.

II. Centrale Danone

1. Présentation de la Centrale Danone

Centrale Laitière, créée en 1940, est le leader du secteur alimentaire au Maroc. Elle a pour activité la fabrication, le conditionnement et l'expédition des produits laitiers et ses dérivés.

La société dispose d'une gamme de produits diversifiée qu'elle commercialise sous sa marque ainsi que celle de DANONE.

Centrale Danone est implantée sur quatre sites de production : Salé, Meknès, El Jadida et Fkih Bensaleh.

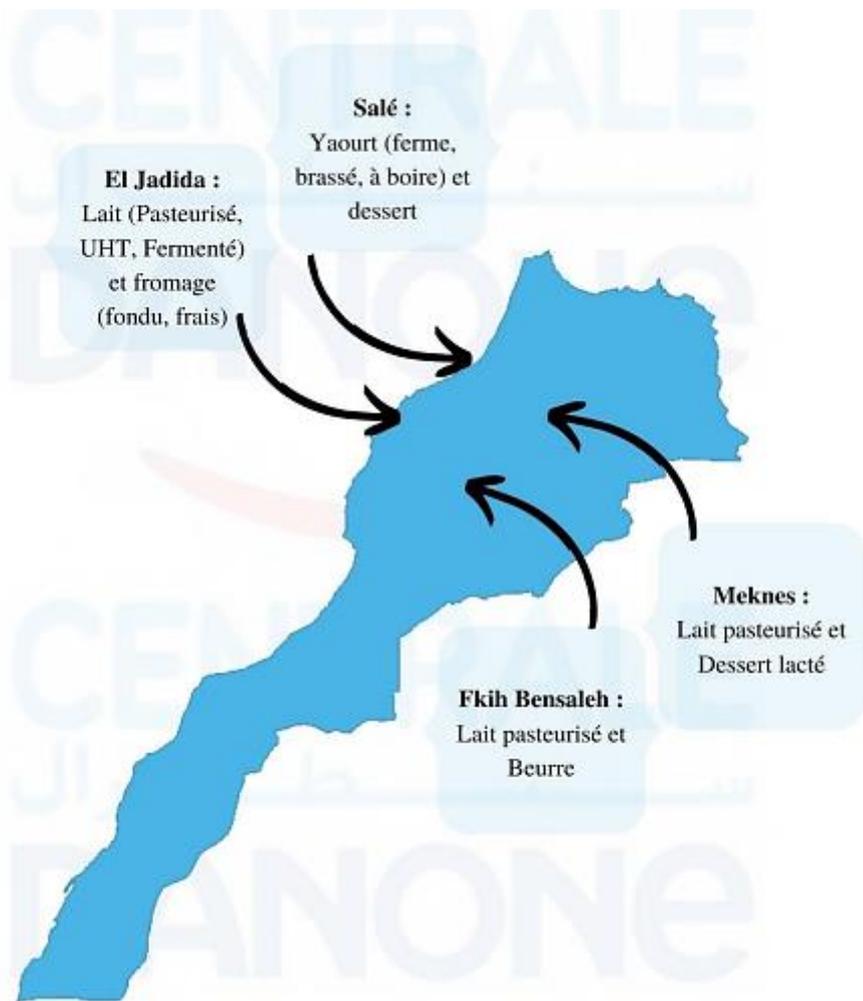


Figure 1 : Sites de production de Centrale Danone

La centrale laitière dispose d'un réseau de distribution solide ; Composé d'une flotte de 600 camions, dessert plus de 42 000 points de vente situés dans les différentes régions du Maroc.

La société a implanté des agences commerciales dans les principales villes marocaines : Salé, Rabat, El Jadida, Fkih Ben Saleh, Mekhnès, Fès, Tanger, Casablanca, Marrakech, Safi, Agadir et d'autres.

2. Historique

Avant l'indépendance du Maroc, en 1940, La Centrale laitière a été créée par la compagnie continentale du Maroc sous le protectorat français.

On en fabrique des produits laitiers frais, sains et accessibles pour des générations de familles marocaines.

En 1953, Centrale Laitière est devenue la première franchise internationale du groupe Danone dans le monde.

L'année 1966 a connu le lancement de Jamila. Un produit mythique élaboré à partir de lait frais et de grenade.

Il se vendait particulièrement bien dans le quartier Jamila, à Casablanca, il fut décidé de baptiser le produit selon le quartier de son premier succès populaire.



Figure 2 : Création de Jamila en 1966

Et après l'indépendance, Centrale Laitière rentre dans le giron de l'État.

Mais ce n'est qu'en 1981 que l'État la cède à la holding Groupe ONA. En 1998, Danone en partenariat avec la holding signe son grand retour et met à contribution son expertise pour commercialiser ses yaourts.

En 2012, la Centrale laitière retombe dans les mains de Danone. La multinationale française rachète 37,8 % de la Centrale laitière à la SNI, holding majoritairement détenue par la famille royale du Maroc.

En avril 2013, Danone devient actionnaire majoritaire dans le capital de Centrale Laitière.

Le 3 novembre 2014, le groupe Danone monte à 90,9 % de participation dans la Centrale laitière après l'acquisition de près de 22 % de capital supplémentaire pour 278 millions d'euros, auprès de la SNI.

Ce changement d'actionnariat sera suivi, en 2015, par le fait de sceller matériellement leur union avec le changement de raison sociale de l'entreprise et un nouveau logo qui lie physiquement les deux entités en une nouvelle : Centrale Danone, filiale d'un groupe international avec des racines marocaines fortes et solides.

3. Les produits de la Centrale Danone

Dans ces 4 différents sites, Centrale Danone produit 9 catégories de produits.

On distingue : produit brassé, produit ferme, drinks, jus, dessert, produit UHT, lait pasteurisé, beurre, fromage.



Figure 3 : Les produits de Centrale Danone

III. Centre Pilote R&I

1. Organigramme du service R&I

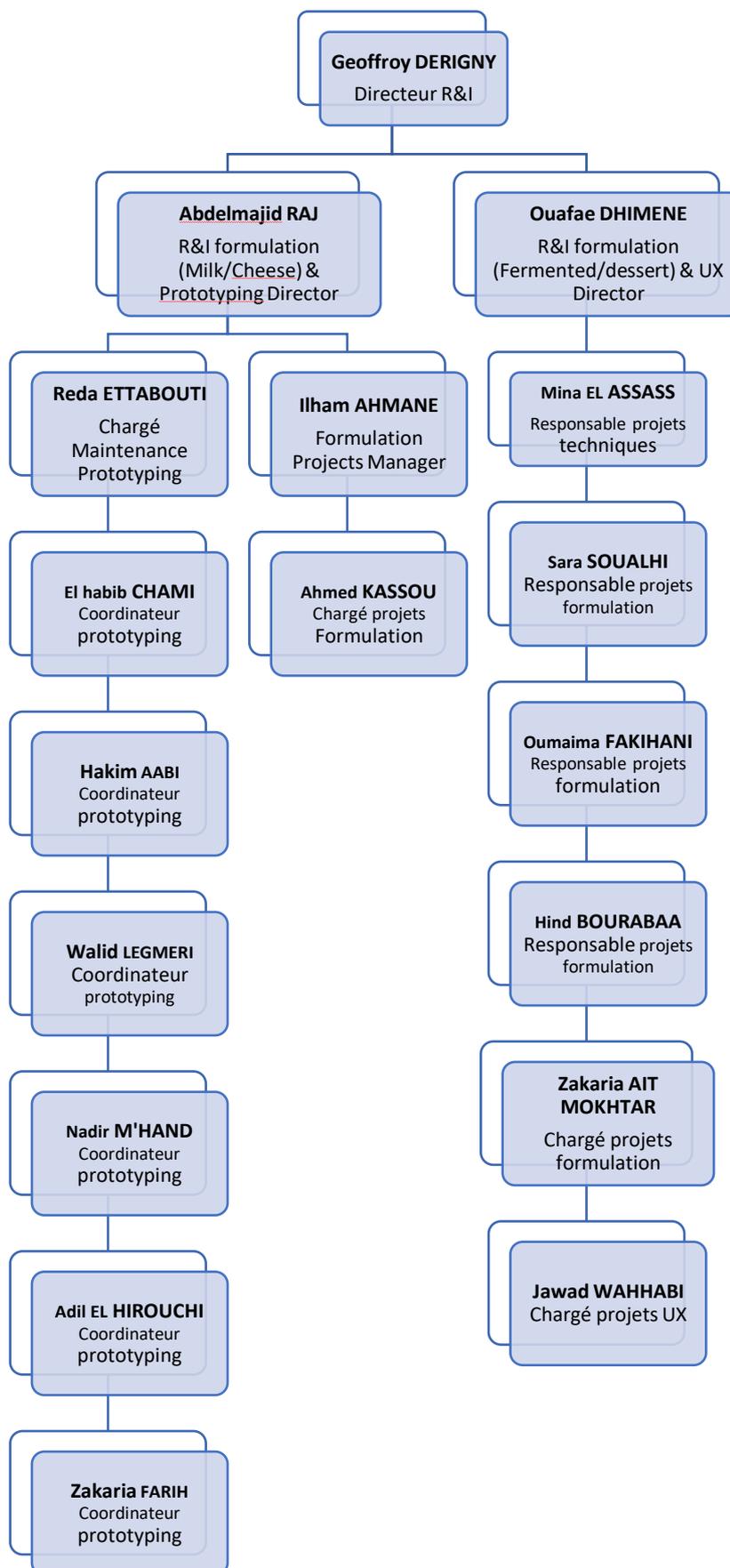


Figure 4 : Organigramme Service R&I

2. Présentation du Centre Pilote R&I

En collaboration avec les différents départements de la Centrale Danone, le département Recherche et Innovation est chargé de piloter la politique d'innovation de l'entreprise. Au sein du service de Recherche et Innovation, différents essais pilotes sont réalisés afin d'atteindre l'objectif fixé par l'ensemble des collaborateurs (service R&I, le service marketing...).

L'équipe R&I participe à la recherche et au développement des produits. Du laboratoire à la production, elle réalise les essais et communique les résultats aux différents chefs de projets des Pôles. Le Centre R&I est composé de quatre pôles, qui planifient et font les demandes des essais :

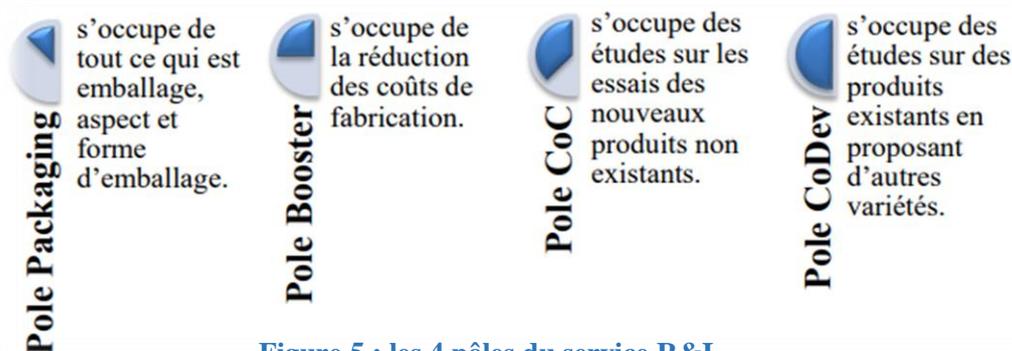


Figure 5 : les 4 pôles du service R&I

3. Organisation du Centre Pilote

Le centre pilote R&I est une usine à échelle pilote, où on effectue les différents essais demandés par les chefs de projets.

Le Processus de fabrication est polyvalent, il convient à la fabrication de toutes les catégories de produits (brassé, ferme, drinks, crème sucré et dessert lactés).

Il comporte une salle de production avec une capacité de production de 200L/h, composé de différentes sections qui fonctionnent sous une supervision télé surveillée (salle de contrôle) :

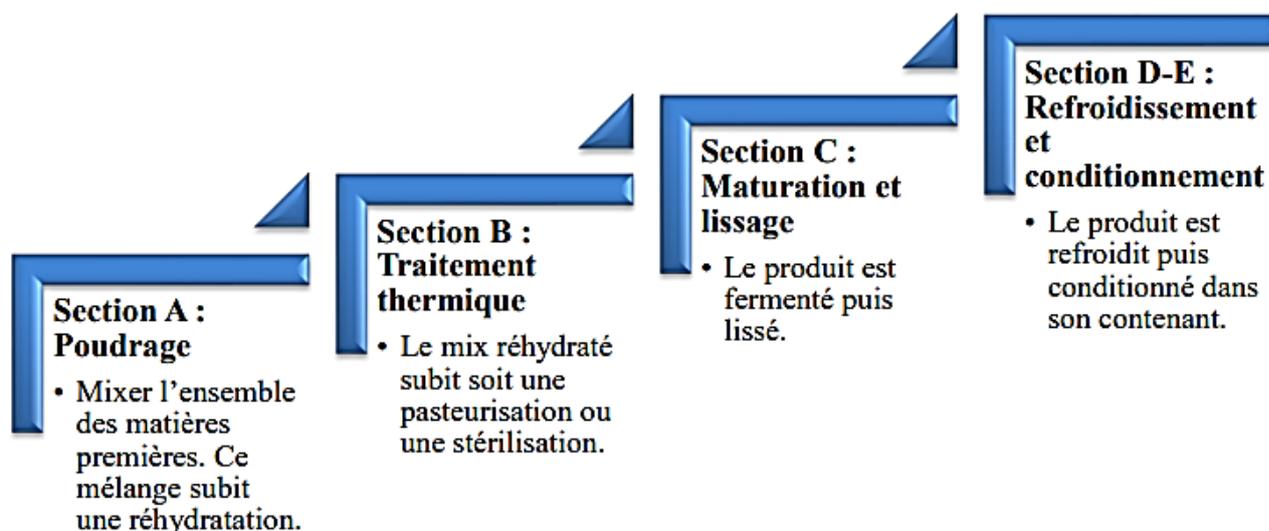


Figure 6 : Ligne de production du Centre Pilote R&I

- La section A : deux tanks (TR1, TR2)
- La section B : Homogénéisateur (débit de 160L/h), un réservoir ou bac de lancement (RS) vers lequel est soutiré le mix poudré, un fondoir réservé aux essais dont la formule contient du beurre, des échangeurs de chaleur et un chambreur ;
- La section C : Quatre tanks de maturation (TMA, TMB, TMC, TMD).

- La section D-E : Système statique à filtre et dynamique à pompe YSTRAL, deux tanks de stockage (TT) et d'une conditionneuse (ILPRA).

Afin de réduire le nombre des essais sur le 200L/h et de permettre aux chefs des projets d'avancer rapidement dans leurs travaux d'innovation et d'accélérer le processus de formulation, le centre pilote disposait d'une autre salle de production avec une capacité de 60L/h qui vient d'être décortiquée pour installer des payasses où effectuer des montages laboratoire qui nécessitent de la manipulation manuelle.

Parmi les points forts du centre pilote, la chambre à 4°C qui permet d'assurer la qualité organoleptique du produit fini et la chambre à 10°C qui permet d'assurer un bon suivi du produit fini au cours de son vieillissement.

Le Centre Pilote R&I dispose d'un laboratoire d'analyses physico-chimiques équipé par les dernières techniques d'analyse pour le suivi des fabrications, la caractérisation et le stress test des produits finis. Cependant, l'ensemble des analyses microbiologiques est sous-traité au laboratoire de contrôle qualité de l'usine El Jadida.

Une station de NEP est installée afin de permettre le nettoyage en place des différents équipements et lignes de production.

L'équipe du Centre Pilote R&I est dotée d'une formation en technologie agroalimentaire, capable d'assurer les opérations de transformation laitière avec un maximum d'attention et d'observation.

4. Etapes de développement des produits laitiers

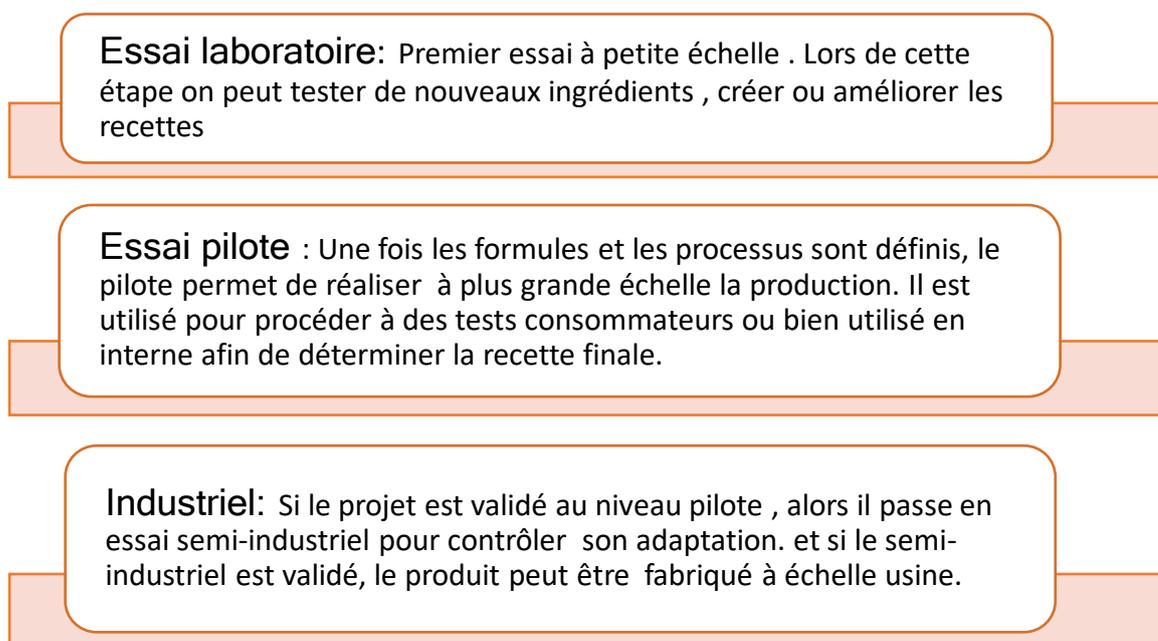


Figure 7 : Etapes de développement des produits laitiers

IV. Processus de fabrication

Les membres de l'équipe du Centre Pilote R&I prennent en charge le processus de production dès la matière première jusqu'au produit fini.

La cadence de production est déterminée par les commandes des chefs de projets et selon la disponibilité de l'installation.

Les produits finis sont suivis en permanence par le responsable qualité du Centre Pilote R&I. La réalisation des essais se résume comme suit :

1. Poudrage

Le poudrage est la première opération dans la production, il s'effectue dans le tank de poudrage.

Son objectif est de mixer l'ensemble des matières premières.

Ce mixage est réalisé à l'aide d'un vortex en circuit fermé sous une grande agitation (140RPM).

Ce mix est une recette composée essentiellement de l'eau, du lait écrémé, de la crème et d'autres ingrédients dépendants de la recette de fabrication. Après refroidissement, la crème est ajoutée pour s'assurer du non-barattage de celle-ci sous les effets de la température et de l'action mécanique.

Ce mélange peut subir une réhydratation au cours de laquelle la totalité du mélange est récupérée dans le TR (bac de poudrage).

A la fin de la réhydratation, un échantillon est prélevé pour effectuer des analyses physicochimiques sur le mix afin de s'assurer de la conformité de la recette.

Après l'opération de poudrage, le lait poudré est acheminé vers un bac de lancement (RS) puis il est soutiré du bac grâce à une pompe centrifugeuse vers le préchauffage, homogénéisation, pasteurisation et refroidissement.

Le lait qui circule en premier doit servir comme pousse à l'eau du régime thermique vers l'égout jusqu'à l'absence de mouillage.

2. Préchauffage

Le préchauffage réalisé avant l'homogénéisation permet le gonflage des globules gras du lait et des grains d'amidons.

Pour permettre une bonne homogénéisation, le lait est chauffé à l'environ de 55°C.

3. Homogénéisation

Les globules gras du mix ont naturellement tendance à remonter en surface pour former une couche crémeuse, flottant sur la phase plus maigre du lait.

Cette propriété de la graisse pose un problème dans le cas du mix de consommation car la graisse flotterait dans le verre du consommateur ou resterait en partie collée à la paroi de la brique du mix.

Le procédé d'homogénéisation consiste à faire éclater les globules de matière grasse en fines particules.

Pour cela, on fait passer le mix au travers d'une buse avec une pression prédéfinie.

La température et la pression déterminent la taille des globules gras résultant de ce traitement.

Ainsi, celles-ci ne remontent pas à la surface, mais se répartissent de façon homogène dans la phase aqueuse du mix, ce qui empêche la séparation de la crème même après un entreposage de plusieurs jours.

4. Traitement thermique

1. Pasteurisation

La pasteurisation, est le traitement thermique du mix le plus « doux », il consiste à chauffer le lait à une température comprise entre 85 et 96 °C pendant six min, puis le refroidir immédiatement.

La pasteurisation a pour but la destruction des microorganismes pathogènes et les enzymes responsables de l'autolyse.

2. Stérilisation

Lors du traitement UHT, Le mix est porté quasi instantanément à une température très élevée (entre 140 et 150°C) pendant un temps très court (de deux à cinq secondes).

Le produit est considéré comme stérile et un grand nombre d'enzymes sont inactivés.

Il permet d'une part de conserver le lait très longtemps, environ trois mois, et d'autre part il entraîne une légère modification du goût.

3. Chambrage

Le Chambrage, temps de séjour dans un serpentant calorifugé, est un processus dans lequel le lait séjourne à température voisine de celle de la pasteurisation pendant un temps limité afin d'assurer une parfaite homogénéité thermique.

5. Fermentation

La fermentation du mix est une opération primordiale qui se fait moyennant l'activité des bactéries lactiques.

Le produit est stocké dans des tanks de maturation où on y ajoute des bactéries lactiques consommant le lactose et produisant de l'acide lactique.

Après l'écoulement du temps de fermentation, le produit doit avoir un pH inférieur à 5,5.

Le produit prendra alors la forme d'un gel yaourt en fin de fermentation. Les produits étuvés et brassés prennent deux chemins différents, leurs paramètres de fabrication sont différents.

6. Lissage et refroidissement

Quand le produit brassé atteint le pH d'écaillage, on actionne les agitateurs avec une faible agitation (10RPM/180s) pour bien mélanger la masse produite et ne pas influencer la viscosité.

Puis, le produit passe à l'opération de lissage qui s'effectue en faisant passer le produit dans un filtre.

Ensuite, le produit est refroidi en passant dans un échangeur à plaques et est stocké dans des Tanks Tampon.

7. Conditionnement

Le conditionnement des produits étuvés et des brassés consiste à mettre le produit dans son contenant.

La différence entre les produits étuvés et brassés est le conditionnement.

Pour des brassés le conditionnement s'effectue après fermentation, lissage et refroidissement. En revanche, les produits étuvés sont conditionnés juste après la mise des ferments dans le tank.

La fermentation se fait alors dans des étuves (chambre à température de 42°C) où ils sont stockés pendant quelques heures pour atteindre le pH voulu.

8. Fin de la production : Refroidissement

Après le conditionnement, les produits sont déplacés dans une cellule de refroidissement pour atteindre une température de 4°C au cœur du produit pendant un maximum de deux heures.

C'est une exigence organoleptique du produit fini.

Puis ils sont stockés dans la chambre froide à 10°C.

Pendant tous son vieillissement (date limite de consommation), une quantité du produit est prise pour les analyses microbiologiques, une autre quantité est utilisée pour les analyses stress test.

Après délibération et analyse physicochimique (viscosité et pH), si le produit ne présente aucun danger, il est envoyé vers les chefs de projet au siège de la Centrale Laitière pour des tests sensoriels ou des tests de consommateur.

9. Contrôle après production : Stress test

Le stress-test est une opération qui consiste à mettre le produit dans les étuves à des températures entre 25 et 30°C pendant 3, 5 ou 7 jours. Ce couple temps-durée est une condition idéale pour la prolifération microbienne.

Le but de cette opération est de déterminer si le produit avait été contaminé lors de sa production par des moisissures et/ou par des levures à cause d'un mauvais nettoyage en place, mauvais traitement thermique ou mauvais nettoyage et désinfection des mains des techniciens.

10. Nettoyage en place

Vu les risques que peuvent engendrer les équipements de fabrication non nettoyés, il est de nos jours obligatoire d'effectuer un nettoyage en place après production.

Cette étape devenue une exigence indispensable pour toute usine agroalimentaire souhaitant proposer des produits sains, voulant être en phase avec ce qui se fait mondialement en termes d'hygiène et de qualité, notamment pour les industries agroalimentaires.

Le centre dispose d'une station nettoyage en place (NEP), qui assure le nettoyage de tous les équipements.

Les zones difficiles d'accès par NEP sont appelées « zones mortes », celles-ci sont nettoyées manuellement.

Chapitre 2 : Revue Bibliographique

I. Recherche et innovation

Avant de commencer la présentation de l'étude bibliographique des différents aspects de notre sujet, nous allons tout d'abord présenter le domaine de la recherche et de l'innovation, et comment ce domaine est mis en avant dans le Groupe Danone.

La recherche et le développement expérimental (R&D) comprennent des activités créatives et systématiques pour accroître les systèmes de connaissances (y compris les connaissances humaines, culturelles et sociales) et concevoir de nouvelles applications basées sur les connaissances existantes (OCDE, 2016)

Le domaine de Recherche & Développement regroupe l'ensemble des processus d'innovation, qui sont les applications industrielles et commerciales d'une invention ou d'une découverte.

Et c'est donc l'ensemble des phases permettant de passer du laboratoire de recherche à la production industrielle en usine.

Ce domaine englobe trois types d'activités :



Figure 8 : Les 3 types d'activités de la recherche et innovation

Pendant longtemps, la conception des activités de R&D a été dominée par une expression, c'est à-dire, d'une part, les scientifiques qui produisent des connaissances de base, et d'autre part, les industriels qui appliquent ces connaissances au marché. (CALLON & LATOUR, 1990)

La recherche et l'innovation repose sur 5 aspects (Schumpeter, 1911), on distingue :

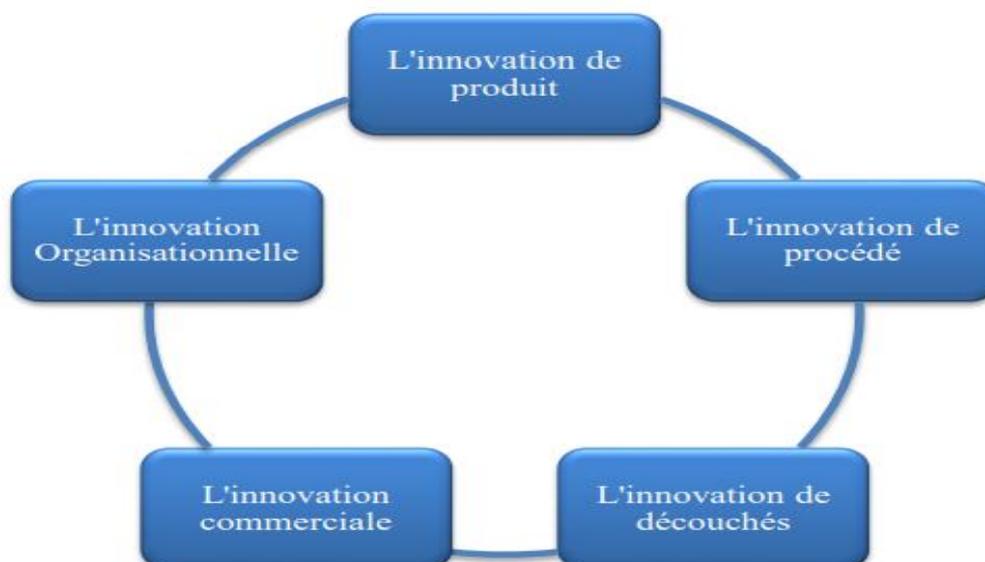


Figure 9 : Types de l'innovation selon Schumpeter

Chaque type a des caractéristiques et des missions différentes :

- ✓ L'innovation de produit : mettre sur le marché de nouveaux produits ou de produits améliorés ;
- ✓ L'innovation de procédé : utiliser des nouvelles méthodes de production ;
- ✓ L'innovation de débouchés : découvrir des nouveaux débouchés pour les produits existants ;
- ✓ L'innovation commerciale : utiliser des nouvelles techniques et méthodes de commercialisation ou de distribution ;
- ✓ L'innovation organisationnelle : évoluer la structure ou le fonctionnement de l'entreprise.

Au sein du Groupe Danone, l'innovation et la recherche sont très mises en avant.

Après un siècle de changements révolutionnaires de goûts et de modes de vie en constante évolution, l'entreprise continue d'innover pour fournir une série d'aliments et de boissons uniques aux consommateurs dans le monde, encourageant ainsi les pratiques les plus saines et les plus durables. (Danone, 2019)

II. Généralités sur le Lait

1. Définition

Le lait était défini en 1908 au cours du congrès international de la répression des fraudes à Genève comme étant « Le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Le lait doit être recueilli proprement et ne doit pas contenir du colostrum ». (S.POUGHEON & J.GOURSAUD, 2001)

Sa composition et les caractéristiques physico-chimiques varient sensiblement selon les espèces animales, et même selon les races.

Ces caractéristiques varient également au cours de la période de lactation, ainsi qu'au cours de la traite. Il est caractérisé par différentes phases à savoir : (RAHALI & MENARD, 1991)

- ✓ Phase aqueuse contenant en solution des molécules de sucre, des ions et des composés azotés ;
- ✓ Phase colloïdales instables, constituées de deux types de colloïdes protéiques ;
- ✓ Globules gras en émulsion dans la phase aqueuse.

Le lait doit être en outre collecté dans de bonnes conditions hygiéniques et présenter toutes les garanties sanitaires. Il peut être commercialisé en l'état mais le plus souvent après avoir subi des traitements de standardisation lipidique et d'épuration microbienne pour limiter les risques hygiéniques et assurer une longue conservation. (Jeantet, Croguennec, Mahaut, Schuck, & Brulé, 2008).

2. Etapes de la transformation laitière

1. La traite

D'abord, la traite des vaches, choisies pour la qualité et la quantité de leur lait, délivre des volumes de lait qui sont collectés, réfrigérés, puis analysés, pour être acheminés par la suite vers le marché. Cependant, le transport à partir de la ferme doit être fait par des camions-citernes isothermes pour permettre une protection maximale dans le but de garder toutes ses qualités.

2. Réception

Il faut vérifier la saveur du lait avant son transvasement ainsi que sa température (4°C maintenue juste après la traite jusqu'à l'arrivée à l'usine). Par conséquent, à la réception du lait, des analyses de qualité doivent être faites :

- Test des sédiments : La qualité du lait est déduite en fonction des impuretés visuelles.
- Test de la Résazurine : la Résazurine est un colorant bleu. Sa décoloration est proportionnelle au nombre de bactéries présentes dans le lait.

- Dénombrement des cellules somatiques : L'animal souffre de mammites si le nombre de ces cellules est supérieur à 500 000 par chaque millilitre de lait.
- Dénombrement microbien : L'énumération des bactéries totales peut donner une idée du pouvoir de conservation du lait pasteurisé.
- Taux protéique : Ce taux est mesuré par infrarouge.
- Taux butyrique : Ce taux est mesuré par la méthode de Gerber.
- Point de congélation : Le lait normal a un point de congélation de -0.54 à -0.59°C . Notons que plus l'eau est ajoutée, plus le point de congélation est plus grand.

3. Clarification

Afin d'en extraire les particules les plus denses (débris cellulaires, leucocytes et matières étrangères), le lait est soumis à une forte centrifuge.

4. Standardisation

En effet, l'industrie laitière est dans l'obligation de respecter les normes établies pour chacune de ces teneurs. Ainsi, la standardisation est la technique utilisée pour respecter cette réglementation.

En conséquence, ce procédé, plus ou moins automatique, consiste à mélanger deux produits dont on connaît le taux de matière grasse, grâce à un clarificateur-séparateur-normalisateur.

Ce dernier permet de mélanger le lait écrémé et la crème séparés dans un premier temps.

5. Homogénéisation du lait

Il s'agit d'une opération ayant pour objectif la stabilisation d'une émulsion à travers un procédé physique. En effet, elle est pratiquée afin de stabiliser la phase grasse du lait et éviter la montée de la crème, et ce en faisant éclater les globules de la matière grasse en fines particules.

Ainsi, ces dernières se répartissent de façon homogène dans la phase aqueuse du lait et ne remontent pas à la surface, ce qui empêche la séparation de la crème, même après entreposage.

Le lait est homogénéisé mécaniquement. En effet, il est forcé dans un étroit orifice annulaire, avec une pression d'environ 100 bars pour le lait destiné à la pasteurisation, et une pression qui s'élève à 250 bars pour le lait qui sera chauffé à ultra haute température (UHT). Par conséquent, la taille des globules gras qui en résultent est déterminée par la température et la pression.

6. Traitements thermiques

a. Pasteurisation

Le lait subit un certain nombre de traitements thermiques, on en cite : la pasteurisation. En effet, cette dernière vise à réduire le nombre de micro-organismes présents dans l'aliment de façon significative, de manière à assurer son innocuité et une plus longue conservation.

Lait pasteurisé : Un lait ayant subi un traitement thermique approprié permettant la destruction totale des germes pathogènes et presque la totalité de la flore banale qu'il contient tout en préservant au maximum ses caractéristiques physico-chimiques, organoleptiques et sa valeur nutritive.

Ainsi, elle est réalisée par un traitement impliquant :

- Une température élevée pendant une courte période (un minimum de 72°C pendant 15 secondes), où
- Une température modérée pendant une longue période (un minimum de 63°C pendant 30 minutes).

Cependant, certains organismes résistent à la chaleur. Le plus résistant est le bacille tuberculeux (B.T). Il est donc considéré comme l'organisme indicateur de la pasteurisation : tout traitement thermique détruisant le B.T peut être considéré comme détruisant tous les autres pathogènes du lait.

b. Stérilisation

Après standardisation de la matière grasse, homogénéisation et chauffage, le lait est conditionné dans des récipients propres -notamment des bouteilles en verre ou en plastique pour le lait et des boîtes pour le lait concentré. Par ailleurs, le produit chauffé est transféré à des autoclaves en production discontinue, ou à un stérilisateur hydrostatique à colonnes en production continue.

Deux couples temps/température peuvent être appliqués :

- 120°C pendant 20 minutes, où
- 140°C pendant 4 secondes, dans le cas de la stérilisation UHT.

c. Traitement UHT

En effet, il s'agit d'un procédé continu qui s'effectue dans un circuit fermé englobant des phases successives rapides de chauffage et de refroidissement, pour empêcher toute contamination du produit par les micro-organismes en suspension dans l'air.

Ainsi, deux méthodes sont utilisées dans ce traitement :

- Chauffage direct par injection de vapeur ou infusion du lait dans la vapeur et refroidissement par détente-flash sous vide.
- Chauffage et refroidissement indirect dans des échangeurs de chaleur.

Pour rappel, la valorisation du lait se fait à travers sa consommation et sa transformation en produits laitiers. Seuls les procédés physiques et les réactions biochimiques sont utilisés dans cette transformation, aucun traitement chimique n'est mis en œuvre. En parallèle, de plus en plus de produits laitiers à forte valeur ajoutée sont mis sur le marché et exploités dans plusieurs industries. (AgriMaroc.ma, 2019)

III. Les grandes étapes de la fabrication des yaourts

Définition

La dénomination "yaourt" ou "yoghourt" est réservée au lait fermenté obtenu, selon les usages loyaux et constants, par le développement des seules bactéries lactiques thermophiles spécifiques dites *Lactobacillus bulgaricus* et *Streptococcus thermophilus*, qui doivent êtreensemencées simultanément et se trouver vivantes dans le produit fini, à raison d'au moins 10 millions de bactéries par gramme rapportées à la partie lactée. (Décret n°88-1203, 1988)

1. Prétraitement du lait

a. Stockage et réception

Le lait frais, collecté au plus tard 72 heures après la traite, arrive en camions-citernes réfrigérés à l'unité de production.

Il est contrôlé lors de la réception, pompé et filtré pour éliminer les résidus solides (paille, feuilles, terre), puis stocké à froid (< 5°C) dans des tanks stériles.

Il s'agit de cuves en inox de grand volume (jusqu'à 100 000 L), avec une double enveloppe permettant de maintenir le lait au froid. La circulation d'eau froide dans la double enveloppe n'est cependant pas nécessaire pour maintenir une basse température sur des durées de stockage courtes (3 jours maximum).

Une légère thermisation à 60-65 °C, au moyen d'un échangeur à plaques, peut être pratiquée si le lait est stocké plus d'une journée à l'usine.

b. Standardisation

Le lait de vache est constitué d'eau, de lactose, de matières grasses, de matières azotées protéiques (caséines et protéines sériques), non protéiques, et de minéraux.

Sa composition moyenne peut varier selon la race, l'alimentation, et le stade de lactation de l'animal. En fabrication de yaourt, le lait doit être standardisé en matières grasses, enrichi en protéines, et éventuellement sucré, pour répondre aux spécifications nutritionnelles et organoleptiques des produits.

Tableau 1: Composition moyenne du lait de vache exprimée en g par 100g

Composant	Teneur
Eau	87,8
Lactose	4,8
Matières grasses	3,9
Matières azotées	3,2
<i>dont caséines</i>	2,6
<i>protéines sériques</i>	0,5
<i>azote non protéique</i>	0,1
Minéraux	0,7
<i>dont calcium</i>	0,12
<i>phosphore</i>	0,09
<i>potassium</i>	0,14

✓ **Standardisation en matières grasses**

La teneur en matières grasses du lait cru varie entre 3,8 et 4,2 %. Les teneurs en matières grasses des yaourts du commerce sont comprises entre moins de 1 % pour les yaourts maigres, à 3,5 % pour les yaourts au lait entier, voire plus pour certaines références, comme le « yaourt à la grecque ».

Il est donc nécessaire de standardiser le lait de fabrication à la teneur en matières grasses souhaitée pour le produit fini. Pour cela, le lait est tout d'abord écrémé, puis mélangé avec la crème dans les proportions souhaitées.

✓ **Enrichissement en protéines**

La teneur en matières azotées totales du lait de vache, exprimée en équivalent protéines, fluctue pendant l'année entre 2,9 et 3,7 %.

En conséquence, le lait standardisé en matières grasses doit être enrichi en protéines laitières pour former un yaourt consistant et exempt de synérèse.

Les quantités de protéines ajoutées sont variables et dépendent de la texture recherchée (yaourt à boire, yaourt ferme, yaourt brassé, yaourt à sucer).

Les taux protéiques finaux sont compris entre 3,2 et 5 %.

En pratique, l'ajout de protéines laitières se fait de diverses manières. Historiquement, le lait était chauffé longuement avant la fermentation, afin de permettre une évaporation partielle, conduisant à une réduction au deux-tiers du volume initial, soit un taux protéique de 5 %.

Cette pratique est maintenant marginale.

Actuellement, il est plus courant de fortifier le lait par des ajouts de lait concentré, de poudre de lait écrémé, ou de lacto-remplaceurs (rétentat de lait, lactosérum, concentrés de protéines sériques, caséinates).

✓ **Addition éventuelle de sucre**

Le lait peut être additionné de sucre avant la fermentation, à hauteur de 5 à 10 %. Cette addition conditionne le choix des ferments, car certaines souches sont sensibles à la diminution de l'activité de l'eau qui résulte de cette opération.

Parfois, le sucre est apporté en deux fois, une partie avant la fermentation, une partie après, pour ne pas ralentir l'acidification.

c. Homogénéisation

Le lait standardisé en matières grasses et enrichi en protéines, éventuellement sucré, constitue le mix de fabrication.

Il est homogénéisé afin de réduire la taille des globules gras. Cette opération est indispensable pour éviter la remontée des matières grasses pendant la fermentation.

Elle permet aussi d'augmenter la viscosité du yaourt et de réduire le phénomène d'exsudation de sérum (ou synérèse) pendant le stockage du yaourt ferme. Enfin, elle confère un aspect plus blanc au lait et, par conséquent, au yaourt.

d. Traitement thermique et refroidissement

Le traitement thermique appliqué au mix est toujours drastique.

Il vise à réduire la charge microbienne et à améliorer les propriétés physiques du yaourt (viscosité, capacité de rétention d'eau).

Son objectif est de dénaturer 80 % de la fraction protéique sérique, soit totalement l' α -lactalbumine et la β -lactoglobuline, pour assurer une bonne texture du produit fini.

En effet, l'état physique des protéines sériques entraîne des répercussions majeures sur la consistance des gels lactiques.

Quand elles sont dénaturées, les deux principales protéines du sérum, l' α -lactalbumine et la β -lactoglobuline, se fixent à la surface des micelles de caséine par l'intermédiaire de ponts disulfure.

De ce fait, elles empêchent la fusion des micelles au moment de l'acidification, évitent la formation d'agrégats de grande taille et de larges pores dans le caillé lactique. Les risques de synérèse sont alors réduits

Les barèmes de traitement thermique sont variables selon les installations : 30 min à 85 °C, 5 min à 90-95°C, ou 3s à 115 °C.

Le traitement le plus courant est un chauffage à 92 °C pendant 5 à 7 min, avec un débit de circulation compris entre 4 000 et 20 000 L · h⁻¹.

Le maintien du lait à 92 °C pendant 5 à 7 min est réalisé dans une section de chambrage située à l'extérieur de l'échangeur.

À l'issue du traitement thermique, le lait est refroidi à la température de fermentation.

2. Fermentation du lait

a. Mise en œuvre de la fermentation

L'ensemencement est effectué dans un lait préalablement porté à la température de fermentation, laquelle dépend des bactéries lactiques utilisées.

Elle est de 40 à 45 °C dans le cas du yaourt.

Le rapport entre les différentes espèces et souches bactériennes en présence influe fortement sur la cinétique de fabrication.

Pour le yaourt, un rapport 1.1 en volume, entre *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus bulgaricus*, est généralement recommandé.

En réalité, chaque fabricant travaille dans des conditions qui lui sont propres, en privilégiant plutôt l'impact de chaque association sur les caractéristiques finales du produit.

Selon le type de yaourt produit, ferme ou brassé, la fermentation se déroule dans des pots ou dans des tanks de fermentation dont la forme, la taille et l'instrumentation varient.

Dans le cas du yaourt ferme, la coagulation se tient directement dans le pot, après conditionnement aseptique. L'inoculation et, éventuellement, l'ajout d'arômes ou de colorants sont réalisés dans le lait. Si nécessaire, des préparations de fruits sont apportées directement dans le pot. Puis, le laitensemencé est distribué dans les pots qui sont ensuite rapidement scellés, incubés et refroidis. L'incubation est conduite soit en chambres chaudes, avec une circulation forcée d'air chaud, puis d'air froid pour le refroidissement, soit en tunnels, dont la longueur et la vitesse de déplacement des palettes contenant les pots de yaourts dépendent de l'acidité du produit recherchée.

Dans le cas des yaourts brassés, la fermentation est effectuée dans la cuve de fabrication. En fin de fermentation, le gel est éventuellement brassé dans la cuve, puis pompé pour être refroidi et conditionné. La cuve peut être soit multifonctions (traitement thermique du lait, fermentation, refroidissement), soit uniquement dédiée à la fermentation, soit prévue pour la fermentation et le refroidissement.

b. Contrôle et arrêt de la fermentation

La première condition opératoire à contrôler pendant la fermentation est la température de culture. Au cours de la fermentation du yaourt, la température est maintenue entre 40 et 45 °C, ce qui correspond à l'optimum pour la culture mixte de *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus bulgaricus*.

La durée de l'incubation est la deuxième condition essentielle à bien maîtriser. Cette durée est de 3 h pour un yaourt inoculé avec un rapport correct entre les coques et les bacilles, à plusieurs heures pour d'autres laits fermentés (12 à 16 h pour des fermentations mésophiles conduites à 30 °C).

La maîtrise de la durée de fermentation assure un arrêt de la culture à un pH donné et évite une acidification trop poussée.

Pour la production de yaourts brassés, un contrôle du niveau de remplissage de la cuve et de pompage du coagulum est effectué. Les cuves de fermentation sont en outre équipées d'une sonde de température et éventuellement d'une ou deux électrodes de pH.

3. Traitements post-fermentaires

a. Brassage du coagulum

Le brassage du coagulum, qui intervient uniquement en production de yaourts brassés, est réalisé avant le refroidissement. Il est effectué soit par brassage lent, à l'aide d'hélices marines, dans la cuve de fermentation, soit, le plus souvent, par pompage du gel, en amont de l'échangeur thermique. Afin de lisser le gel et d'éviter la présence de grains dans le produit, le coagulum peut passer au travers d'un filtre ou traverser une tête de lissage

b. Refroidissement

Le refroidissement doit permettre de passer rapidement de 40-45 °C à 4°C, afin de bloquer le plus rapidement possible les activités métaboliques et enzymatiques et de limiter les problèmes de post-acidification.

Il débute dès que le produit a atteint l'acidité désirée et se déroule, selon les cas, en une ou deux phases. Sa durée est généralement comprise entre 30 min et 1 h.

Pratiquement, dans le cas du yaourt, le refroidissement est initié lorsque la teneur en acide lactique atteint 0,8 à 1 %, de telle sorte que l'acidité finale du produit refroidi ne dépasse pas 1,2 à 1,4 %.

Concernant les yaourts fermes, le refroidissement est réalisé soit, dans des chambres froides, par circulation d'air refroidi soit, dans des tunnels de refroidissement.

Les pots sont ensuite maintenus à basse température pendant leur stockage, leur transport et lors de leur distribution.

Dans le cas des produits brassés, le refroidissement est conduit en deux étapes. Une première phase de refroidissement amène le lait fermenté de 40-45 °C à environ 20 °C.

Le produit est conditionné à cette température puis subit un second refroidissement en pot, qui abaisse sa température à 4 °C.

Cette méthode présente l'intérêt de conditionner le produit à 20 °C plutôt qu'à 4 °C, et donc à une viscosité moindre, ce qui permet de le conditionner plus rapidement et de limiter les dommages structuraux sur le gel.

4. Conditionnement

Le conditionnement est réalisé soit dans des emballages préfabriqués dans des usines spécialisées (pots en verre, coupes ou bouteilles en plastique rigide obtenues par moulage) soit dans des emballages formés directement sur la machine de conditionnement (pots en plastique semi-rigide).

Lorsque les emballages ne sont pas formés sur place, ils sont décontaminés avant remplissage par exposition aux rayons ultraviolets ou par vaporisation de peroxyde d'hydrogène. Lorsque les pots sont formés sur place, le chauffage du plastique nécessaire à leur mise en forme suffit à les décontaminer.

Dans le cas des yaourts fermes aromatisés ou aux fruits, les arômes ou les préparations de fruits sont introduits dans les pots, avant l'addition du lait.

Pour les yaourts brassés aux fruits, les préparations de fruits sont ajoutées en ligne, avant le conditionnement, grâce à des mélangeurs statiques ou dynamiques. (C.BÉAL & I.SODINI, 2019)

IV. Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires

L'amidon constitue la principale source d'énergie pour la vie animale et 50 % de l'amidon produit industriellement sont destinés à l'alimentation humaine.

C'est un composé nutritionnel abondant, renouvelable, peu coûteux, qui se trouve dans les aliments pour de multiples fonctions : épaississant, gélifiant, liant sous sa forme d'empois d'amidon granulaire et comme matières sucrantes, liantes, support lorsqu'il est employé sous forme hydrolysé.

1. Composition de l'amidon

Les unités D-glucosyl (conformation chaise) sont liées majoritairement par des liaisons de type α (1,4) (95 – 96 %) et, dans une moindre mesure, par des liaisons de type α (1,6) (4 – 5 %).

L'amidon est composé de deux polymères de structure primaire différente : l'amylose, molécule linéaire, et l'amylopectine, molécule ramifiée.

L'amidon se présente sous forme de granules de 1 à 100 μm ; ils varient en taille et en forme selon leur origine botanique.

Des composants mineurs (lipides, protéines, minéraux) sont présents en quantités variables en fonction de l'origine botanique et de la technologie d'extraction.

Tableau 2: Caractéristiques principales des amidons

Origine botanique	Forme	Diamètre (µm)	Humidité à 66 % HR et 20 °C	Amylose (%)	Amylopectine (%)
Céréales					
Blé	lenticulaire, rond	2 à 38	13	24 à 26	76 à 74
Maïs	angulaire, polyédrique	5 à 25	13	24 à 28	76 à 72
Maïs cireux	angulaire, polyédrique	5 à 25	13	< 1	> 99
Amylomaïs	sphérique déformé	4 à 22	13	70	30
Riz	polyédrique	3 à 8	13	17	73
Légumineuses					
Pois	réniforme	5 à 10	13	35	65
Tubercules					
Pomme de terre	ellipsoïdale	15 à 100	18	23	77
Manioc	rond, tronqué	5 à 35	13	17	83

a. Amylose

L'amylose représente 15 à 30 % de la plupart des amidons. C'est une molécule essentiellement linéaire composée d'unités D-glucose liées par des liaisons de type α (1,4).

Ces molécules linéaires peuvent être faiblement ramifiées. Elles comportent alors 2 à 8 chaînons latéraux constitués de 4 à 100 unités glucosyl, leur nombre augmente avec la longueur de la chaîne linéaire. Le comportement hydrodynamique de ces chaînons est semblable à celui de la partie linéaire.

Pour un amidon donné, l'amylose se compose de plusieurs chaînes présentant des degrés de polymérisation variables compris entre 500 et 6 000 unités glucose.

b. Amylopectine

L'amylopectine est le constituant principal de la plupart des amidons (70 à 100 %). Contrairement à la longue chaîne linéaire d'amylose, l'amylopectine est composée de multiples courtes chaînes d'unités glucose, reliées entre elles par des liaisons α (1,6) pour former une molécule arborescente.

À côté des liaisons α (1,4), 5 à 6 % de liaison α (1,6) seront à l'origine de ces ramifications. Les masses moléculaires se situent entre 107 et 108 Daltons.

c. Matériel intermédiaire

Des chaînes de structure intermédiaire entre l'amylose et l'amylopectine peuvent se retrouver dans certaines variétés d'amidon riches en amylose ; elles correspondraient à des formes imparfaites d'amylopectine. Ces molécules représenteraient environ 5 à 7 % dans l'amidon de blé.

d. Composants mineurs

Dans l'amidon granulaire purifié, les composants mineurs (protéines, lipides, minéraux) sont présents tant à la surface des granules qu'à l'intérieur.

Leurs concentrations varient en fonction de l'origine botanique et des procédés d'extraction.

Tableau 3: Composition des amidons

Amidon	Lipides (en %)			Protéines (%)	Éléments minéraux (%)	Phosphore (%)
	totaux	dont acides gras libres	dont lysophospholipides			
Céréales						
Maïs standard	0,61 à 0,65	0,30 à 0,53	0,16 à 0,35	0,35	0,10	0,02
Maïs cireux	0,23	0,03 à 0,04	0,12 à 0,75	0,25	0,10	0,01
Amylomaïs	1,11	0,38 à 0,67	0,26 à 0,61	0,5	0,20	0,03
Blé	1,12	0,03 à 0,05	0,86 à 1,36	0,25	0,30	0,06
Riz	1,04	0,22 à 0,50	0,41 à 0,86	0,44	0,30	0,03
Légumineuses						
Pois	0,19			0,18	0,5	0,04
Tubercules						
Pommes de terre	0,09	-	-	0,25	0,30	jusque 0,1
Manioc	0,1			0,10	0,2	0,01

2. Transformation hydrothermique des amidons

a. En milieu fortement hydraté

Le comportement de l'amidon dans une phase aqueuse est d'abord caractérisé par une phase stationnaire à 20°C dite : phase de sorption, puis une montée de la température jusqu'à 60°C environ, le grain de l'amidon capte l'eau et commence à gonfler.

Le chauffage d'une suspension aqueuse d'amidon, soumise à une agitation suffisante pour éviter la décantation, à une température supérieure à 60 °C, induit un gonflement irréversible des granules et conduit à leur solubilisation.

À une température donnée dite température de gélatinisation, le granule perd sa structure semi-cristalline et gonfle très rapidement sur une plage de température limitée de 1 à 1,5 °C ; le gonflement de tous les granules est obtenu sur une plage de température de 10 à 15 °C.

Au cours du gonflement des granules, l'amylose amorphe se solubilise dans le milieu.

L'empois d'amidon obtenu est composé de grains gonflés qui constituent la phase dispersée et, dans certains cas, de macromolécules solubilisées (principalement amylose) qui épaississent la phase continue.

Les propriétés rhéologiques de l'empois dépendent de l'importance relative de ces deux phases et du volume de gonflement des granules.

Si le chauffage de l'empois se poursuit, les grains résiduels éclatent et se dispersent mais la solubilisation n'est totale qu'au-delà de 100 °C.

La viscosité maximale est atteinte lorsque l'empois contient un grand nombre de grains très gonflés, la solubilisation totale des macromolécules et la disparition des granules se traduisent par la perte de viscosité.

Après cuisson, l'empois d'amidon deviendra au refroidissement plus visqueux et opaque ; si la proportion d'amylose est suffisante, il gélifiera, la fermeté du gel et la quantité d'eau relarguée ou synérèse augmenteront au cours du temps.

L'amidon cuit est facilement hydrolysable par les amylases. Les granules gonflés sont très peu résistants aux contraintes (mécaniques, thermiques ou acidité du milieu).

Lorsque l'amylose est complexée par des lipides endogènes ou exogènes, l'amidon présente un retard au gonflement lié à la non-solubilisation des complexes amylose lipide du granule d'où une pénétration de l'eau difficile.

L'empois n'est pas translucide mais opaque. Des températures supérieures à 90 °C permettront de solubiliser les complexes et d'obtenir le gonflement total des granules.

b. Rétrogradation (refroidissement de l'empois après cuisson)

L'abaissement de température obtenu lors du refroidissement de l'empois provoque une insolubilisation des macromolécules et une séparation de phases liées à l'incompatibilité des deux polymères amylose et amylopectine, puis leur recristallisation : c'est la rétrogradation.

c. Cuisson en milieu peu hydraté

En milieu peu hydraté, l'amidon se comporte comme un polymère thermoplastique, c'est-à-dire qu'il est possible d'obtenir un amidon fondu. L'eau joue le rôle de plastifiant pour l'amidon et diminue donc fortement les températures de transitions vitreuses. Quand la teneur en eau est faible, les changements d'états apparaissent à des températures élevées.

3. Amidons modifiés chimiquement

Après extraction, la suspension d'amidon peut être séchée, précuite ou soumise à des traitements chimiques pour fabriquer les amidons modifiés.

a. Amidons modifiés alimentaires

Les premières modifications chimiques visant à réticuler l'amidon furent réalisées après 1940 : le but recherché était de modifier la texture du maïs cireux pour la rendre équivalente à celle du manioc.

Les modifications de l'amidon ont été ensuite développées pour « corriger » les défauts des amidons natifs, c'est-à-dire pour les adapter aux besoins des industriels de l'alimentation et aux exigences des consommateurs.

Deux grands types de réaction peuvent être distingués :

- Réactions qui modifient la masse moléculaire du polymère : réactions de dégradation et réactions de réticulation,
- Réactions qui modifient les propriétés (sans modification majeure de leur masse moléculaire) : réactions de stabilisation et réactions de fonctionnalisation.

Pour un même amidon, plusieurs modifications peuvent être réalisées.

Les combinaisons autorisées de traitements conduisent à l'obtention des amidons suivants :

- Amidon oxydé acétylé : E1451 ;
- Phosphate de di amidon phosphaté : E1413 ;
- Phosphate de di amidon acétylé : E1414 ;
- Phosphate de di amidon hydroxypropylé : E1442 ;
- Adipate de di amidon acétylé : E1422.

Aux traitements chimiques peuvent être associés des traitements physiques qui, n'étant pas considérés comme modification, ne donneront pas lieu à des déclarations particulières.

Des traitements légers d'oxydation dits traitements de blanchiment sont utilisés pour améliorer la couleur (action sur les pigments), le goût et la qualité bactériologique des amidons.

Ces traitements sont repris par la législation (sur les traces d'oxydants résiduels), mais ces amidons ne sont pas considérés comme modifiés.

Ce type de traitement a également un effet « réticulant » des amidons et améliore donc leur résistance aux traitements industriels (cuisson, cisaillement...).

b. Réticulation

La réticulation consiste à créer des pontages inter- ou intramoléculaires dans le granule d'amidon.

L'opération est réalisée par ajout des agents de réticulation à la suspension d'amidon maintenue à une température inférieure à la température de gélatinisation.

L'évolution de la réaction est contrôlée par la mesure de la viscosité à la cuisson et lorsque l'opération est terminée, l'amidon est essoré et lavé pour éliminer les traces de réactif avant séchage.

Le taux d'agent réticulant, c'est-à-dire le nombre de pontages inter- ou intramoléculaire dans le granule d'amidon, est ajusté suivant la résistance qui doit être conférée à l'amidon : ce nombre varie environ de 1 pontage pour 3 000 unités glucose pour un amidon faiblement réticulé, à 1 pontage pour 300 unités glucose pour un amidon fortement réticulé.

Un faible niveau de réticulation induit des modifications importantes du comportement de l'amidon à la cuisson ; la mise en évidence analytique de ces pontages est difficile, aussi le niveau de réticulation est souvent caractérisé par une méthode indirecte comme la mesure de viscosité lors d'une cuisson dans l'eau en milieu acide.

Lors d'un traitement hydrothermique, le gonflement des granules d'amidon réticulé intervient à une température proche de la température de gélatinisation de l'amidon natif de référence.

Les modifications structurales accompagnant la gélatinisation, se retrouvent sur les amidons réticulés, mais la solubilisation du contenu granulaire se fait peu ou pas. Les pontages chimiques apportent une intégrité suffisante pour maintenir le granule à l'état de granule gonflé.

Le gonflement total des granules d'amidon réticulé est réduit du fait de la densification du réseau de liaisons dans le granule. Le volume de gonflement détermine la viscosité qui diminue pour un niveau de réticulation croissant.

Contrairement aux amidons natifs, les amidons réticulés gardent cet état de granules gonflés.

c. Stabilisation

Ce type de modification se fait par greffage de groupements acétate ou hydroxypropyle (ou phosphate, peu usité) sur les molécules d'amidon qui augmente les phénomènes de répulsions inter-chaînes.

Ceci a pour conséquence d'éviter les réassociations de ces molécules après cuisson, c'est-à-dire de minimiser ou supprimer tous les phénomènes liés à la rétrogradation.

Les préparations à base d'amidons stabilisés gardent leur caractère visqueux et ne gélifient pas.

L'efficacité du traitement de stabilisation d'un amidon est mesurée en appliquant successivement aux aliments des cycles de gel/ dégel et en mesurant l'évolution de la texture ou de la viscosité ou en mesurant le volume d'eau libérée par la synérèse.

Ces amidons stabilisés développeront leur viscosité et leur propriété liante quand les températures de cuisson sont faibles (charcuterie) ou à des températures de cuisson normales dans des milieux où la quantité d'eau disponible sera limitée (exemple : fruits sur sucre)

d. Fluidification

Ces modifications visent à traiter l'amidon par voie chimique et/ ou physique afin de provoquer une hydrolyse plus ou moins importante des polymères.

La viscosité à chaud des empois sera réduite selon l'intensité du traitement. Ces traitements ont pour effet d'affaiblir la structure granulaire jusqu'à rendre les grains solubles dans l'eau froide pour les traitements les plus poussés.

Ces amidons fluidifiés se comportent comme des polymères très solubles donc susceptibles d'être utilisés à forte concentration sans induire des viscosités élevées. Ils trouvent leur utilisation comme agent de texture

des gommages de confiserie, comme support d'atomisation ou comme agent nutritif dans les préparations liquides.

4. Amidons modifiés physiquement

Ces traitements s'appliquent à des amidons granulaires et ne modifient pas leur état.

Ces amidons présentent des profils de cuisson (température et vitesse de gonflement) modifiés et peuvent être utilisés dans des applications comme les soupes et les sauces instantanées pour lesquelles un gonflement différé de l'amidon assure une meilleure hydratation de tous les autres ingrédients de la formule

Deux traitements vont permettre d'induire des réarrangements moléculaires ou des cristallisations en plaçant les amidons dans les zones comprises entre les températures de transition vitreuse et les températures de fusion : sont l'Annealing et le Heat Moisture Treatment ou HMT.

- ✚ L'annealing ou traitement à chaud en milieu aqueux se réalise sur des suspensions d'amidon à 40 – 50% de matières sèches, à des températures légèrement inférieures aux températures de gélatinisation pendant des temps variables (entre 12 h et 24 h) suivant le degré de transformation souhaité.

Les amidons présentent des températures de gélatinisation plus élevées (2 à 5 °C par rapport à l'amidon natif) et un gonflement moins important.

- ✚ Le traitement HMT est réalisé en présence d'une quantité d'eau réduite à 15 – 30 % et donc à des températures plus élevées de 100 à 120 °C (les fours micro-ondes permettent aussi de réaliser ce type de modification).

5. Interactions

Dans de nombreuses applications, l'amidon est utilisé en mélanges avec d'autres ingrédients et additifs qui peuvent modifier son comportement tant à la cuisson qu'à la conservation.

Ces modifications peuvent être liées à la disponibilité de l'eau présente dans la formule ou à des interactions spécifiques entre l'amidon et les autres composés de la formule.

a. Avec les glucides

L'addition de sucres dans une suspension d'amidon provoque une augmentation de la température de gélatinisation et de la viscosité proportionnelle à la quantité de sucres utilisés.

Ce retard serait lié à la disponibilité de l'eau : les températures de gélatinisation augmentent linéairement en fonction de l'activité de l'eau (A_w) des solutions pour des séries homologues de composés.

Mais il est également avancé que des interactions sucres amidons permettraient de stabiliser les parties amorphes du granule et d'empêcher une diffusion trop rapide de l'eau dans les granules d'amidon.

La présence de sucres modifie les phénomènes de rétrogradation.

Les sucres peuvent avoir des effets accélérateurs ou retardateurs sur la rétrogradation des amidons, mais il n'existe pas aujourd'hui d'explication claire sur les relations entre la structure d'un sucre et son effet sur la rétrogradation ; les dernières hypothèses porteraient sur la compatibilité sucre – eau qui, si elle existe, permettrait une augmentation de la viscosité de la couche d'hydratation des molécules et réduirait la rétrogradation, ou favoriserait la rétrogradation en cas d'incompatibilité.

b. Avec les lipides

Dans un produit formulé aqueux, les matières grasses constituent des phases dispersées et les amidons sont présents dans la phase aqueuse : les interactions sont faibles.

La concentration en amidon et le mode de dispersion ou de cuisson dépendent de la quantité d'eau résiduelle.

Au moment de la cuisson, l'amylose qui diffuse dans le milieu et l'amylose contenu dans les granules sont susceptibles de se complexer avec les lipides monoacylés présents.

Les complexes amylose – lipides formés dans le granule sont peu solubles et cette insolubilisation momentanée de l'amylose retarde le gonflement des granules jusqu'à ce que la température de décomplexation ($> 85\text{ }^{\circ}\text{C}$) soit atteinte et que le gonflement du granule reprenne son déroulement normal.

c. Avec les protéines

Les protéines, molécules chargées, et l'amidon, polymère neutre, ne développent pas a priori d'interactions spécifiques.

Ils sont cependant dans les différentes applications en compétition pour l'eau disponible, l'espace pour l'expansion ou la gélification.

L'amidon absorbe l'eau libérée par la coagulation des protéines et participe à la gélification dans les produits de charcuterie de viandes et de poissons.

Dans les produits laitiers qui subissent des traitements thermiques importants, l'amidon va protéger, par sa viscosité, les protéines des risques de coagulation, mais peut toutefois gêner le processus de cuisson si la viscosité à chaud est trop importante.

Dans des gels de caséines (type yaourt), la présence d'amidon modifie la quantité d'eau disponible pour la protéine et provoque pour des concentrations trop élevées en amidon, une coagulation plus grossière de la caséine et un aspect sableux du produit fini. (BOURSIER, 2005)

6. Applications

Les différentes matières premières croisées avec les différentes modifications font que la palette des amidons est très large.

Alors que traditionnellement, les formulateurs utilisaient les amidons modifiés de maïs cireux et de pomme de terre, ces dernières années, les problèmes des organismes génétiquement modifiés (OGM) et les problèmes de résidus allergisants ont amené les amidonniers à appliquer les modifications physiques ou chimiques à toutes les sources amyliques industrielles, ce qui a ouvert d'autant plus la gamme des produits disponibles.

Les propriétés des amidons sont également très larges, donc les applications nombreuses.

La difficulté rencontrée réside dans ce choix.

Chaque application alimentaire aura plusieurs solutions amyliques, il sera donc nécessaire, pour chaque développement, de définir précisément les contraintes de l'application, de procéder à des essais, des analyses et de nouveaux essais avant d'obtenir la solution.

Les applications des amidons sont définies à partir des propriétés recherchées de l'amidon :

- Propriétés générales : épaississant ou gélifiant ;
- Propriétés particulières de la poudre, comme émulsifiant, comme liant – adhésif... (BOURSIER, 2005)

Chapitre 3 : Méthodes et Matériels

I. Présentation de l'étude

Suite à la non-stabilité des marchés, le service R&D a détecté un risque de rupture de stock au niveau de certains amidons et surtout l'amidon de référence de Centrale Danone.

Cette problématique a poussé le service à mener une étude de caractérisation des amidons par la réalisation d'un ensemble des essais laboratoire et des essais pilote dans un premier cas d'application : les yaourts brassés.

L'étude a été entamé par la mise en relief des différents facteurs de process déterminants de l'action des amidons et par conséquent de la qualité des produits finis.

Ensuite, la mise en place d'un plan d'expérience pour étudier l'impact des facteurs déterminés (la température de préchauffage et la pression d'homogénéisation) sur la texture des produits finis.

Les essais ont été réalisés dans un premier temps à échelle laboratoire suivis des essais pilotes pour confirmer les résultats.

II. Recette utilisée

Pour la fabrication du yaourt brassé classique, nous avons besoin de matières premières classiques disponibles au pilote (lait, crème).

Le taux de protéine ainsi que le taux de matière grasse sont moyens afin d'assurer une bonne texture.

Pour réaliser mes essais, une formule standard a été fixée, il s'agit d'une formule proche à celle approuvée à l'échelle industrielle des yaourts brassés, avec le minimum d'ingrédients pour pouvoir conclure uniquement sur l'action des amidons, avec les différents paramètres de process, sans l'intervention d'un autre ingrédient ou d'un autre facteur.

L'objectif de cette recette est d'avoir un produit témoin comparable à un brassé « classique »

Tableau 4: Recette utilisée

Ingrédients	%	Unité
Eau	9,37	L
Crème à 40% en MG	6,86	g
Sucre	8,87	g
Lait écrémé à 0,5% en MG	70,9	g
Amidon X	2,85	g
Ferment	0,02	g
Total	100	g

Cette formule sera fixe pour l'ensemble des essais et seulement l'amidon qui va changer.

L'ensemble des amidons testés sont résumés dans le tableau ci-dessous et sont de l'ordre de 13, et pour raison de confidentialité, ils sont codés.

Tableau 5: Liste des amidons utilisés et leurs caractéristiques

Amidon	Fournisseur	type	origine	Code	Modification chimique	dénomination
Amidon Ex	1	A	Maïs cireux	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon Inter	1	A	Maïs cireux	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon C1	3	B	Maïs	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon y88	1	A	Manioc	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon Flo1	1	A	Maïs cireux	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon L1	2	B	Maïs cireux	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon L2	2	A	Maïs cireux	E1422	Réticulation/Stabilisation	Acétylé
Amidon L3	2	A	Maïs cireux	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon MAR	4	A	Maïs cireux	E1422	Réticulation/Stabilisation	Acétylé
Amidon C2	3	A	Maïs	/	Aucune	/
Amidon Flo2	1	A	Maïs cireux	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon Gx	1	A	Manioc	E1442	Réticulation/Stabilisation	Hydroxypropylé
Amidon y89	1	A	Maïs cireux	E1422	Réticulation/Stabilisation	Acétylé

III. Présentation du plan d'expérience

1. Etablir l'objectif de l'expérience

Le but ultime de l'étude est la caractérisation des amidons alimentaires modifiés, donc l'ensemble des amidons existants déjà au niveau du pilote et ceux recommandés par les fournisseurs sont étudiés.

Cette caractérisation permettra de les classer selon leur pouvoir texturant et permettra aussi de montrer leur potentialité, pour répondre à la demande industrielle.

2. Identifier les facteurs

Cette étape est très importante. En effet, l'oubli d'un facteur important peut faire échouer le plan.

Les 2 facteurs susceptibles d'influencer le pouvoir texturant des amidons modifiés, lors de la fabrication des yaourts brassés, sont : La température du préchauffage et la pression d'homogénéisation.

Ces facteurs sont considérés comme indépendants tout au long des essais, car il est à noter que la prise en compte des interactions dans l'analyse va très rapidement rendre la méthode très complexe, augmenter le nombre d'expériences et rendre le plan très coûteux. Dans le milieu industriel, la stratégie préconisée consiste à augmenter le nombre de facteurs, plutôt que de considérer les interactions.

Ayant décidé d'utiliser 3 niveaux par facteur, l'expérience indique les valeurs ci-dessous :

Tableau 6: Les niveaux des facteurs

Facteur		Température(°C)	Pression d'homogénéisation (bar)
Niveaux	1	55	140
	2	60	160
	3	65	180

3. Déterminer le design du plan d'expérience

Nous avons donc 2 facteurs avec 3 niveaux chacun.

Et si l'on cherche à combiner les niveaux de toutes les façons possibles, on obtient une matrice, dont chaque ligne correspond à une combinaison.

Les combinaisons possibles, pour chaque amidon, sont reprises dans le tableau suivant :

Tableau 7: Matrice des effets

N° d'essai	Température(°C)	Pression d'homogénéisation(bar)
1	1	1
2	1	2
3	1	3
4	2	1
5	2	2
6	2	3
7	3	1
8	3	2
9	3	3

Il faudrait donc 9 essais pour tester toutes les combinaisons pour chaque amidon et on voit que chaque facteur est combiné autant de fois à chaque niveau de l'autre facteur.

Tableau 8: Matrice des expériences

	N° d'essai	Température(°C)	Pression d'homogénéisation(bar)
Amidon X	1	55	140
	2	55	160
	3	55	180
	4	60	140
	5	60	160
	6	60	180
	7	65	140
	8	65	160
	9	65	180

Cette matrice d'expérience s'applique de la même façon sur tous les amidons qui sont à l'ordre de 13.

4. Réalisation du plan d'expérience :

L'ordre de réalisation des essais doit tenir compte de la difficulté de changement de niveau des facteurs.

Une 1^{ère} phase de la réalisation des essais a été conçue à tester les 3 niveaux de la température de préchauffage avec une seule pression d'homogénéisation : 180 bars, qui est la pression standard pour la fabrication des produits brassés.

L'objectif de cette phase est de conclure sur la température optimum des différents amidons, la température où la viscosité est à son pic maximum et les grains d'amidons sont bien gonflés.

Une 2^{ème} phase consistera à varier la pression pour chaque niveau de température pour voir l'impact de la pression sur le comportement des amidons et par conséquent sur la qualité du produit fini.

Les résultats de ces 2 premières phases détermineront les étapes suivantes du projet.

IV. Matériels et Méthodes :

1. Etapes de fabrication des produits finis

1.1 Préparation des ingrédients et pesée

a. Analyses du lait :

La matière première du yaourt est le lait, comme pour tous les produits laitiers. Le traitement de cette matière première entre donc le cycle de fabrication du yaourt.

Le lait nécessaire à la fabrication du yaourt est collecté dans des fermes laitières, où les vaches sont élevées et traites.

Après sa collection, il prend ensuite la direction, par camions-citernes isothermes, de l'usine.

Le lait cru arrive à l'usine. Selon le cas, le lait est entier (3% de matière grasse), partiellement écrémé (2%) ou écrémé (0%).

Pour notre cas, on a la réception d'un lait partiellement écrémé (0,5%).

Des contrôles microbiologiques, bactériologiques sont réalisés au niveau de l'usine, ceux nutritionnels au niveau du pilote.

Le dosage de la matière grasse et des protéines du lait est effectué par un appareil automatique : Milko-Scan FT1.

✓ Généralités sur Milko-ScanTMFT1 :

MilkoScanTMFT1 est un instrument conçu pour le contrôle de la production, celui des produits finis et l'analyse pour paiement. Il a été spécialement mis en point afin de mesurer les matières premières et les produits laitiers finis avec un traitement mineur de l'échantillon avant l'analyse.

Le système comporte deux parties principales :

- L'analyse MilkoScanTMFT1
- Le logiciel MilkoScanTMFT1

L'utilisation du MilkoScan au quotidien est simple et il ne demande qu'un minimum de formation. A l'exception de l'introduction d'un échantillon, toutes les opérations sont faites par l'intermédiaire d'un ordinateur



Figure 10 : Milko-ScanTMFT1

Le système MilkoScanTMFT1 est fourni avec un logiciel informatique. Ce logiciel s'installe sur l'ordinateur externe.

Le logiciel commande l'unité de mesure et possède toutes les fonctions nécessaires pour exploiter le système au quotidien.

Pour l'analyse du lait, MilkoScanTMFT1 permet d'identifier : Matière grasse, protéines, lactose, extrait sec total, extrait sec dégraissé, point de congélation, acidité totale, densité, acides gras libres, acide citrique.

Selon les résultats affichés par le logiciel, on procède à la standardisation.

b. Standardisation du lait

En fabrication de yaourt, le lait doit être standardisé en matières grasses, enrichi en protéines, et éventuellement sucré, pour répondre aux spécifications nutritionnelles et organoleptiques des produits.

Les caractéristiques définies du mix cibles sont : 3% en Matière grasse et 2,2% en taux protéique.

L'enrichissement en protéines se fait par l'ajout de la poudre de lait écrémé et la standardisation en matières grasses par l'augmentation du pourcentage de la crème dans la formule.

Cette standardisation se fait à l'aide d'un tableau dynamique de correction.

c. Préparation et pesée des ingrédients

Pour mener une bonne préparation des différents ingrédients, on utilise :

- Sachets en plastique
- Béchers
- Bassines
- Balance

1.2. Incorporation et agitation :

Les différents ingrédients sont incorporés dans une bassine, un ordre d'incorporation est bien respecté : Lait et eau en premier, suivis des ingrédients en poudre (sucre et amidon) et la crème vers la fin pour donner priorité à l'amidon de s'hydrater.

L'agitation est assurée par un agitateur pendant 35 min avec une vitesse de 180 L/H.

Le mix est ensuite versé dans des bouteilles de 2kg pour passer à l'étape qui suit.



Figure 11 : Agitateur et bassine

1.3. Préchauffage

Un bain-marie professionnel est le meilleur allié pour le préchauffage des mix préalablement préparés.

L'eau est versée dans la cuve et la température souhaitée (55°C, 60°C ou 65°C) est réglée à l'aide du thermostat.

Une fois l'eau atteint la température programmée, les préparations sont placées dans le bain-marie. Il faut surveiller l'évaporation de l'eau. Cette dernière ne doit pas atteindre le bac. La vapeur dégagée assure le maintien en température.

Une agitation manuelle de temps en temps est nécessaire pour homogénéiser la température jusqu'au cœur du produit.

Après une durée de 30min, le temps que les préparations atteignent la température du préchauffage souhaitée, ces préparations sont homogénéisées.



Figure 12 : Bain marie

1.4. Homogénéisation

L'étape d'homogénéisation consiste à faire passer le mix d'une buse avec la pression souhaitée.

Cette étape stabilise l'émulsion de la matière grasse du lait afin d'éviter sa séparation du liquide et sa remontée à la surface. Le procédé consiste à faire éclater les globules gras en fines particules, ainsi celles-ci ne remontent pas à la surface, mais se répartissent de façon homogène et confèrent au lait une texture crémeuse.

Tous les essais ont été réalisés par un homogénéisateur à commande manuelle qui dispose d'un système à deux effets avec réglage manuel de la pression. :

BOS Homogenisers b.v. d'une capacité de 60L/H.

L'homogénéisateur à 2 effets, le deuxième effet, où 15 à 25% de la pression totale est appliqué permet de sélectionner la meilleure combinaison possible des pressions, et est utilisé pour casser les agglomérats qui peuvent se former avec certains produits.



Figure 13 : Homogénéisateur

1.5. Pasteurisation

La pasteurisation consiste à chauffer le lait jusqu'à une température de 95°C pendant 5min.

Elle est effectuée afin d'éliminer les micro-organismes présents dans le lait et indésirables pour l'homme.

Cette étape est réalisée par un autoclave.

✓ Mode utilisation de l'autoclave :

Avant le démarrage, il faut s'assurer que les soupapes manuelles sont fermées, ainsi qu'il faut mettre de l'eau dans la cuve jusqu'au niveau de la grille couvre-résistance.

Et après avoir placé les préparations à pasteuriser, il faut fermer la manette d'autoclave.

Pour la mise en marche, un couple temps/température de 5min/95°C est tout d'abord sélectionné avant de démarrer le programme à l'aide du bouton marche.

En fin de cycle, l'ouverture de la manette d'autoclave n'est possible qu'après que la pression affichée au niveau de manomètre atteint le 0 bar.

Des EPI pour se protéger, contre les brûlures qui peuvent survenir, sont utilisés lors de la récupération des préparations.



Figure 14 : Autoclave

1.6. L'ensemencement :

Avant d'être ensemencé, le lait est refroidi et maintenu à une température de 42° par un bain-marie, cette température à laquelle les enzymes présents dans les ferments lactiques, effectueront au mieux leurs tâches.

L'ensemencement consiste ainsi à introduire des ferments lactiques spécifiques dans le lait, afin que celui-ci prenne une nouvelle consistance.

Les règles de fabrication du yaourt sont ainsi strictes : deux types de ferments lactiques, le *lactobacillus bulgaricus* et le *streptococcus thermophilus*.

✓ Matériels utilisés :

- Pipette de 10ml
- Balance
- Hotte pour le maintien d'un environnement stérile
- Pots stériles

1.7. L'étuvage

Une fois le lait est ensemencé, une quantité est mise en pots pour servir au suivi de la fermentation, L'ensemble des bouteilles et les pots entre ensuite en étuve, préalablement réglé à 42°C qui est la température de fermentation, pendant 3 à 4 heures afin de permettre aux ferments de se multiplier et d'ainsi transformer le lait en yaourt.

Une fois le pH de Décaillage : $4,7 \pm 0,5$ est atteint, les préparations sont sorties de l'étuve.

Un Décaillage manuel sous hotte est assuré, avant de dispatcher les préparations en pots stériles et passer au refroidissement des produits finis.

1.8. Refroidissement produit fini

Un refroidissement rapide, homogène et uniforme est primordial. Il permet de stopper la croissance, la multiplication et l'activité des bactéries lactiques ainsi de contrôler l'évolution du pH en stoppant l'acidification.

Les produits sont d'abord refroidis dans la chambre de 4°C pendant 3 à 4h avant de passer à la chambre de 10°C conçue au produits finis.

2. Analyses des produits finis

2.1. Analyses physico-chimiques

a. Mesure de viscosité :

Lorsque les amidons sont chauffés en présence d'eau, ils vont être capables de développer une viscosité dans le milieu.

L'instrument servant à calculer la viscosité d'un fluide s'appelle un viscosimètre.

Le pilote dispose d'un viscosimètre BROOKFIELD qui fonctionne selon ce principe :

Il détermine la viscosité d'un fluide à partir de la mesure du couple (déformation exercée sur un ressort) créée par la rotation d'un disque dans ce fluide.

La plage de mesure du viscosimètre est déterminée par la vitesse de rotation du disque, la dimension et la forme du disque, le contenant dans lequel le disque tourne et le couple du ressort.

Il existe différents types de viscosimètres et donc plusieurs dispositifs permettant de mesurer la viscosité d'un fluide ou d'un liquide.

✓ **Méthodologie :**



Figure 15: Viscosimètre BROOKFIELD

Les produits finis doivent être à une température de 10°C avant l'analyse.

Ensuite, Le viscosimètre est mis en marche et l'ajustement de la bille à niveau est vérifié.

Selon la gamme de produit à analyser, le test est chargé ainsi que le mobile utilisé est choisi.

Dans le cas d'un produit brassé, c'est le mobile 5 qui correspond avec une vitesse de 10 RPM pendant 10s.

Le mobile est introduit dans le produit jusqu'au trait indiqué.

Le test s'arrête lorsque l'instrument de mesure affiche la valeur de viscosité spécifiée et les résultats apparaît après fin de test.

b. Mesure de pH

La mesure de pH est réalisée sur les produits finis à l'aide d'un pH-mètre muni d'une électrode combinée à une sonde de température intégrée.

La méthode étant très reproductible, une seule mesure suffit pour obtenir une précision relative à la moyenne.

Le pH des produits finis est mesuré à J1 (équivalent au contrôle réalisé en usine), à J14 (date approximative de consommation) et à J30 (fin de vie du produit) afin de suivre son évolution et de s'assurer que le produit soit conforme tout au long de sa durée de vie.

Mais en raison d'utilisation des potes stériles, on s'est intéressé surtout aux mesures J1 pour le pH et aussi pour la viscosité.

2.2 Analyses microscopiques

D'un point de vue microscopique, l'amidon se présente sous la forme de grains dont la taille peut varier en fonction de la source botanique (entre 2 et 100 μm).

L'analyse microscopique du produit fini fournit des informations sur l'amidon et sur sa microstructure et informe sur le degré de cuisson des granules d'amidon.

La visualisation des grains d'amidon sous microscope se fait grâce à un réactif chimique : l'eau iodée, réactif naturellement de couleur orange.

On distingue 3 degrés de cuisson des grains d'amidon montrés dans la figure 16 pour le maïs cireux et la figure 17 pour le manioc.

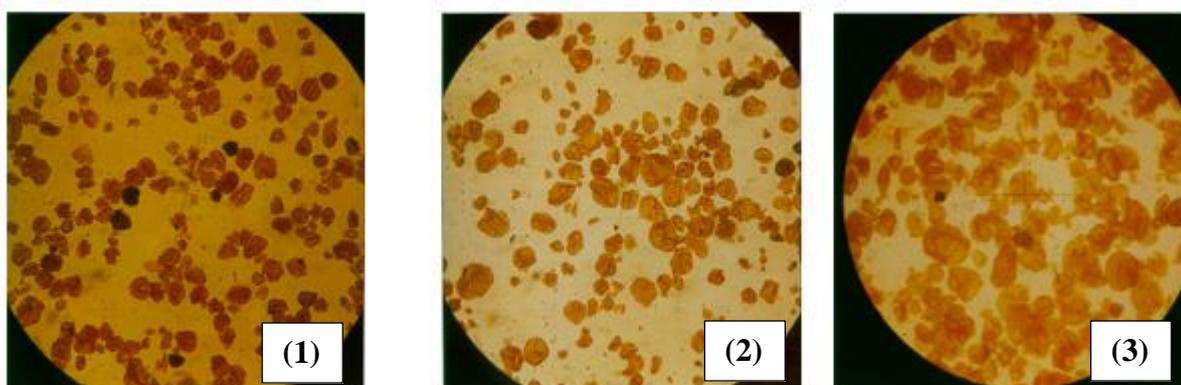


Figure 16 : les 3 degrés de cuisson des grains d'amidon du maïs cireux

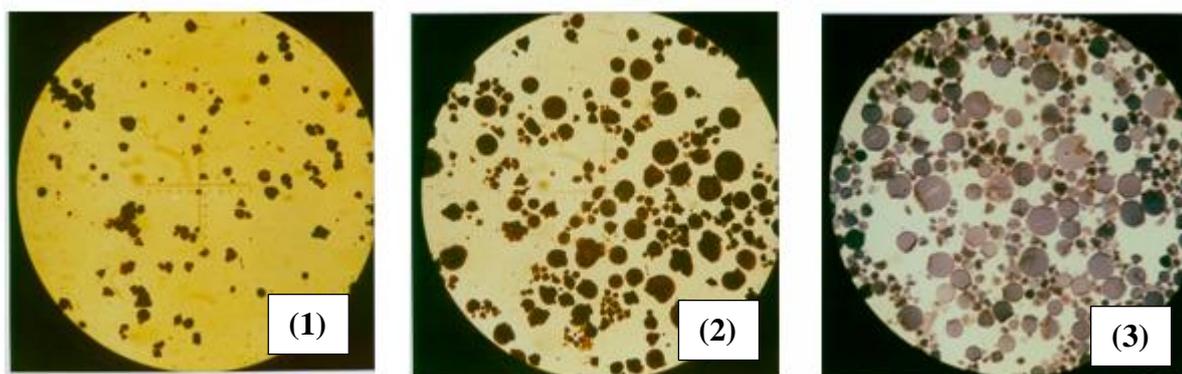


Figure 17 : les 3 degrés de cuisson des grains d'amidon du manioc

1. Amidon sous cuit : donne un produit nuageux mince avec une mauvaise stabilité.
2. Amidon bien cuit : les granules sont gonflés de manière optimale, j'obtiens la viscosité la plus élevée, la texture la plus courte et la meilleure stabilité.
3. Amidon surcuit : donne une solution transparente mais avec une texture plus longue et une viscosité et une stabilité plus faibles.

✓ **Matériels utilisés :**

- Microscope optique
- Caméra
- lames et lamelles
- L'eau iodée
- Pipette

✓ **Méthodologie :**

- Réaliser le mélange eau iodée/Produit à analyser, en faible quantité, puis le placer sur une lame et recouvrir avec une lamelle.
- Allumer le microscope
- Observer la lame au fur et à mesure l'objectif et en faisant la mise au point.
- Prendre des photos à l'aide de la caméra.

2.3 Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle fait appel aux sens de la vue, de l'odorat, du goût, du toucher et de l'ouïe pour mesurer les caractéristiques sensorielles et l'acceptabilité de produits alimentaires.

L'objectif derrière cette évaluation sensorielle, est décrire les produits finis ainsi de faire des comparaisons avec un produit de référence ou une comparaison entre les produits du même amidon mais testés à différentes températures de préchauffage.

Quand on procède à des essais sensoriels, on se sert souvent d'échantillon de référence, il s'agit, pour notre cas, du brassé avec l'amidon standard de Centrale Danone, préparé dans les mêmes conditions que les échantillons à analyser, pour éliminer les possibilités des effets de la préparation.

Il s'agit donc d'un test de comparaison, chaque échantillon va être comparé selon plusieurs critères : L'aspect (Homogénéité à la surface, lisse à l'aspect, brillance), Texture avec la cuillère (épais à la cuillère) et Texture en bouche (épais en couche, lisse en bouche, fuyant).

✓ **Méthodologie :**

Pour l'aspect :

- Homogénéité à la surface : Observer la surface intacte du produit, pour voir si elle est homogène ou perturbée.
- Lisse à l'aspect : Tremper une cuillère dans le produit et la soulever à l'horizontale, dos vers le ciel. Taper 3 fois la cuillère contre le bord du pot, puis sur le dos de la cuillère, observer le nombre de particules présentes. (0 particules, notre produit est lisse)
- Brillance : Observer la surface intacte du produit, en le faisant pivoter en-dessous d'une source lumineuse, plus le produit reflète la lumière plus il est brillant.

Pour la texture dans la cuillère :

- Epaisseur à la cuillère : Après avoir enfoncé verticalement la cuillère jusqu'à début du manche, partie creuse vers soi et contre le bord du pot, effectuer 3 mouvements latéraux dans la diagonale du pot en tenant la cuillère par le bout du manche, entre le pouce et l'index. Et Plus le produit offre de résistance au déplacement, plus il est épais.

Pour la texture en bouche :

- Épaisseur en bouche : Mettre une cuillère de produit en bouche, tout en absorbant le produit, évaluer la sensation de poids et de volume dès l'entrée en bouche (au contact des lèvres et sur la bouche) et plus cette sensation est importante, plus le produit est épais en bouche.
- Lisse en bouche : Prendre 1 cuillère du produit et la poser à l'avant de la bouche, et enfoncer la langue dans cette masse et évaluer la douceur, sans frotter ni le palais, ni les dents. Plus la sensation est importante, plus le produit est lisse.
- Fuyant : Mettre une cuillère de produit en bouche, Et évaluer l'effort nécessaire pour la déglutir juste après l'avoir mise en bouche, plus vous avez de difficultés à avaler le produit, moins il est fuyant.

Chapitre 4 : Etude des amidons alimentaires modifiés

I. Caractérisation des amidons alimentaires modifiés à échelle laboratoire

La première étape expérimentale pour ce projet est le passage par l'échelle laboratoire qui permet la réalisation des essais à petite quantité afin de tester tous les amidons.

1. Détermination de la température optimum des amidons

La première phase du plan d'expérience a été consacrée à la détermination de la température optimum des amidons.

Les 3 niveaux de température ont été testés avec une seule pression d'homogénéisation 180bars, afin de pouvoir faire une comparaison et sortir avec des résultats concluants.

1.1. Analyses physico-chimiques

a. Mesure de viscosité

La figure 18 représente la viscosité des 13 amidons mesurée à J+1, en variant uniquement la température de préchauffage et avec une pression d'homogénéisation de 180 bars, mesurée à 10°C.

On observe que l'augmentation de la température est souvent accompagnée par une diminution de la viscosité pour la plupart des amidons.

La diminution de la viscosité informe sur la non-résistance des amidons aux hautes températures.

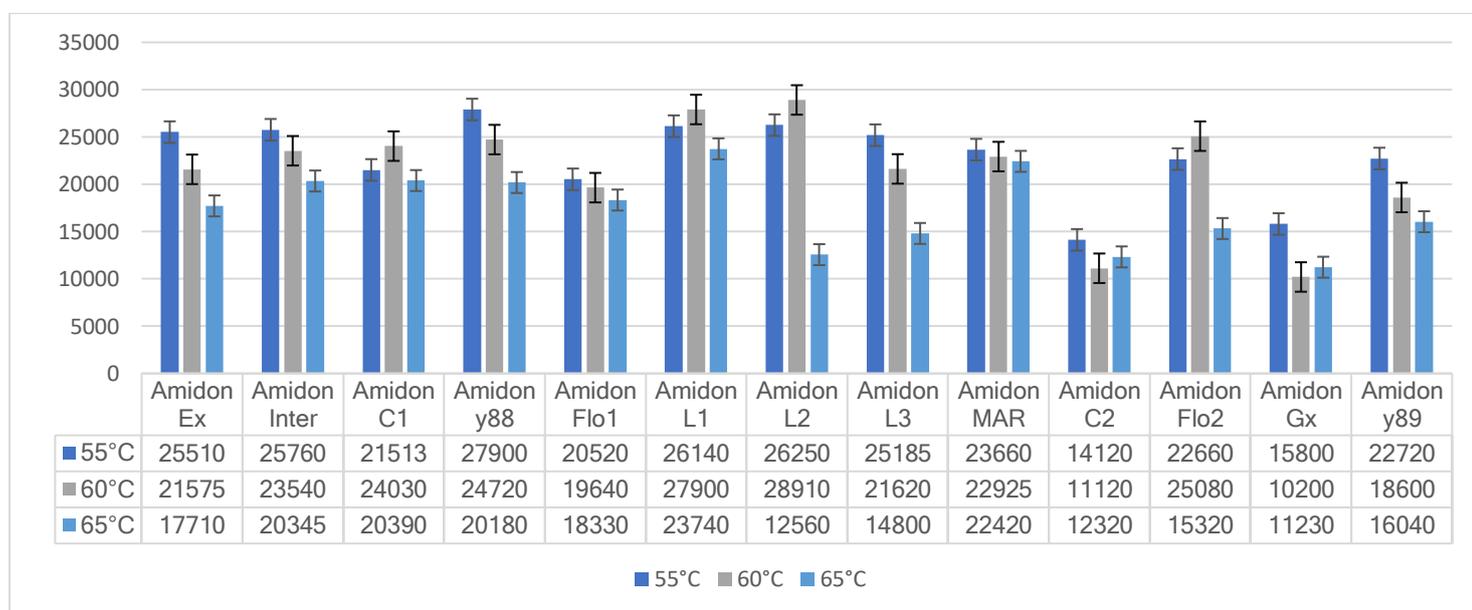


Figure 18 : Mesure de la viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis de tous les amidons testés aux 3 températures

b. Mesure de pH

La Figure 19 représente le pH des produits finis mesuré à J1.

L'ensemble des pH des produits finis sont supérieurs à 4,5 et respectent donc la limite microbiologique. Pour tous les échantillons, les pH restent dans la cible des produits laitiers frais.

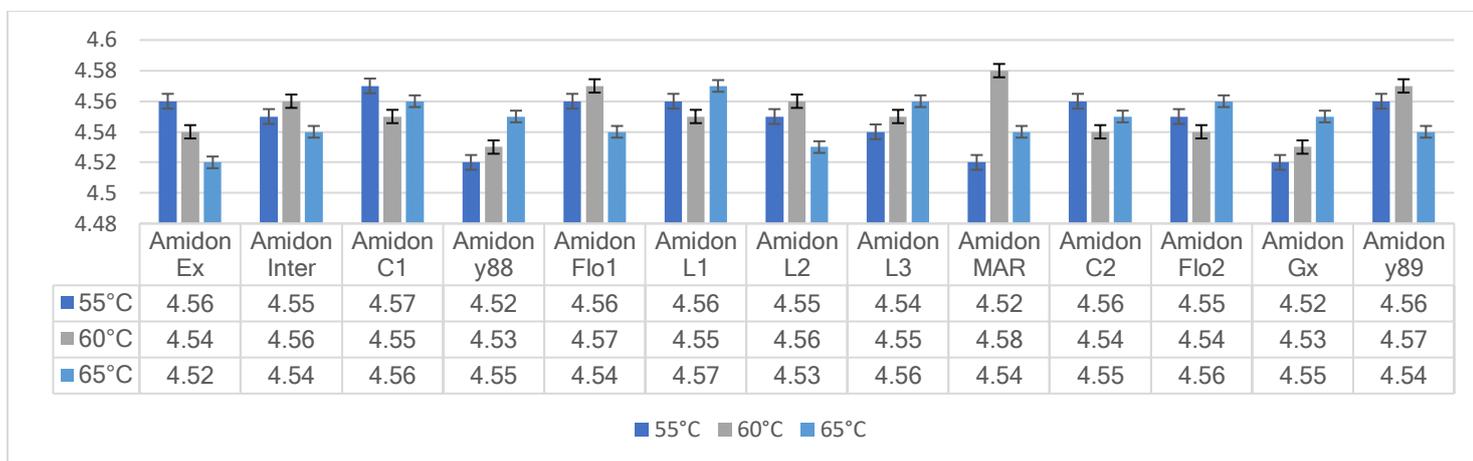


Figure 19: Mesure de pH à J+1 des produits finis de tous les amidons testés aux 3 températures de préchauffage

1.2. Analyses microscopiques

Le tableau 9 ci-dessous représente le degré de cuisson des grains des 13 amidons testés avec les 3 niveaux températures de préchauffage.

Le degré de cuisson a été déterminé en se basant sur les photos prises des différents produits finis avec les différents amidons modifiés sous microscope. (Annexe 2)

La plupart des amidons sont bien cuits à 55°C, sauf l'amidon y88 qui est sous cuit et l'amidon C2 et Gx qui sont surcuits à cette température.

A 60°C, quelques amidons commencent déjà à surcuire. Notamment l'amidon L2, L3, C2 et Gx.

A 65°C, Seulement l'amidon y88 qui résiste à cette température, l'amidon L2 et L3 sont éclatés et le reste sont surcuits.

Tableau 9: Degrés de cuisson de tous les amidons testés aux différentes températures de préchauffage

Amidon / T°	55°C	60°C	65°C
Amidon Ex	Bien cuit	Bien cuit	Surcuit
Amidon Inter	Bien cuit	Bien cuit	Surcuit
Amidon C1	Bien cuit	Bien cuit	Surcuit
Amidon y88	Sous-cuit	Bien cuit	Bien cuit
Amidon Flo1	Bien cuit	Bien cuit	Surcuit
Amidon L1	Bien cuit	Bien cuit	Surcuit
Amidon L2	Bien cuit	Surcuit	Eclaté
Amidon L3	Bien cuit	Surcuit	Eclaté
Amidon MAR	Bien cuit	Bien cuit	Surcuit
Amidon C2	Surcuit	Surcuit	Surcuit
Amidon Flo2	Bien cuit	Bien cuit	Surcuit
Amidon Gx	Surcuit	Surcuit	Surcuit
Amidon y89	Bien cuit	Bien cuit	Surcuit

1.3. Analyses sensorielles

La dégustation est réalisée dont l'objectif est de faire une comparaison entre les produits finis du même amidon, mais testés aux différentes températures de préchauffage et toujours avec la même pression d'homogénéisation 180bar.

Les résultats de cette dégustation sont les suivants :

- Amidon Ex : à 55°C on obtient le produit le plus lisse et le plus texturant en bouche et en cuillère suivi de celui à 60°C et enfin de 65°C.
- Amidon Inter : dans les produits des 3 températures, on observe la présence de peau d'orange qui devient plus intense en augmentant la température.
- Amidon C1 : le produit de 55°C est plus lisse et plus texturé à la cuillère et en bouche que 60°C, celui de 65°C est +/- liquide
- Amidon y88 : à 55°C, le produit est moins texturé qu'à 60°C, et à 65°C avec une présence intense de peau d'orange.
- Amidon Flo1 : Dans les 3 températures, les produits sont faiblement texturés avec une présence de peau d'orange.
- Amidon L1 : à 55°C, le produit présente une bonne texture qui diminue en augmentant la température à 60°C puis à 65°C.
- Amidon L2 et L3 : A 55°C, les produits sont plus ou moins texturants avec une présence de peau d'orange qui devient intense à 60°C alors qu'à 65°C, il y a une perte de texture.
- Amidon MAR : le produit présente une bonne texture qui diminue en augmentant la température à 60°C puis à 65°C avec une présence de peau d'orange qui devient intense en augmentant la température.
- Amidon C2 : les 3 produits obtenus sont liquides, aucune texture ni en bouche ni à la cuillère.
- Amidon Flo2 : à 55°C, on obtient le produit le plus lisse, avec une légère présence de peau d'orange, et le plus texturant en bouche et en cuillère, suivi de celui à 60°C et enfin de 65°C.
- Amidon Gx : les 3 produits obtenus sont liquides, aucune texture ni en bouche ni à la cuillère.
- Amidon y89 : à 55°C on obtient le produit le plus lisse et le plus texturant en bouche et en cuillère suivi de celui à 60°C et enfin de 65°C.

2. Etude de l'influence de la pression d'homogénéisation sur la viscosité du produit

Lors de cette série des essais, le but est d'étudier l'influence de la pression sur la viscosité des produits finis.

Les 3 niveaux de température ont été testés avec une 2^{ème} pression d'homogénéisation qui est cette fois-ci 140bars, afin de pouvoir faire une comparaison avec la pression de 180bars.

2.1. Analyses physico-chimiques

La figure 20 représente la viscosité des amidons avec une température de préchauffage de 55°C et avec une pression d'homogénéisation de 140 bars, mesurée à 10°C.

Les essais de ces 6 amidons, ont montré que la diminution de la pression fait diminuer la viscosité des produits finis, et ce n'est pas l'objectif recherché. Donc ça ne sera pas intéressant de continuer avec le reste des amidons et de tester les autres températures.

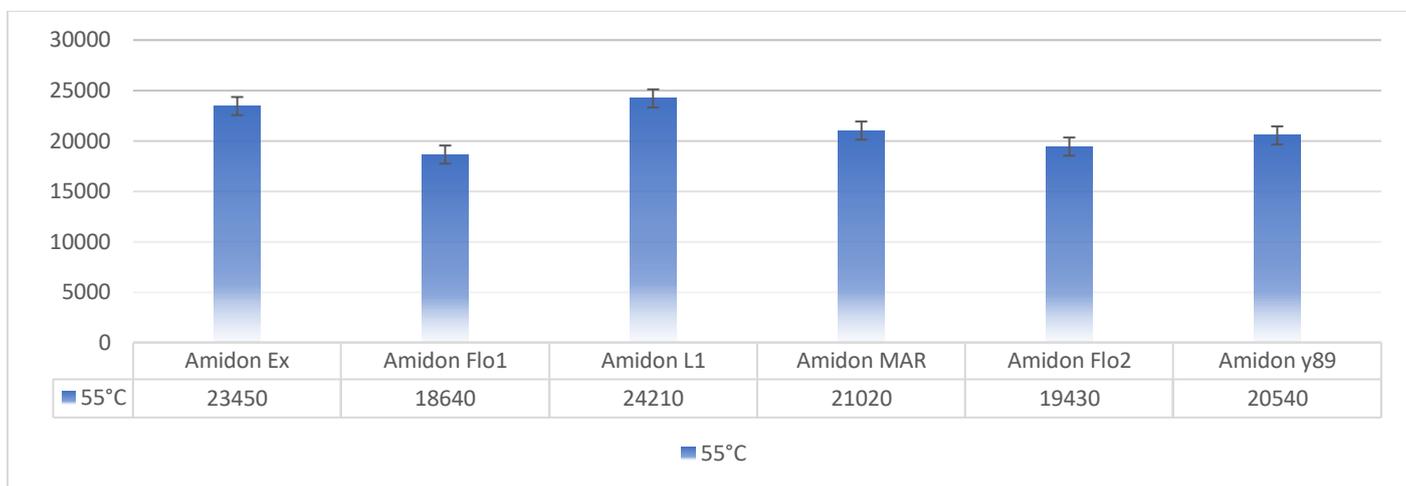


Figure 20 : Mesure de viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis des amidons testés à 55°C de préchauffage et 140 bars en homogénéisation

3. Conclusion

Tous ces résultats permettent de conclure que la température de préchauffage et la pression d'homogénéisation exercent une forte influence sur la viscosité du produit, plus elles varient plus la viscosité est impactée.

En effet, Le maximum de viscosité est associé à la bonne cuisson des amidons, plus l'amidon devient surcuit plus la viscosité diminue. L'éclatement des amidons cause la chute de viscosité.

Ainsi que la diminution de la pression de l'homogénéisation à une pression inférieure à 180 bars qui est la pression standard pour la fabrication des yaourts brassés ne fait que diminuer la viscosité et par conséquent elle fait perdre la texture du produit fini.

De point de vue organoleptique, plus la température de préchauffage augmente plus le produit fini perd son aspect lisse avec l'apparition de peau d'orange.

Le Tableau 10 représente la température optimum des amidons étudiés où ils sont à leur Pic d'activité.

Concernant l'amidon C2 et Gx, ils sont exclus de l'étude à la suite de leur irrésistance aux paramètres de processus.

Tableau 10:Température Optimum des amidons testés

Amidon	Ex	Inter	C1	y88	Flo1	L1	L2	L3	MAR	Flo2	y89
T° optimum	55°C	55°C	60°C	55°C	55°C	60°C	60°C	55°C	55°C	60°C	55°C

II. Classification des amidons alimentaires modifiés par leur pouvoir texturant

La série des essais des amidons, en variant la température de préchauffage et la pression d'homogénéisation, a permis leur classification par leur pouvoir texturant.

Le pouvoir texturant est représenté par la viscosité mesurée à J+1 ainsi que la qualité organoleptique : l'aspect et la texture en bouche et à la cuillère.

Tout en les comparant à l'amidon de référence : Amidon Ex, étant le plus performant en matière de fabrication des produits brassés, les 3 groupes des amidons qui présentent le même pouvoir texturant sont comme suivant :

→ **Groupe A** : Amidon Ex, Amidon Inter, Amidon C1, Amidon L1, Amidon MAR, Amidon Flo2 et Amidon y89

Avec une viscosité aux alentours de 25 000, viscosité type d'un yaourt brassé et des produits finis avec un aspect lisse et une bonne texture en bouche et à la cuillère.

→ **Groupe B** : Amidon y88, Amidon Flo1, Amidon L2 et L3 qui permettent l'obtention des produits finis avec des viscosités types mais avec une qualité organoleptique non souhaitée : Présence intense de peau d'orange et une +/- bonne texture en bouche et à la cuillère.

→ **Groupe C** : Amidon C2 et Amidon Gx, qui ne résistent pas aux paramètres de process en donnant des produits à faibles viscosité et aucune texture ni en bouche ni à la cuillère.

III. Confirmation des résultats des amidons performants à l'échelle Pilote

Après les tests à échelle laboratoire, vient l'étape pilote ; une étape transitoire clé.

Une telle étape de changement d'échelle est un prérequis pour la validation des résultats. Un processus à grand volume doit être au moins aussi robuste qu'un processus à petit volume.

Les amidons performants du Groupe A, qui présentent les caractères recherchés dans la fabrication des yaourts brassés, sont les seuls sélectionnés pour faire des essais pilotes.

Pour la fabrication du yaourt brassé à l'échelle pilote, Le taux de protéine ainsi que le taux de matière grasse sont moyens afin d'assurer une bonne texture par rapport aux essais à l'échelle laboratoire.

Le processus de fabrication ne change pas, sauf que la fermentation se déroule à 38°C et les produits sont lissés avant d'être refroidis.

Cette série des essais pilote est réalisée avec une température de préchauffage de 55°C et une pression d'homogénéisation de 180 bars. Le dosage des amidons a été fixé au dosage de référence des amidons dans les formules de brassé à Centrale Danone.

1. Analyses physico-chimiques

La Figure 21 représente la viscosité des essais pilotes mesurée à J+1 et à 10° C.

Les produits finis des amidons Flo 2 et y89 sont largement plus visqueux que l'amidon de référence Ex, suivis de l'amidon MAR et C1, et enfin L1 qui présente une viscosité proche de celui de référence.

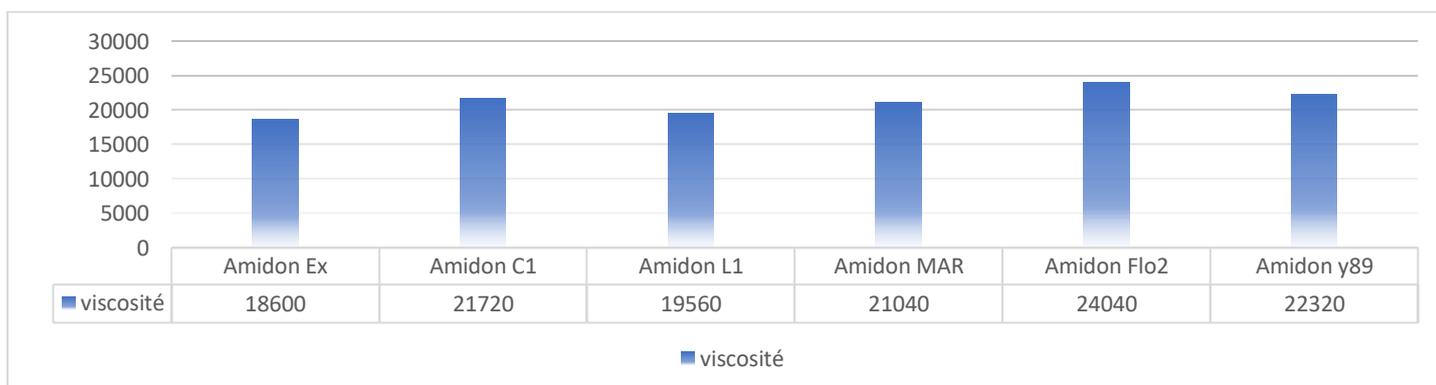


Figure 21 : Mesure de viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis des amidons testés à l'échelle pilote

2. Analyses sensorielles

L'analyse sensorielle de ces 6 essais a montré que :

- L'amidon Ex : possède un aspect très lisse, une bonne texture en bouche et à la cuillère, et il est fuyant.
- L'amidon C1 : Présence de peau d'orange et le produit est moins texturant en bouche et à la cuillère que le témoin (Amidon Ex).
- Les amidons L1 et MAR : Présence de peau d'orange avec une bonne texture en bouche et à la cuillère.
- Les amidons Flo 2 et y89 : une bonne texture en bouche et à la cuillère avec une présence très légère de peau d'orange.

3. Conclusion et prochaines étapes

Les essais à l'échelle pilote ont permis la validation des résultats par l'obtention des résultats aussi proche que ceux des essais à l'échelle laboratoire.

L'amidon Flo2 et y89 présentent une bonne alternative à l'amidon modifié de référence. Dans ce cas, ils peuvent être utilisés avec une petite correction de la présence de peau d'orange dans les produits finis, et des essais pilotes ont été programmés dans ce sens.

Chapitre 5 : Etude des solutions innovantes en interne

I. Combinaison de deux amidons pour avoir des yaourts texturants

1. Objectif et organisation des essais réalisés :

Cette solution a été proposée pour minimiser le risque de rupture de l'amidon témoin : Amidon Ex.

Le but est de réduire sa quantité et la remplacer par un autre amidon afin de prolonger sa disponibilité jusqu'à trouver un alternatif.

En plus de l'amidon témoin, deux amidons ont été retenus, pour une première série d'essais dans ce cadre, de même niveau de performance, qui peuvent être complémentaire pour l'obtention d'un yaourt avec un aspect très lisse et une bonne texture en bouche et à la cuillère tout comme le témoin.

Les essais ont été réalisés à l'échelle laboratoire, avec des paramètres de process standards (55°C en préchauffage et 180bars comme pression d'homogénéisation).

L'ensemble des essais sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 11: Description des essais réalisés en combinant deux amidons

N° Essai	Amidon	%
1	Amidon Ex (témoin)	100
2	Amidon Ex / Amidon Inter	70 / 30
3	Amidon Ex / Amidon Inter	60 / 40
4	Amidon L1	100
5	Amidon L1 / Amidon Inter	70 / 30
6	Amidon L1 / Amidon Inter	60 / 40
7	Amidon MAR / Amidon Inter	70/30

Il faut noter que le pourcentage de 100% représente une quantité de 2.94g dans une formule de 100g.

2. Analyses physico-chimiques

Cette représentation graphique des résultats des analyses de viscosité réalisée à J+1 et à 10°C, permet de conclure sur la combinaison qui peut faire fonction de l'amidon témoin. Trois points sont différenciables, 2 combinaisons uniques sont \pm conformes au témoin, Amidon Ex / Inter (70/30) et Amidon L1 à 100%, combinaison Amidon MAR / Amidon Inter (70/30) donne un produit conforme au témoin, le reste des combinaisons ne sont pas conformes au témoin.

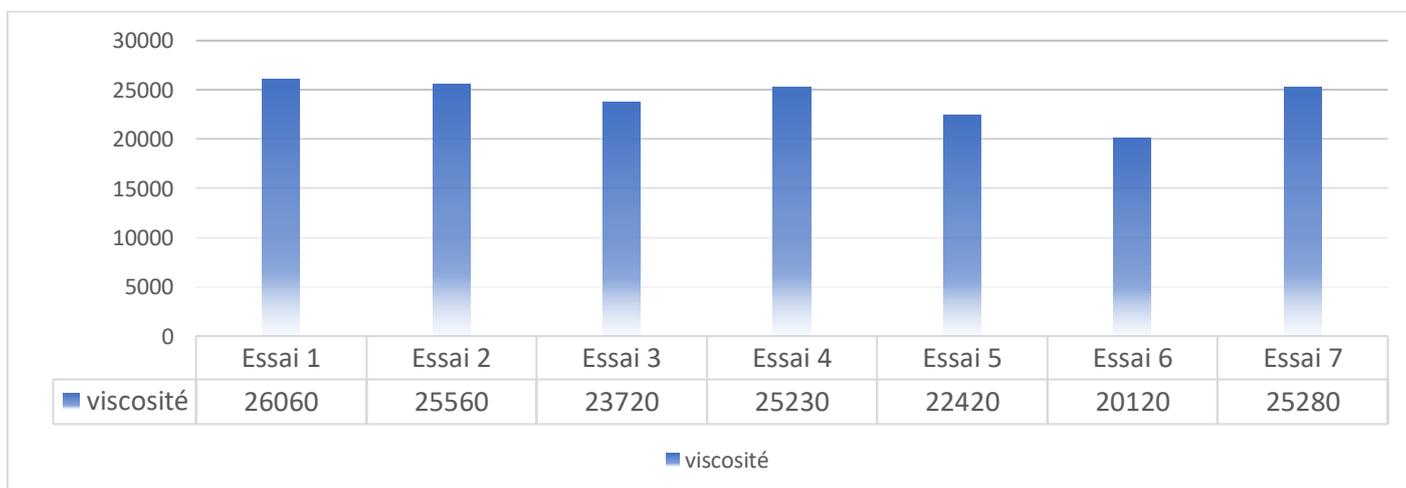


Figure 22 : Mesure de viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis des essais avec deux amidons

3. Analyses sensorielles

Le Tableau 12, Tableau 13 et Tableau 14 représentent le classement des trois critères : Lisse à l'aspect, texture en bouche et texture à la cuillère. Les résultats du consensus sont les suivants : les combinaison L1/Inter (70/30 et 60/40) et Ex/Inter (60/40), n'apportent aucune texture ni en bouche ni à la cuillère. On remarque également que l'ajout de l'amidon Inter entraîne l'apparition de peau d'orange ce qui n'est pas recherché.

Tableau 12: classement de lisse à l'aspect des produits finis (de gauche, le moins lisse, à droite, le plus lisse) des essais avec deux amidons

Aspect lisse	---	--	-	+/-	++	+++
Echantillon	Amidon L1/Inter 60/40	Amidon L1/Inter 70/30	Amidon Ex/Inetr 60/40	-Amidon Ex/Inetr 70/30 -Amidon L1 100%	Amidon MAR / Inter 70/30	Amidon Ex 100%

Tableau 13: classement de la texture à la cuillère des produits finis (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture) des essais avec deux amidons

Texture à la cuillère	---	--	-	+	++	+++	++++
Echantillon	Amidon L1/Inter 60/40	Amidon L1/Inter 70/30	Amidon Ex/Inetr 60/40	Amidon Ex/Inetr 70/30	Amidon L1 100%	Amidon MAR / Inter 70/30	Amidon Ex 100%

Tableau 14: classement de la texture en bouche des produits finis (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture) des essais avec deux amidons

Texture en bouche	---	--	-	+	++	+++	++++
Echantillon	Amidon L1/Inter 60/40	Amidon L1/Inter 70/30	Amidon Ex/Inetr 60/40	Amidon Ex/Inetr 70/30	Amidon L1 100%	Amidon MAR / Inter 70/30	Amidon Ex 100%

4. Conclusion

Ces essais montrent que l'association de deux amidons semble être une solution intéressante pour remplacer l'amidon modifié de référence, dans un yaourt brassé, il faut juste tomber sur les 2 amidons qui sont complémentaires. En effet, l'aspect lisse recherché dans les produits finis est obtenu uniquement dans une combinaison sur les 7 testées et les autres combinaisons permettent uniquement d'avoir une bonne texture en bouche et à la cuillère avec aucun aspect lisse. D'autres combinaisons peuvent être testées dans les prochains essais.

II. Etude de l'influence de la variation de taux protéique et la quantité de l'amidon sur les produits finis

1. Objectif et organisation des essais

Outre le fait que les protéines sont une excellente source de nutrition, elles jouent un rôle important dans l'apport de propriétés sensorielles et texturales désirables dans les produits finis.

Aujourd'hui les consommateurs recherchent des produits finis ayant une bonne texture en bouche et à la cuillère.

Ayant comme témoin un produit brassé avec 1,7% de protéines et 3% d'amidon, l'objectif est d'augmenter le taux protéique tout en diminuant le pourcentage de l'amidon.

Le but est de voir quel pourcentage de taux protéique est équivalent à celui de l'amidon dans une formule de brassé.

Les essais réalisés, avec les paramètres de process standards, sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 15: Description des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon

N° Essai	% TP	%Amidon
1 (témoin)	1,7	3
2	2	3
3	2	2,5
4	2	2
5	2	1
6	2,5	2,5
7	2,5	2
8	2,5	1,5
9	2,5	1
10	3	1,5
11	3	1
12	3	0

2. Analyses physico-chimiques

La figure 23 représente les analyses de viscosité mesurée à J+1 et à 10°C. Pour le même taux de protéines, plus le pourcentage de l'amidon diminue plus les produits finis perdent de viscosité.

En comparaison avec le témoin 1,7. 3, les couples TP. Amidon qui lui sont proches sont : 2 . 2,5, 2. 2 et 3 . 1.

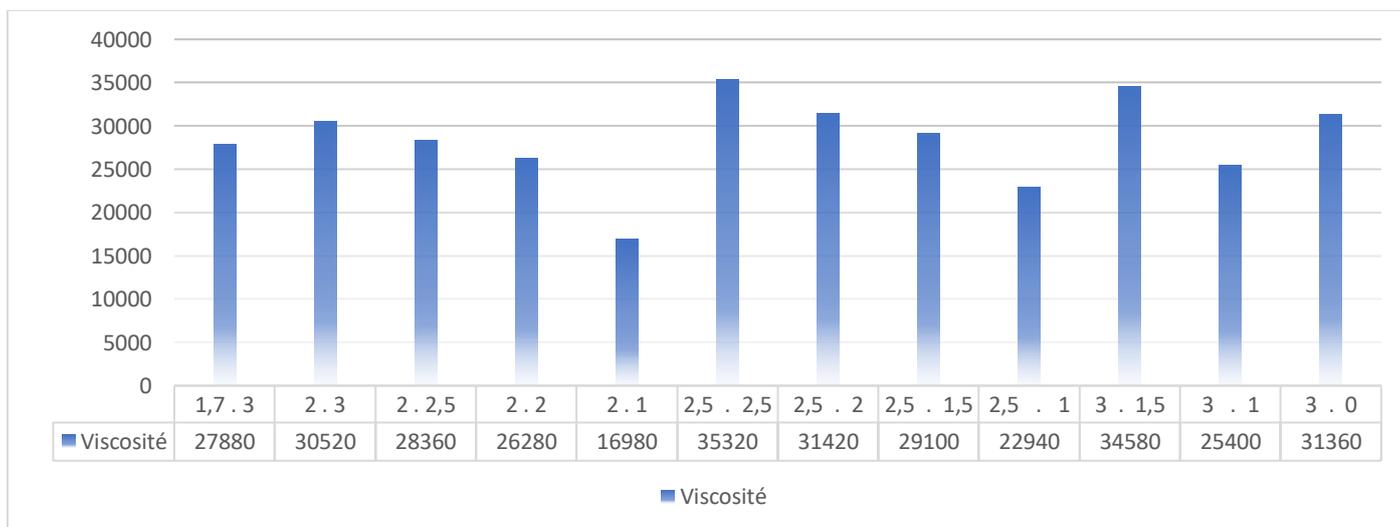


Figure 23 : Mesure de viscosité, à J+1 et à 10°C, des produits finis des essais réalisés en variant le taux protéique et

3. Analyses sensorielles

Pour l'organisation de l'analyse sensorielle des échantillons, les produits finis sont répartis en des groupes du même taux protéique et seulement le pourcentage de l'amidon qui change. Donc on distingue 3 groupes : le premier avec un taux protéique de 2%, un second avec 2,5% et le dernier avec 3%.

Les Tableaux de 16 à 21 représentent le classement au sein du même groupe, en plus du témoin, qui est réalisé selon 3 critères : Lisse à l'aspect, texture en bouche et texture à la cuillère.

Pour le même taux protéique, plus on augmente la quantité de l'amidon plus on gagne de texture et le produit fini devient de plus en plus lisse. Et pour la même quantité d'amidon, plus on augmente le taux protéique, plus le produit fini devient très épais.

✓ Groupe 1 :

Tableau 16: classement de lisse à l'aspect des produits finis du 1er des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins lisse, à droite, le plus lisse)

Aspect lisse	+		++	+++	
Echantillon	2 . 1	2 . 2	2 . 2,5	2 . 3	1,7 . 3

Tableau 17: classement de la texture en bouche et à la cuillère des produits finis du 1er des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture)

Texture à la cuillère et en bouche	-	--	++	+++	
Echantillon G1	2 . 1	2 . 2	1,7 . 3	2 . 3	2 . 2,5

✓ Groupe 2 :

Tableau 18: classement de lisse à l'aspect des produits finis du 2ème des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins lisse, à droite, le plus lisse)

Aspect lisse	-	+/-	++	++	+++
Echantillon G2	2,5 . 1,5	2,5 . 2	2,5 . 2,5	2,5 . 1	1,7 . 3

Tableau 19: classement de la texture en bouche et à la cuillère des produits finis du 2ème des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture)

Texture à la cuillère et en bouche	-	+/-	+	++	+++
Echantillon G2	2,5 . 2,5	2,5 . 2	2,5 . 1,5	1,7 . 3	2,5 . 1

✓ **Groupe 3 :**

Tableau 20: classement de lisse à l'aspect des produits finis du 3ème groupe des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon (de gauche, le moins lisse, à droite, le plus lisse)

Aspect lisse	-	--	++	+++
Echantillon G3	3 . 0	3 . 1	3 . 1,5	1,7 . 3

Tableau 21: classement de la texture en bouche et à la cuillère des produits finis du 3ème des essais réalisés en variant le taux protéique et la quantité de l'amidon groupe (de gauche, le moins texturé, à droite, le plus texture)

Texture à la cuillère et en bouche	-	+/-	++	+++
Echantillon G3	3 . 0	3 . 1	1,7 . 3	3 . 1,5

3. Conclusion

D'après cette série des essais dont le but est de d'augmenter le taux protéique et diminuer la quantité de l'amidon, afin de déterminer quel pourcentage de taux protéique peut faire fonction de combien d'amidon. En effet, pour diminuer le pourcentage d'amidon de 0,5% dans une formule de brassé, il faut augmenter le taux protéique de 0,3%.

Chapitre 6 : Mise en place d'une base de données en VBA Excel

I. Introduction :

A l'heure actuelle, les bases de données informatiques sont employées dans le but de stocker, organiser et analyser les données.

Les bases de données collectent les résultats et les organisent pour que ces dernières soient facilement consultables, gérables et mises à jour.

La création d'une base de données rassemblant tous les résultats des essais réalisés va être à la disposition des développeurs pour leurs futurs projets.

En effet, une base de données est un ensemble d'éléments connectés qui peut être créé par Microsoft Excel.

Excel ne permet pas par défaut d'exécuter des actions aussi ciblées sur des besoins spécifiques, mais propose deux outils différents et complémentaires pour développer des fonctions dédiées : l'enregistreur des macros et l'éditeur VBA (Visual Basic for Application)

Excel VBA est un langage de programmation permettant d'utiliser du code Visual Basic pour exécuter les nombreuses fonctionnalités de l'application Excel.

L'environnement VBA fait appel à du codage dans un langage dédié en vue de développer de véritables outils distincts.

II. L'interface de la base de données

CENTRALE DANONE

STARCH PROJECT
(R&I Service, Centrale Danone)

DANONE RESEARCH

+ Add Test **✓ Save/Update** **🗑 Delete** **+ Add Picture**

Select Test: L-MAR55180 Test ID: 49

Test code: L-MAR55180 Starch Name: MAR

Type: A Starch Origin: Waxy maize

Chemical Modification: Crosslinking/ Stabilisation Purchase Price:

Denomination: Acetyl Preferred Vendor: 1

Viscosity: 23660 Code: E1422

Degree of Cook: Good cook

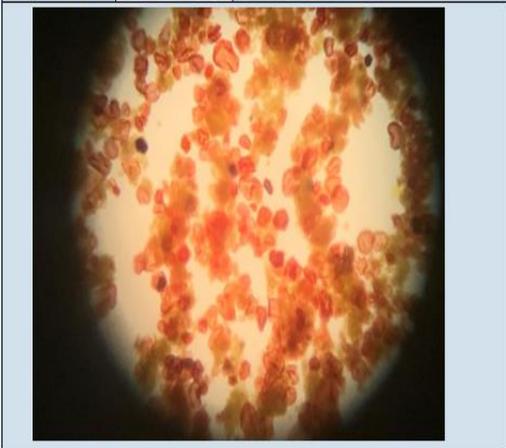


Figure 24: Interface de la base de données

III. Mode de fonctionnement de la base de données

C'est une base de données qui permettra à la fois : Le stockage, la visualisation et la mise à jour des données.

Pour cela le stockage et la mise à jour, 4 macros ont été mises en action pour faciliter la gestion des données :

1) Macro [Add a test] : Permet de vider tous les champs afin d'ajouter les informations d'un nouveau test.

Pour ajouter un test, il faut lui fournir un code composé de 4 parties :

- L ou P : L s'il s'agit d'un test à échelle laboratoire et P pour un essai à échelle pilote
- 3 à 4 lettres représentatifs du nom de l'amidon testé
- La température de préchauffage utilisé
- La pression d'homogénéisation appliquée au test.

2) Macro [Save/Update] : Permet l'ajout automatique d'un nouveau test à la table de données ou la mise à jour d'un autre après modification d'une information ou plus.

3) Macro [Delete] : permet la suppression d'un test de la table des données.

4) Macro [Add Picture] : Permet l'insertion des images à partir de l'ordinateur.

Pour la visualisation d'un test avec un amidon défini, il faut juste le choisir dans le champ : ' Select a code' et l'affichage de toutes les informations se fait automatiquement. Ces informations incluent les caractéristiques de l'amidon concerné : fournisseur, origine, type, modification chimique, code, dénomination, et le prix ainsi que la lame d'amidon et la viscosité du test.

Conclusion

Une excellente découverte de la recherche et innovation dans un centre de recherche de grande ampleur : Centre Pilote R&D de Centrale Danone.

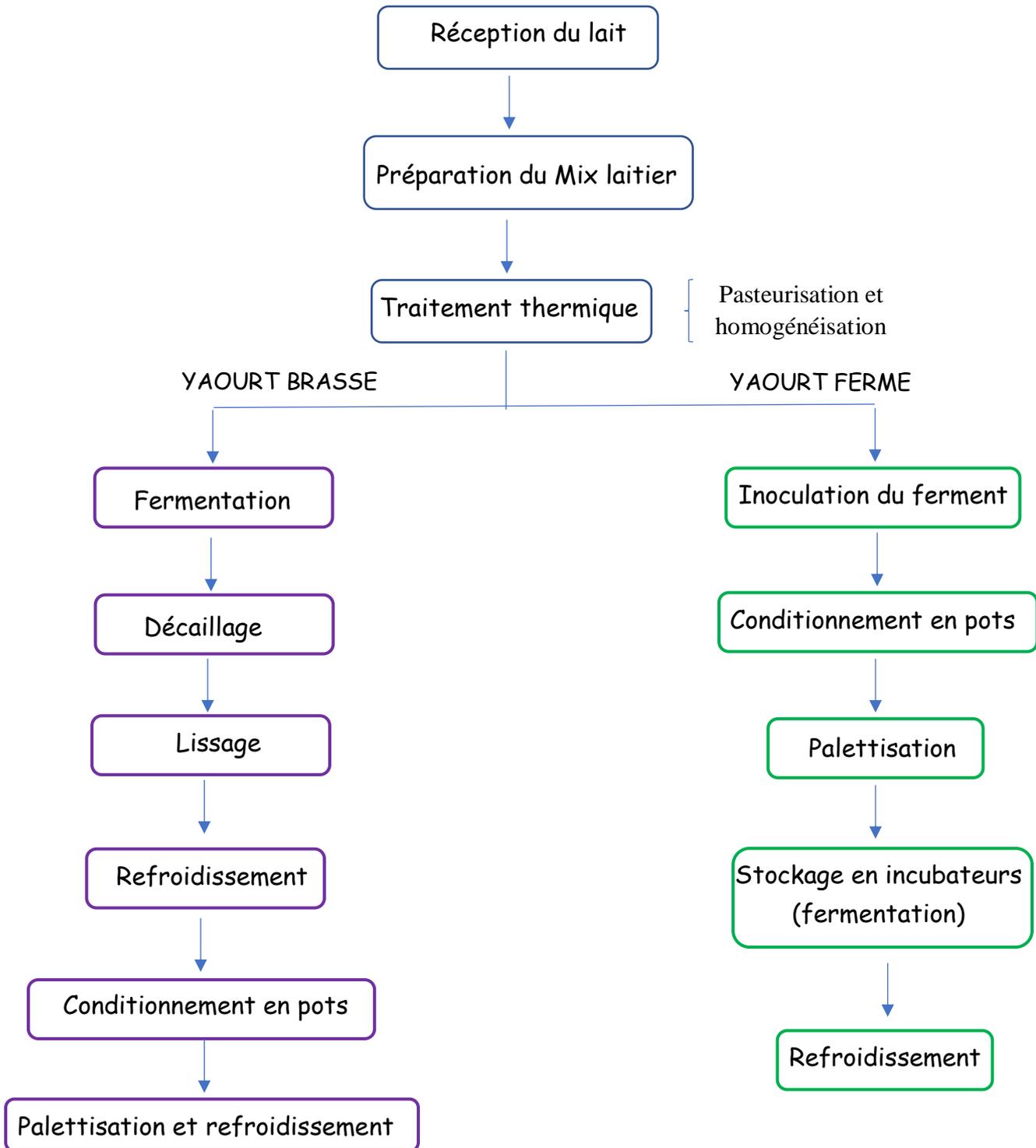
Arrivant à la fin de ce projet dont le thème était la caractérisation des amidons dans une masse blanche fermentée par la construction d'un plan d'expérience et planification.

Dans cette étude, tous les amidons existants au niveau du pilote et ceux recommandés par les fournisseurs ont été testés, dans un premier temps à échelle laboratoire, avec différentes températures de préchauffage et pression d'homogénéisation afin de conclure sur le couple température/pression convenable pour l'utilisation de chacun d'eux. Après, des essais à échelle pilote ont été programmés afin de trouver un alternatif de l'amidon de référence de Centrale Danone dans les produits brassés, et qui ont validé les résultats obtenus à échelle laboratoire. Ainsi que des solutions innovantes en interne ont été développées afin de minimiser le risque de rupture de stock en certains amidons : Combinaison de deux amidons complémentaires et diminution du dosage de l'amidon en dépend de celui du taux protéique.

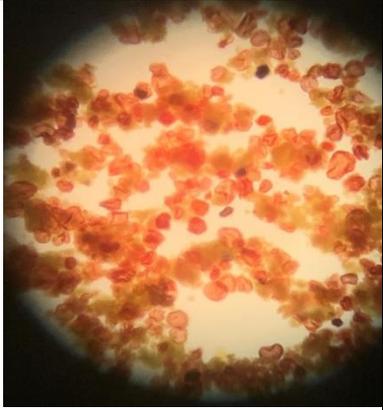
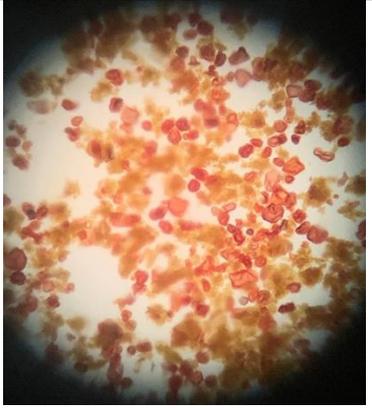
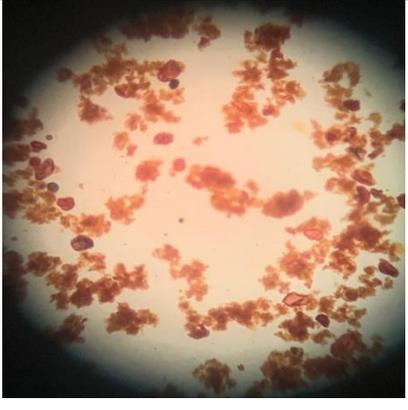
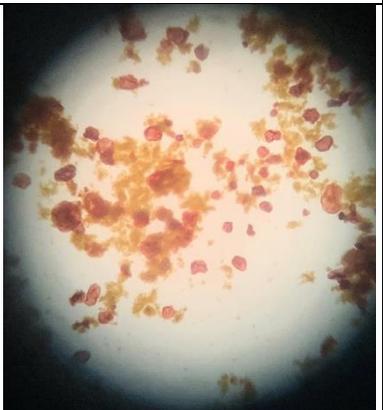
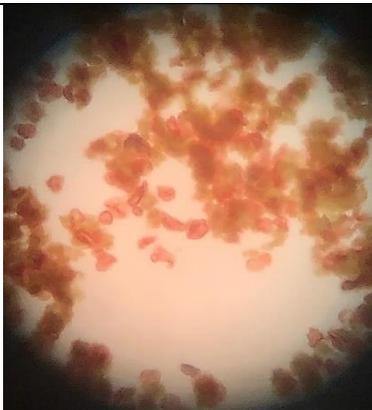
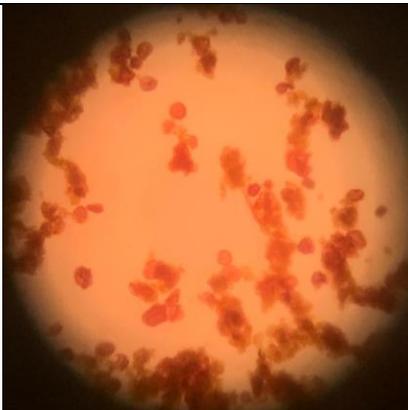
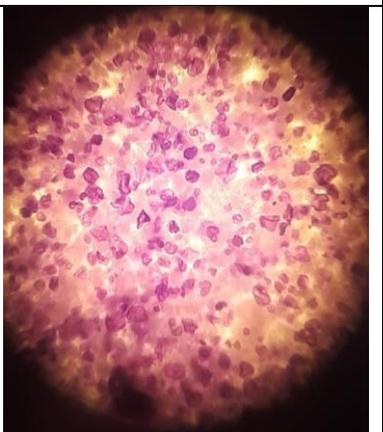
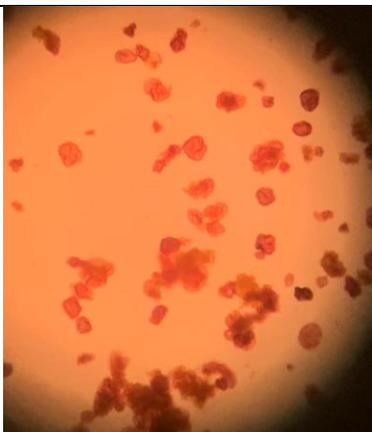
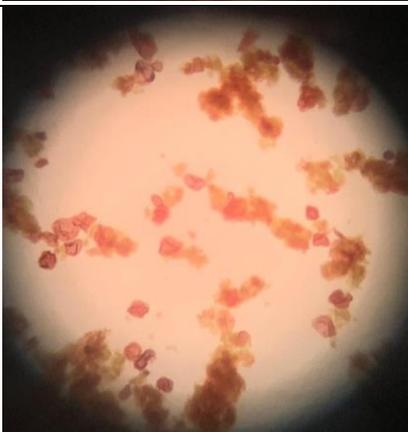
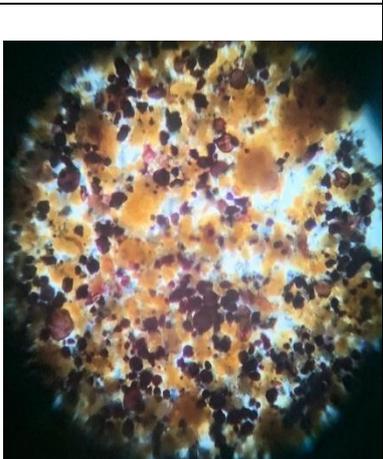
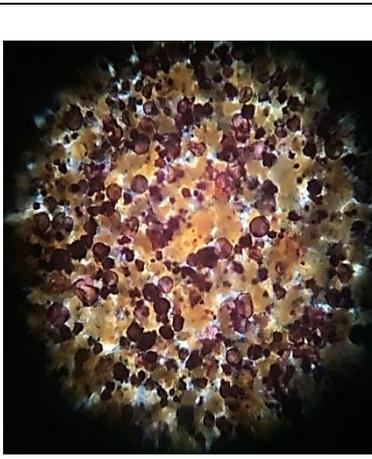
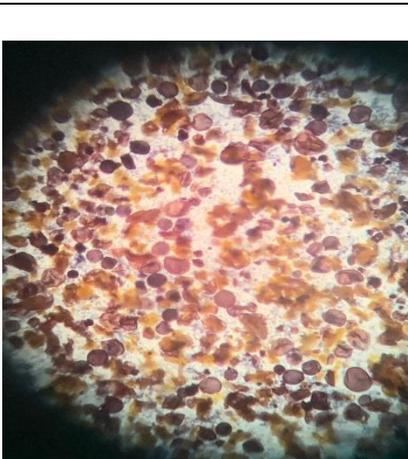
Concernant la dernière partie, la mise en place dans une base de données pour le stockage, la visualisation et la mise à jour des résultats des essais à échelle laboratoire et aussi ceux à échelle pilote pour qu'ils soient à la disposition des développeurs pour leurs futurs projets, était une immense occasion pour travailler sur la programmation en Excel VBA.

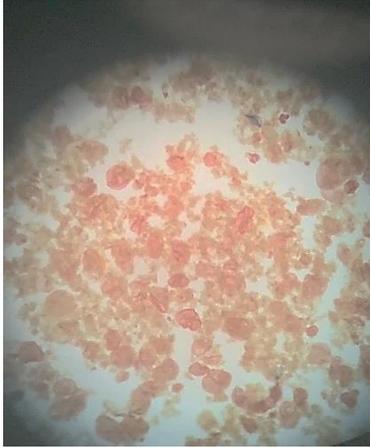
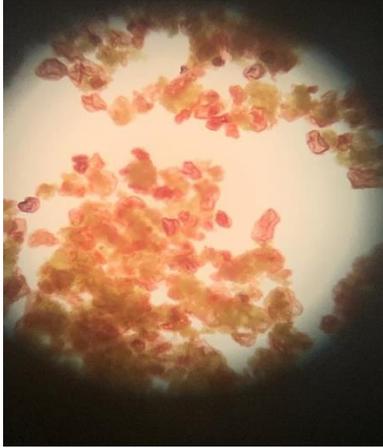
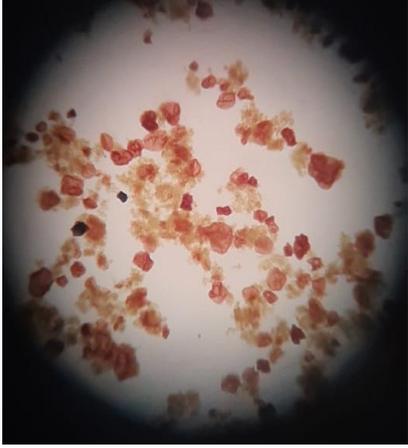
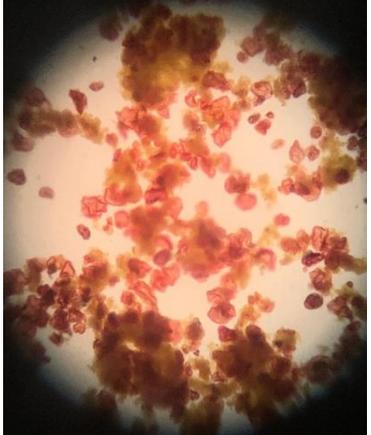
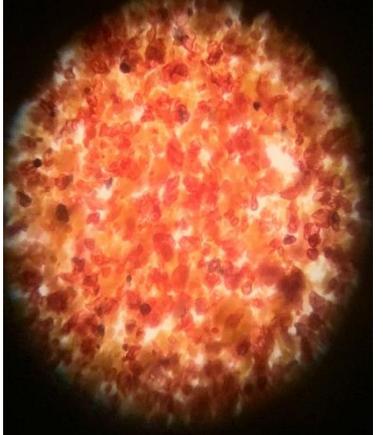
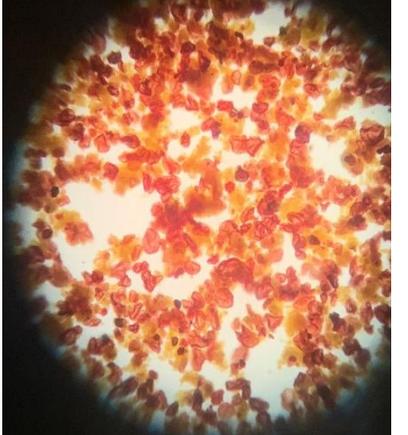
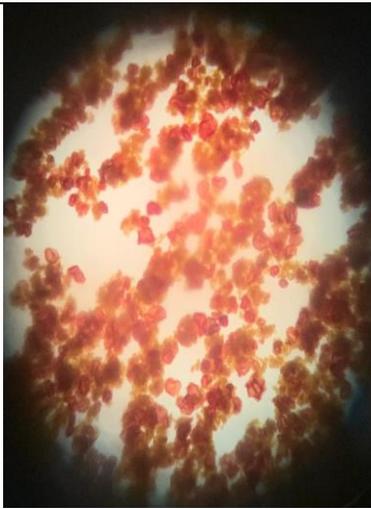
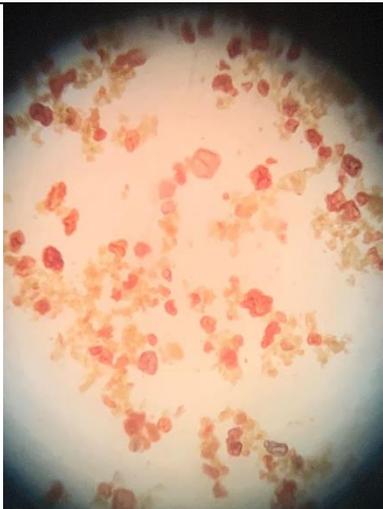
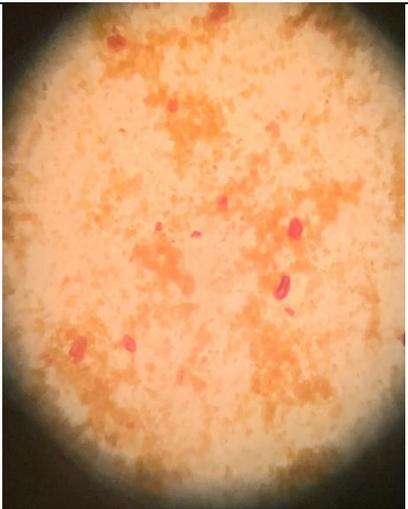
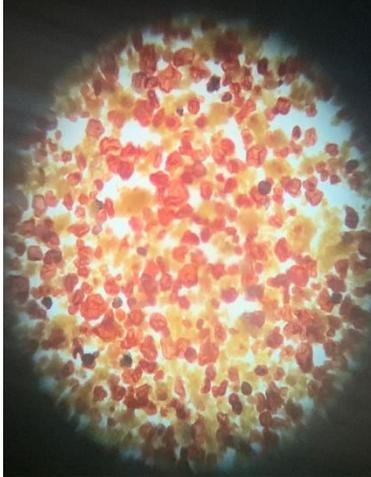
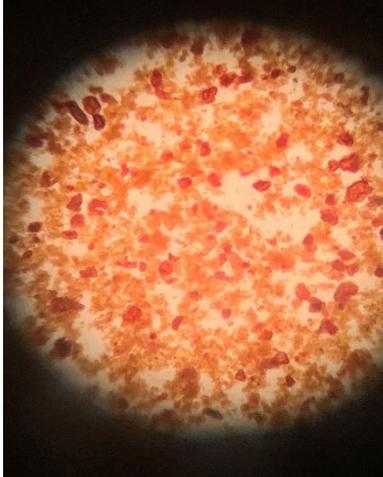
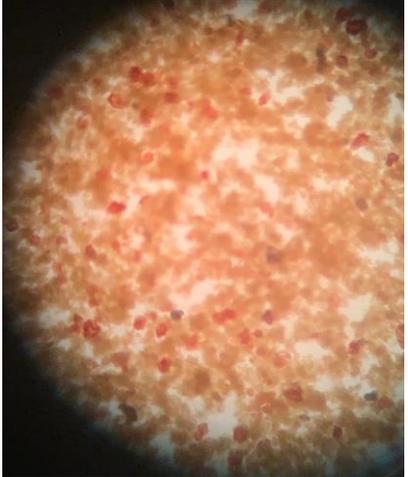
Annexes

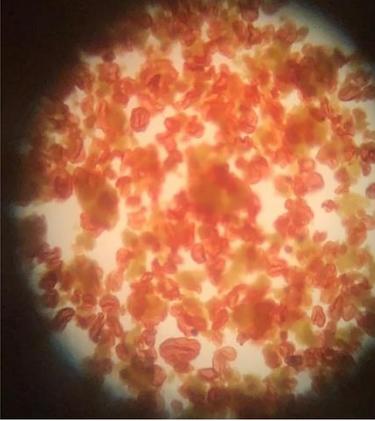
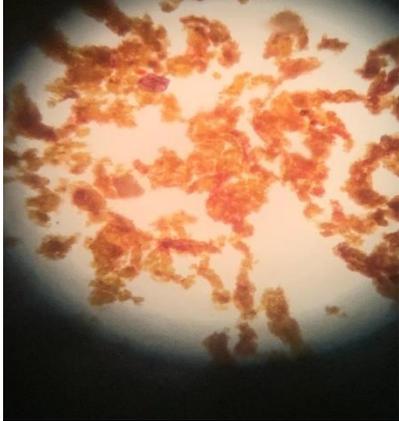
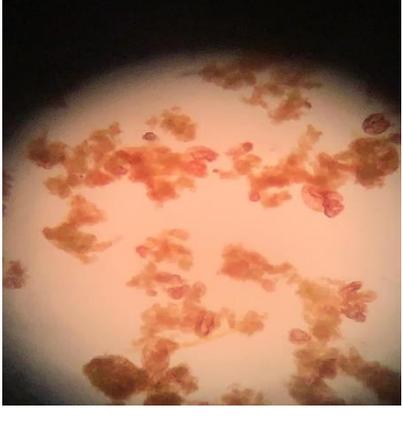
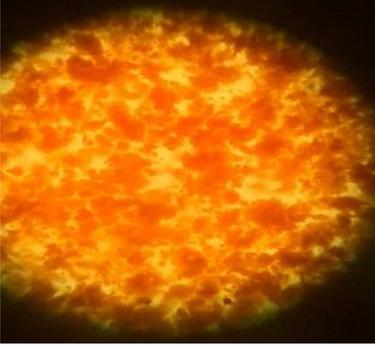
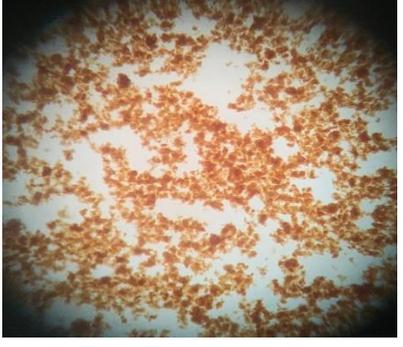
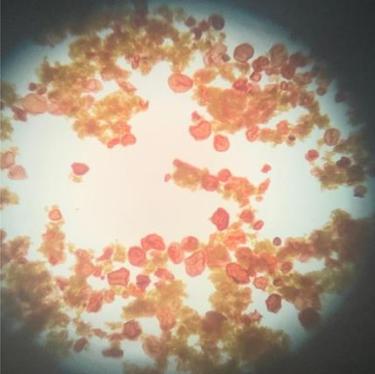
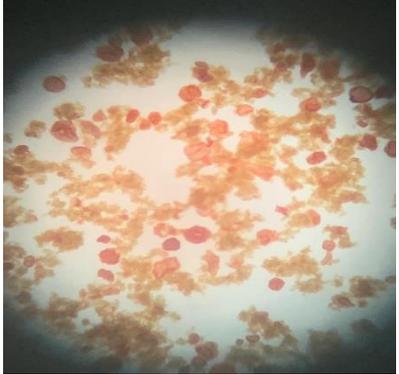
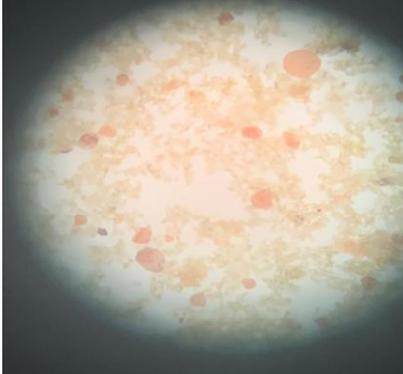
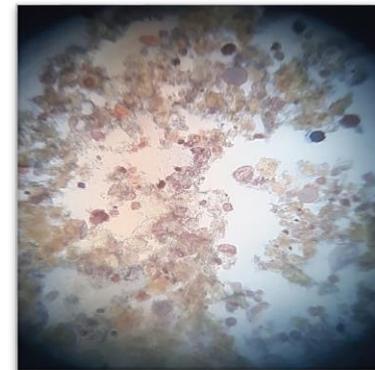
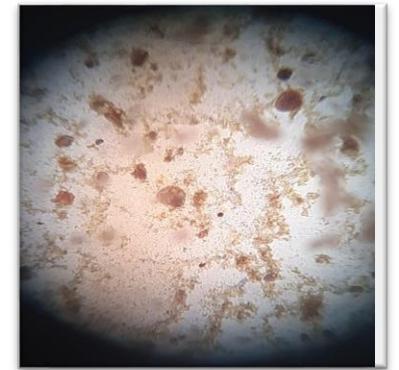
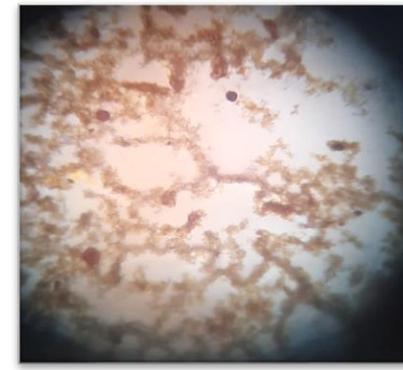
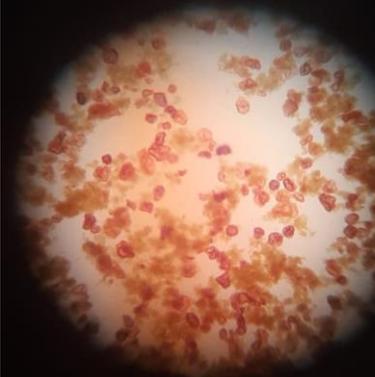
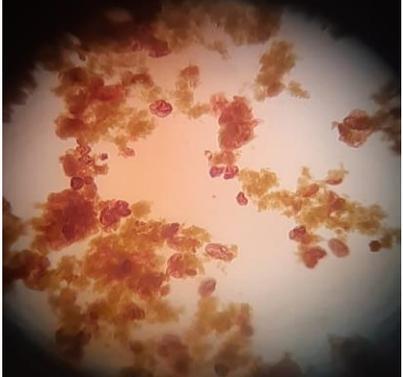
Annexe 1 : Diagramme de fabrication de yaourt ferme et brassé



Annexe 2 : Tableau des images des lames des grains des amidons testés aux différentes températures de préchauffage

Nom de l'amidon	Lame d'amidon à 55°C	Lame d'amidon à 60°C	Lame d'amidon à 65°C
Amidon Ex			
Amidon Inter			
Amidon C1			
Amidon y88			

<p>Amidon Flo1</p>			
<p>Amidon L1</p>			
<p>Amidon L2</p>			
<p>Amidon L3</p>			

Amidon MAR			
Amidon C2			
Amidon Flo2			
Amidon Gx			
Amidon y89			

Références

(s.d.).

AgriMaroc.ma, R. (2019, Décembre 30). *Agri Maroc*. Récupéré sur <https://www.agrimaroc.ma/etapes-transformation-lait-conduite/>

BOURSIER, B. (2005, septembre 10). Amidons natifs et amidons modifiés. *Techniques de l'ingénieur Agroalimentaire*.

C.BÉAL, & I.SODINI. (2019, décembre 10). Fabrication des yaourts et des laits fermentés. Paris: Éditions techniques de l'ingénieur.

CALLON, M., & LATOUR, B. (1990). *La science telle qu'elle est faite*. Paris: Editions la découverte.

Danone. (2019). *Rapport Annuel*. Récupéré sur www.danone.com

Décret n°88-1203, n°88-1203 (décembre 30, 1988).

Goupy, J. (2001). *Introduction aux plans d'expériences* . . Paris: Ed. Dunod.

Jeanet, R., Croguennec, T., Mahaut, M., Schuck, P., & Brulé, G. (2008). *Les produits laitiers*. Paris: Ed. Tec & Doc Lavoisier.

OCDE. (2016). *Manuel de Frascati 2015 : Lignes directives pour le recueil et la communication des données sur la recherche et le développement expérimental, Mesurer les activités scientifiques, technologiques et d'innovation*. Paris: OECD Publishing.

RAHALI, V., & MENARD, J. (1991). Influence des variantes génétiques de la B-lactoglobuline sur la composition du lait et son aptitude fromagère. *Lait* 71 : 275-297.

S.POUGHEON, S., & J.GOURSAUD. (2001). Le lait caractéristiques physicochimiques. 6 (566 pages).

Schumpeter, J. (1911). *Théorie de l'évolution économique*.

Tinsson, W. (2010). *Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques*. Berlin: Springer.

Watts, B., Ylimaki, G., Jeffery, L., & Elias, L. (1991). *Méthodes de base pour l'évaluation sensorielle des aliments*. Ottawa: Centre de recherches pour le développement international.