



Réf :...../UAMOB/F.SNV.ST/DEP.BIO/2022

MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE MASTER

Domaine : SNV Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Biochimie Appliquée

Présenté par :

M^{lle} SELMANE Yasmine & M^{lle} TOUAT Amina

Thème

**Optimisation de la fabrication d'un lait fermenté type yaourt
ferme à base de fruit du caroubier**

Soutenu le : 06/07/2022

Devant le jury composé de :

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Grade</i>		
M. MAHDJOUR Mohamed Malik	MCB	Univ. de Bouira	Président
M. REMINI Hocine	MCB	Univ. de Bouira	Promoteur
M ^{lle} . DJELLAL Samia	Doctorante	Univ. de Bouira	Co-promotrice
M. KADRI Nabil	Professeur	Univ. de Bouira	Examineur

Année universitaire : 2021/2022

Remerciement

En préambule à ce mémoire, nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères à Dieu de nous avoir aidés à réaliser ce travail.

Nous tenons à exprimer nos plus vifs remerciements à :

Tout d'abord, ce travail ne serait pas réalisé sans l'aide de l'encadrement de **M. REMINI Hocine**, on le remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel.

On tient aussi à remercier sincèrement notre chère co-promotrice **M^{lle}. DJELLAL Samia** qui a été avec nous du début jusqu'à la fin, elle nous a donné une grande mine d'informations, elle nous a toujours motivés dans tous les domaines. Elle était comme notre sœur, nous lui consacrons le plus grand amour, appréciation et respect de son implication.

On remercie aussi les membres de jury **M. Professeur KADRI Nabil** et **M. MAHDJOUR Mohamed malik**.

Sans oublier **M. MOUSSA Hamza** qui nous a guidé et aidé, on remercie aussi l'ingénieur du laboratoire de l'institut technologique **M. Said**, ainsi que le directeur de **Pigmacolor** de nous avoir acceptées au sein de l'entreprise, nos vifs remerciements s'adressent à toute l'équipe du laboratoire de science de la nature et de la vie et science de la terre.

Yasmine & Amina

Dédicace

C'est avec profonde gratitude et sincère mots, que je dédie ce modeste travail de fin
d'études

A mes chers parents qui ont sacrifié leur vie pour notre réussite. Ils nous ont éclairé le
chemin par leurs conseils judicieux.

J'espère qu'un jour je pourrai leurs rendre un peu de ce qu'ils ont fait pour nous, que
dieu leur prête le bonheur et une longue vie.

Je dédie aussi ce travail à mon frère *Rafik Abd el-raouf*

A ma sœur *Wissam* et son époux *BOURENANE Mbarek* et notre petite princesse
Fatima.

A mon très cher grand-père maternel *Djedi Remdane*

A mes chers anges *Yanis, Sonia & Loula.*

A ma famille *SELMANE & GOUFI*, à mes amies *Djahida, Amel, Katia & Fariza.*

A ma chère binôme *Amina* pour sa patience sa gentillesse et sa générosité tout au long
de nos études, ainsi à toute sa famille.

A toute la promotion Biochimie appliqué et à toutes les personnes du laboratoire.

YASMINE

Dédicace

C'est avec profonde gratitude et sincère mots, que je dédie ce modeste travail de fin
d'études

A mes chers parents qui ont sacrifié leur vie pour notre réussite. Ils nous ont éclairé le
chemin par leurs conseils judicieux.

J'espère qu'un jour je pourrai leurs rendre un peu de ce qu'ils ont fait pour nous, que
dieu leur prête le bonheur et une longue vie.

Je dédie aussi ce travail à mon unique frère *Ahcene*

Ames sœurs :

Lynda et son époux *AKKACHE Mourad* et leurs petite *Rahil*.

Faiza et son époux *SILINI Mouloud* et leurs enfants *Adem & Haitham*.

A ma chère *Nour el Houda*.

A ma famille *TOUAT&KADI*, à mes amis *Katia, Amel, Djahida* et *Soumicha*.

A ma chère binôme *Yasmine* pour sa patience sa gentillesse et sa générosité tout le long
de nos études, ainsi à toute sa famille.

A toute la promotion Biochimie appliqué et à toutes les personnes du laboratoire.

AMINA

Table de matière

Introduction	1
Synthèse bibliographique	
I. Généralité sur le Yaourt.....	4
I.1. Le lait	4
I.2. Définition du yaourt	4
I.3. Procédé de fabrication du yaourt.....	4
I.3.1. Préparation du lait de vache	4
I.3.2. Traitement thermique du lait.....	5
I.3.3. Homogénéisation	5
I.3.4. Fermentation lactique	5
I.3.5. Refroidissement	5
I.3.6. Conditionnement	5
I.4. Classification de types du yaourt	5
I.5. Les analyses du yaourt	6
I.5.1. Qualité microbiologique	7
I.5.2. Qualité physico-chimique.....	7
I.6. La valeur nutritionnelle du yaourt	8
II. Présentation du caroubier (<i>Ceratonia siliqua</i> L.)	9
II.1. Définition	9
II.2. Taxonomie	9
II.3. Descriptions du caroubier	9
II.3.1. Les fruits	10
II.3.2. Les graines	10
II.3.3. Les fleurs.....	10
II.3.4. Les feuilles	10
II.4. L'origine, habitat et l'aire de répartition géographique du caroubier	11
II.4.1. En internationale	11
II.4.2. En Algérie	11
II.5. La composition chimique de la caroube	11
II.5.1. Métabolites primaires	11
II.5.2. Métabolites secondaires	12

II.6. Domaines d'utilisation du caroubier	12
II.6.1. Domaine médical	12
II.6.2. Domaine agro-alimentaire	13
II.6.3. D'autres domaines	13
III. Optimisation et plan d'expérience.....	14
III.1. Optimisation	14
III.2. Les avantages d'optimisation	14
III.3. Les plans d'expériences	14
III.3.1. Plans factoriels complets	14
III.3.2. Plans factoriels fractionnaires.....	15
III.3.3. Plans pour surfaces de réponse	15
III.3.4. Plans de mélanges	15
III.4. Analyse de la variance (ANOVA)	16
Partie pratique	
I. Matériel et méthodes	18
I.1. Matériel.....	18
I.1.1. Matériel végétale	18
I.1.2. Lait	18
I.1.3. Les ferments lactiques	18
I.2. Préparation des extraits à partir des graines et la pulpe de caroube	18
I.2.1. Extraction de galactomannane (la gomme) à partir des graines de caroube	18
I.2.2. Production de mélasse de caroube à partir de la pulpe	19
I.3. Optimisation des conditions de fabrication de yaourt ferme à base de caroube	19
I.4. La fabrication du yaourt ferme.....	22
I.5. Analyse Physico-chimique du yaourt ferme	24
I.5.1. Détermination du pH et l'acidité titrable (AT)	24
I.5.2. Viscosité	24
I.5.3. Mesure de couleur	24
I.6. Validation du plan expérimental Box-Benhken	25
I.6.1. Analyses microbiologiques de l'optimum	25
I.6.2. Traitement des données et logiciel	27
II. Résultats et discussion	Error! Bookmark not defined.

II.1. Les analyses physicochimiques et microbiologiques du lait de vache frais	29
II.2. La méthodologie des plans d'expériences pour l'optimisation de la fabrication du yaourt ferme a base de caroube	30
II.2.1. Analyses statistiques des résultats du plan expérimental	33
II.2.2. Validation de modèle	35
II.3. Analyse des résultats physicochimique (réponse) de l'optimisation de la fabrication de yaourt ferme à base de caroube	35
II.3.1. Influence de la mélasse sur le pH, AT, viscosité et la couleur	36
II.3.2. L'influence de la gomme de caroube sur le pH, AT, viscosité et la couleur	37
II.3.3. L'influence de temps sur le pH, AT, viscosité et la couleur	38
II.3.1. L'influence de température sur le pH, AT, viscosité et la couleur	38
Conclusion	41

Liste des abréviations

°D	Degré Dornic.
AMS	Système de traite automatique.
AT	Acidité titrable.
BBD	Box-Benhken.
CP	Composés Phénoliques.
Eq	Equation.
EST	Extrait Sec Total.
GC	Gomme de Caroube.
L*	Lumineuse.
LB	<i>Lactobacillus bulgaricus</i> .
MC	Mélasse de Caroube.
MSR	Gélose de Man Rogosa Sharpe.
PCA	Plat Count Agar.
SFB	Bouillon Sélénite Cystine.
ST	<i>Streptococcus thermophilus</i> .
VRBL	Violet Red Bile Lactose Agar.

Liste des figures

- Figure 2 : Diagramme générale de procéder de fabrication du yaourt ferme à base de la caroube.....23
- Figure 3: Les courbes de surface de réponse de l'effet interactionnel de la mélasse sur les réponses; y_1 : pH (a), y_3 : la viscosité (b), y_4 :la couleur (c).37
- Figure 4: Les courbes de surface de réponse de l'effet interactionnel de la gomme de caroube sur les réponses; y_3 : viscosité (a), y_3 : la viscosité (b).38

Liste des tableaux

Tableau I: Types de yaourt.	6
Tableau II: Normes microbiologiques algérienne d'un yaourt.....	7
Tableau III : Normes physico-chimique algérienne d'un yaourt.	8
Tableau IV: La composition minérale de la pulpe de caroube.	10
Tableau V : Les composés primaire du caroubier.	11
Tableau VI : Les variables codées et non codées choisies pour le plan de Box-Benhken.	20
Tableau VII : Matrice de plan d'expérience réalisé.	21
Tableau VIII : Analyses microbiologiques du yaourt ferme à base de caroube.	25
Tableau IX : Les propriétés physicochimiques et microbiologiques du lait cru.....	29
Tableau X : Matrice de plan d'expérience de Box-Benheken obtenu.....	31
Tableau XI : Analyses des résultats de régression de la production de yaourt à base de la caroube.....	34
Tableau XII : validation du modèle.....	35

INTRODUCTION

Introduction

La sensibilisation des consommateurs et les informations disponibles sur les modes de vie sains ont augmenté la demande d'aliments présentant des avantages nutritionnels spécifiques, tels que les aliments fonctionnels contenant des probiotiques (**Mousavi, Heshmati, Garmakhany, Vahidinia, & Taheri, 2019**). Les probiotiques, un type d'aliment fonctionnel, sont décrits comme des micro-organismes vivants qui procurent des avantages pour la santé à l'hôte lorsqu'ils sont pris en quantités appropriées (**Hill et al., 2014**). Le yaourt, plus que les autres produits laitiers, est l'aliment contenant des probiotiques le plus connu dans le monde, est un produit laitier fermenté obtenu par fermentation lactique du lait par *Streptococcus thermophiles* et *Lactobacillus bulgaricus* (**Liu, Siezen, & Nauta, 2009; Vilain, 2010**).

Le yaourt est maintenant largement consommé principalement en raison de sa disponibilité dans une grande variété de saveurs. Le yaourt enrichi de fruits ajoute une bonne variété en termes de goût et de bienfaits pour la santé selon le type de fruit utilisé pour le produire, et donne le choix au consommateurs (**Selvamuthukumaran & Khanum, 2015**).

Le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) est un arbre de la famille des légumineuses possédant d'énormes intérêts socio-économiques et écologiques (**Bouaziz, Zidi, & Mnif**). Grâce à sa propriété d'adaptation poussée aux contraintes hydriques il est de plus en plus utilisé pour de nombreux types de produits alimentaires de nos jours. La gomme mucilagineuse (E-410) est utilisée dans plusieurs domaines industriels du fait de ses propriétés techno- fonctionnelles (stabilisant, épaississant, agglomérant et gélifiant) (**Avallone, Plessi, Baraldi, & Monzani, 1997**). La caroube est largement utilisée en médecine pour le traitement de nombreuses maladies telles que la grippe, la toux, la diarrhée, le drainage intestinal, le reflux, l'anémie, le diabète...etc. (**Badem & Alpkent, 2018**). La mélasse de caroube est un produit traditionnel fabriqué depuis de nombreuses années à partir des fruits de *Ceratonia siliqua* L, il est riche en glucides et en substances minérales et constitue un aliment important, en particulier pour les enfants en âge de croissance. Il est particulièrement important en termes de substances minérales telles que le potassium, le calcium, le phosphore, le magnésium et le fer (**Badem & Alpkent, 2018; Demirözü, Sökmen, Uçak, Yilmaz, & Gülderen, 2002**).

L'ajout de des extraits de différents parts des fruits de caroubes dans yaourt influence les caractéristiques sensorielles, physiques et fonctionnelles du yaourt. Plusieurs variations dans

yaourt peuvent être obtenues en fonction de la modification et de la combinaison des différentes variables.

Le MSR est efficace pour optimiser divers paramètres de processus impliquant des niveaux d'ingrédients et formulation de différents produits alimentaires (**Goupy, 2006**). C'est un modèle utile dans l'étude des facteurs qui affectent les réponses en les faisant varier simultanément et il peut également être utilisé pour étudier la relation entre une ou plusieurs réponses (variables dépendantes) et facteurs (variables indépendantes). Le MSR réduira le nombre d'essais et fournira de multiples approches de régression (**Ghasempour, Alizadeh, & Bari, 2012**).

Il n'y a cependant pas beaucoup de rapports dans la littérature pour expliquer et étudier comment l'ajout des extraits de fruit de caroube affecte la qualité physique chimiques du yaourt. En plus l'application du MSR a été peu adoptée dans des études liées au yaourt ferme à base de caroube.

Par conséquent, le but de ce travail est d'optimiser les paramètres de fabrication d'un yaourt ferme à base de caroube avec suivi de certaines modifications physiques et chimiques du yaourt (pH, acidité titrable, viscosité et couleur (L^*)) à l'aide de la méthode de surface de réponse en utilisant le modèle de Box-Benhken (BBD).

SYNTHÈSE

BIBLIOGRAPHIQUE

Généralité sur le Yaourt

I.1. Le lait

Le lait est un aliment universel présent dans toutes les civilisations, est une matière première donne naissance à une pluralité de produits laitiers tel que ; laits fermenté, fromages, yaourts...etc. (Bourlioux, Braesco, & Mater, 2011). Il est riche en apport nutritionnel comme les lipides, protéines, glucides, calcium, magnésium, zinc, vitamine (B2 B12 D...) (Vilain, 2010). Est reconnu sous plusieurs types : lait cru, lait en poudre, pasteurisée, lait de vache... etc. le lait est un milieu nutritif qui favorise la prolifération des germes, il est donc nécessaire de lui faire subir des traitements thermiques qui permettent d'inhiber la croissance bactérienne et les réactions enzymatiques pour le conserver (Vilain, 2010).

I.2. Définition du yaourt

Le yaourt un produit issu de lait par fermentation avec une culture mixte constituée de *Streptococcus thermophilus*(ST) et de *Lactobacillus bulgaricus* (LB) (Farag, Saleh, El Ahmady, & Elmassry, 2021; Liu et al., 2009). La production de yaourt en tant que produit laitier fermenté a été lancée au Moyen-Orient et s'est répandue dans le monde entier. Comparé au lait, le yaourt est plus nutritif et constitue une excellente source de protéine, calcium, phosphore, riboflavine, thiamine, vitamine B12, de magnésium et de zinc(Gahruie, Eskandari, Mesbahi, & Hanifpour, 2015).

I.3. Procédé de fabrication du yaourt

Le processus de fabrication passe par plusieurs étapes nécessaires dans la production de yaourt :

I.3.1. Préparation du lait de vache

Elle doit être de bonne qualité microbiologique et parfaitement homogénéisé et l'augmentation de cette teneur améliore les propriétés organoleptiques du yaourt ainsi que sa consistance(Chandan, 2017). Dans tout ce qui est suit la dénomination « lait » fait allusion au « lait de vache ».

I.3.2. Traitement thermique du lait

La pasteurisation à 90-95°C pendant 3 à 5 min permet de réduire les micro-organismes pathogènes pouvant être présente dans le lait pendant cette étape du traitement, les protéines de lactosérum peuvent être dénaturé, ce qui les rend moins allergènes (Chandan, 2017).

Après pasteurisation, le lait est refroidi à 45°C. Avant ensemencement, il doit subir les analyses microbiologiques et physicochimiques appropriées(Chandan, 2017).

I.3.3. Homogénéisation

Le lait doit être homogénéisé pour but d'éviter la remontée de la matière grasse au cours de l'incubation à la surface des pots de yaourts et d'améliorer la consistance et la viscosité du yaourt(Chandan, 2017).

I.3.4. Fermentation lactique

Le mélange homogénéisé à température de 42°C, a été inoculé par *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus bulgaricus* en respectant les proportions optimales entre les souches de bactéries et laissé incuber au repos jusqu'à ce que le pH atteigne 4,6. Pendant la fermentation du yaourt l'acide lactique est produit à la suite de la croissance bactérienne.

Ensuite, l'addition d'éventuels arômes et colorants alimentaires. L'incubation se fait entre 42 et 45°C pendant 2 h 30 à 3 h 30 (jusqu'à coagulation) (Chandan, 2017).

I.3.5. Refroidissement

Est une étape appliquée dès que le caillé a atteint l'acidité désirée pH de 4.5 à 4.6, à une température de refroidissement situe en général entre 3°C et 7°C. Son but est de limiter l'activité des levains afin d'éviter une sur-acidification (Chandan, 2017).

I.3.6. Conditionnement

Les yaourts sont conditionnés en pot de 100g ou 125g en verre ou en plastique stocké à froid à 4°C, la durée limite de leur consommation est de 28 jours.

I.4. Classification de types du yaourt

De nombreuses variétés et saveurs de yaourt disponibles sur le marché (Chandan, White, Kilara, & Hui, 2008), Selon la technologie de fabrication, il existe plusieurs types de yaourt

- ✚ Le yaourt fermé et/ou étuvé dont la fermentation est effectuée après conditionnement en pot jusqu'au 80-100°D (MOUEDDEN, 2009).
- ✚ Le yaourt brassé est l'un des types de yaourt les plus favorables sur le marché actuel. dont la fermentation est réalisée en cuve, le coagulum obtenu est alors brassé puis conditionné en pots jusqu'au 100-120°D (MOUEDDEN, 2009).
- ✚ Le yaourt Grec ou bien yaourt condensé, il était fabriqué en Grèce en filtrant le lactosérum du yaourt dans un sachet de tissu. La popularité du yaourt grec est attribuée à l'attrait sain de sa teneur élevée en protéines (2 à 2,5 fois celle du yaourt ordinaire) (Chandan, Gandhi, & Shah, 2017).
- ✚ Le yaourt nature ne contient ni sucre ni édulcorant. Il est fabriqué à partir d'ingrédients laitiers et peut être fermenté en cuve et peut remplacer la crème sure (Chandan et al., 2017).
- ✚ Le yaourt glacé est appelé aussi le lait glacé congelé qui possède une saveur typique de yaourt, est un mélange de 90 % de lait glacé et de 10 % de yaourt nature.

Selon la teneur en matière grasse et matières sèches non grasses (MOUEDDEN, 2009).

Tableau I: Types de yaourt.

Types	Yaourt entier	Yaourt nature	Yaourt maigre
Teneur en matière grasse %	3-4.5%	0.5 – 2.9 %	0.5 %
Teneur en matière sèche %	8.5 %	8.5 %	8.5 %

I.5. Les analyses du yaourt

Le yaourt est un produit hautement nutritif, il constitue un milieu favorable au développement des micro-organismes, ce qui influe directement sur sa qualité physico-chimique et microbiologique, donc un contrôle de qualité est nécessaire (Maïwore et al., 2018).

I.5.1. Qualité microbiologique

L'analyse microbiologique était basé sur le **JORA, (2017)**, où des micro-organismes spécifiques ont été recherché et dénombré sur des milieux sélectifs, suivant les méthodes standards, tels que (**Maïwore et al., 2018**) :

- ❖ Plate Count agar (PCA) pour la flore totale mésophile.
- ❖ La gélose au désoxycholate lactose pour les coliformes.
- ❖ Le milieu de Baird Parker pour les staphylocoques avec test coagulase.
- ❖ La gélose TSN pour les anaérobies sulfitoréducteurs.
- ❖ Les germes aérobies et aérobies-anaérobies facultatifs thermorésistants sont recherchés sur gélose FIL.
- ❖ Les levures et les moisissures sont isolées sur milieu OGA.
- ❖ Les bactéries lactiques sur milieu MSR à pH 5,4 ou sur milieu M17.

Tableau II: Normes microbiologiques algérienne d'un yaourt.

Germes	Normes /g
Bactérie lactique	$\geq 10^8$
Coliformes totaux	≤ 10
Coliformes fécaux	≤ 1
Levures	≤ 100
Moisissures	0
Germes pathogènes absence	Absent
Acidité (acide lactique)	0.8 /100g

I.5.2. Qualité physico-chimique

Le yaourt subi a plusieurs contrôles physico-chimique, tels que (**HACHANA, REJEB, CHIBOUB, & ZNEIDI**)

- ❖ La teneur en matière grasse par la méthode acido-butyrométrique.
- ❖ La teneur en extrait sec total (EST) par méthode directe à chauffage infrarouge.
- ❖ L'acidité Dornic et le pH à 20°C et à 42°C.

Tableau III : Normes physico-chimique algérienne d'un yaourt.

	Maigre	Nature	Aromatisés
pH	4.3	4.2 à 4.3	4.2 à 4.3
Matière grasse	≤ 1	10.5 g/l	10.5 g/l
Matière sèche	117 g/l	127.5 g/l	232 g/l
Acidité à la vente	≥ 60°D	≥ 80°D	
Température de conservation		<10°C	

I.6. La valeur nutritionnelle du yaourt

La consommation mondiale de produits laitiers fermentés a augmenté en raison de leur profil nutritionnel élevé, et de leur innocuité remarquable contre les maladies d'origine alimentaire. Une quantité considérable de preuves s'est accumulée pour certains avantages tels que (Beserra et al., 2015) :

Améliore la tolérance au lactose, réduire le risque de diabète de type 2 et l'obésité.

Enfin, les produits laitiers fermentés présentent également certains activités antimicrobienne et activité contre les infections gastro-intestinales, les effets anticancéreux et la réduction du cholestérol sérique et la stimulation du système immunitaire (Chandan et al., 2017).

Présentation du caroubier (*Ceratonia siliqua* L.).

II.1. Définition

Le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) appartient à la famille des Légumineuses, il est largement cultivé dans la zone méditerranéenne où il est considéré comme un élément important de la végétation pour l'économie et des raisons environnementales (**Goulas, Stylos, Chatziathanasiadou, Mavromoustakos, & Tzakos, 2016**). Il se développe mieux dans les creux et les vallées abritées avec un sol profond et modérément asséchées (**El Hajaji et al., 2013**) avec une longévité considérable (jusqu'à 200 ans) (**BENTAHAR, KHENNOUF, BOUAZIZ, & DJIDEL, 2012**).

II.2. Taxonomie

La taxonomie selon (**Quézel & Santa, 1962**) peut être classée comme suit:

- Royaume : Plante
- Branche : Spermatophytes
- Sous la branche : Angiospermes
- Classe : Dicotylédone
- Sous - classe : Rosidae
- Ordre : Rosales
- Famille : Fabaceae (Légumineuses)
- Sous-famille : Fabalae
- Genre : *Ceratonia*
- Espèce : *Ceratonia siliqua* L.

II.3. Descriptions du caroubier

Le caroubier est un arbre parfois hermaphrodite d'importance écologique, socio-économique, industrielle et ornementale indiscutable (**BENTAHAR et al., 2012; Saidi, Lamarti, & Badoc, 2007**). En terme de produits, l'arbre et toutes ses composantes sont utiles et particulièrement le fruit.

II.3.1. Les fruits

Les fruits de caroubier (gousse) sont de grande taille de longueur, se développe très lentement environ de 9 à 10 mois pour atteindre la maturité (brun foncé) aplati, allongé ou courbé. Elle présente un tissu pulpeux sucré rafraichissant (Batlle, I., 1997). La gousse présente deux composantes majeures la pulpe 90% et les graines 10% (Batlle, 1997b).

La composition chimique de la pulpe dépend de son origine, leur culture, de l'environnement et les conditions de stockages. Elle possède une teneur élevé de sucre (Bernardo-Gil et al., 2011), et d'autre composés minérales et vitamines.

Tableau IV: La composition minérale de la pulpe de caroube (Gadoum, 2020).

Potassium (K ⁺)	Calcium (Ca ²⁺)	Phosphate	Magnésium (Mg ²⁺)	Fer (Fe ²⁺)	Zinc (Zn ²⁺)	Cuivre (Cu ²⁺)
970 mg/100g	300 mg/100g	71 mg/100g	60 mg/100g	1.88 mg/100g	0.75 mg/100g	0.85 mg/100g

La pulpe peut être utilisée comme farine aussi sous forme de mélasse (Dibs) qu'est un sirop brun épais, contient 64% de glucides utilisée en agro-alimentaire comme ingrédient.

II.3.2. Les graines

Les graines sont ovoïdes, rigides d'une couleur qui dépend de la variété, elles peuvent être marrons, rougeâtres ou noires dont la longueur et la largeur sont respectivement de 8 à 10 mm de 7 à 8 mm en moyenne (Gadoum, 2020).

Actuellement, la gomme provient de l'endosperme est le produit le plus important qui dérive de la graine, connue sous le code E-410 (galactomannane) (Bernardo-Gil et al., 2011) est utilisée dans l'industrie agroalimentaire comme gélifiant, stabilisant, épaississant et comme agent dispersant (Batlle, 1997b)

II.3.3. Les fleurs

Les fleurs sont initialement bisexuelles et aux cours de leurs développements l'une des fonctions male ou femelle est réprimée, de quelque millimètre de longueur, spiralé et réunie en un grand nombre pour former des grappes droites et axillaires (Batlle, I., 1997).

II.3.4. Les feuilles

Le caroubier perd ses feuilles en juillet chaque deux ans, ont de 10 à 20 cm de longueur persistantes coriaces alternes et caractérisées par un pétiole sillonné. Elles sont composées de

4 à 10 folioles, de couleur vert luisant sur la face dorsale et une verte pale dans la face ventral (Batlle, 1997a).

II.4. L'origine, habitat et l'aire de répartition géographique du caroubier

Le centre d'origine de caroubier reste incertain, mais des études archéobotaniques ont montré que le caroubier était présent à l'Est de la méditerranée (Syrie et Turquie) (Gadoum, 2020).

II.4.1. En internationale

La distribution du caroubier est limitée par des stress liés aux froids, il se trouve à l'état sauvage dans la région méditerranée (Turquie, Syrie, Arabie, Tunisie..) avant d'atteindre l'Ouest de la méditerranée. Il a été disséminé par les grecs en Grèce et en Italie et par les arabes le long de la côte Nord de l'Afrique, au Sud et à l'Est de l'Espagne. Dès lors, il a été diffusé au Sud du Portugal et au Sud-est de France.

II.4.2. En Algérie

La caroube est connue dans le Tell dans le quelle on le trouve à l'état naturel ou la température varie entre 5 à 20°C. Leur distribution suivant les critères de production, se trouve dans les Wilaya suivantes : Bejaïa, Blida, Tipaza, Boumerdes, Ain Defla, Bouira, Tlemcen, Tizi Ouzou, M'sila. (Gadoum, 2020).

II.5. La composition chimique de la caroube

Le fruit de la caroube est un mélange complexe de métabolites primaires et secondaires, avec la présence des sucres, des fibres, acides aminés et minéraux étant caractéristiques de ces fruits, suivis d'une grande diversité de polyphénols (Zhu, Zayed, Zhu, Zhao, & Li, 2019).

II.5.1. Métabolites primaires

Représente les différents composants primaires de la gousse de caroube et leurs teneurs, tels que :

Tableau V : Les composés primaire du caroubier (Avallone et al., 1997).

Composants	Teneurs
Saccharose (%)	32-75
Fructose (%)	1.8-17.9
Glucose (%)	1.5-17.4

Fibre (%)	4.8-50
Humidité (%)	4.35-17.42
Cendre (%)	2-7.6
Protéine (%)	2-6

II.5.2. Métabolites secondaires

Actuellement le caroubier est considéré comme une plante d'investigation de nouveaux antioxydants (polyphénols) contenus dans les feuilles, fleurs, fruits, bois, écorces et racines (Custodio, 2011).

Les composés phénoliques (CP) jouent un rôle important dans la tolérance au stress de la plante, la croissance, la reproduction, la résistance aux agents pathogènes et dans la pigmentation (Motilva, Serra, & Macià, 2013). L'importance des CP en tant qu'antioxydants, anticancéreux, antimutagènes, agents dans le traitement des grossesses menacées par le facteur Rh, problèmes rencontrés pendant l'accouchement et le SIDA. Les polyphénols ont classées en deux grandes classes (Motilva et al., 2013), tels que :

Flavonoïdes : Ces pigments sont responsables de la coloration des fleurs, des fruits et des feuilles aussi sont susceptibles d'assurer la protection des tissus contre les effets nocifs du rayonnement UV (Motilva et al., 2013).

Les acides phénoliques composés (tannins) : Les tanins sont caractériser par une saveur astringente et sont trouvés dans toutes les parties des végétaux ou plantes (Haroun, Khirstova, & Covington, 2013) joue un rôle dans la production de cuir à partir de peaux d'animaux aussi ont utilisé comme agents anti-hémostatiques et anti-diarrhéiques. Les tanins sont subdivisés en deux classes différentes, qui sont les tannins hydrolysables et les tannins condensés(Avallone et al., 1997).

II.6. Domaines d'utilisation du caroubier

Le caroubier actuellement est l'arbre le plus performant parmi les arbres fruitiers et forestiers. En termes de leurs utilités dans plusieurs domaines :

II.6.1. Domaine médical

Les propriétés antimicrobiennes et pharmaceutiques des huiles essentielles de caroubier, ont souligné l'efficacité de la poudre de caroube dans le traitement des diarrhées aiguës infantile, recommandée contre la tuberculose pulmonaire. Cette plante est connue en

thérapeutique pour son effet hypocholestérolémiant, antiprolifératif, anti diarrhéique et troubles digestifs et l'élimination des parasites intestinaux (**EL-KHOLY, AAMER, & ZEDAN, 2015**).

II.6.2. Domaine agro-alimentaire

Dans la préparation de jus sucrés, de biscuits et comme substituant du cacao dans la production du chocolat a cause de leur spécificité qu'elle est moins calorique et ne contient ni caféine ni théobromine. Ainsi que dans les produits laitiers comme le yaourt (**EL-KHOLY et al., 2015**).

II.6.3. D'autres domaines

Pharmaceutiques (dentifrice, pommade). Cosmétiques (mousse à raser). Chimiques (teinture, pesticides) (**El Hajaji et al., 2013**).

Optimisation et plan d'expérience

La caroube mérite d'être valorisée comme ingrédient dans des matrices alimentaires comme le yaourt qui est un produit laitier largement consommé. A cause de sa capacité d'être un très bon support à intégrer dans l'alimentation quotidienne, plusieurs études et travaux de recherche ayant été menés concernant le sujet d'optimisation afin que les procédés de fabrication et la technologie du yaourt soient parfaitement maîtrisés. Nous cherchons dans ce travail à définir les conditions optimales pour avoir un bon yaourt et pour cette raison on utilise la méthode de plan d'expérience (**Benchikh, Djellas, & Mohellebi, 2020**).

III.1. Optimisation

L'optimisation du produit peut être obtenue grâce à l'utilisation des techniques statistiques et divers modèles expérimentaux sont disponibles pour minimiser le nombre d'expériences d'optimisation des produits (**Iop, Silva, & Beleia, 1999**). C'est-à-dire « Obtenir un maximum d'information en un minimum d'expériences » (**Benchikh et al., 2020**). Ils chercheront à déterminer et à établir les liens existant entre 2 types de variables (la réponse et les facteurs).

III.2. Les avantages d'optimisation

- Maximiser le rendement d'un processus.
- Minimiser le temps de traitement nécessaire à la fabrication d'un produit.
- Atteindre une spécification du produit cible.

III.3. Les plans d'expériences

La conception expérimentale est le processus consistant à effectuer des recherches de manière objective et contrôlée afin que la précision soit maximisée et que des conclusions spécifiques puissent être tirées concernant un énoncé d'hypothèse.

Généralement, le but est d'établir l'effet qu'un facteur ou une variable indépendante sur une variable dépendante. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés, tels que (**Goupy, 2006**) :

III.3.1. Plans factoriels complets

Possèdent un nombre de niveaux limité à deux pour chaque facteur. Toutes les combinaisons de niveaux sont effectuées au cours de l'expérimentation. Ces plans peuvent être

utilisés indistinctement pour les variables continues et pour les variables discrètes. L'objectif de ce plan est d'identifier les facteurs qui ont un effet significatif sur la réponse, ainsi que d'étudier l'effet des interactions (**Montgomery, 2017**).

III.3.2. Plans factoriels fractionnaires

Permettent d'étudier tous les facteurs mais dont le nombre d'essais est réduit par rapport aux plans factoriels complets. C'est-à-dire il est construit de manière à pouvoir encore identifier les principaux effets sans acquérir les informations détaillées fournies par un plan factoriel complet (**Montgomery, 2017**).

III.3.3. Plans pour surfaces de réponse

Les plans de surface de réponse sont mieux recommandés pour optimiser les variables opérationnelles et permettent d'établir des modèles mathématiques du second degré, sont utilisés pour les variables continues. Ces plans sont utiles à chaque fois que l'on se trouve près d'un maximum ou d'un minimum (**Myers, Montgomery, & Anderson-Cook, 2016**).

- ♦ Un plan composite centré contient un plan factoriel ou fractionnaire incorporé avec des points centraux augmentés d'un groupe de points en étoile permettant d'estimer la courbure (**Khuri & Cornell, 2018**).
- ♦ Box-Benhken (BBD) sont une classe de ou des conceptions de second ordre presque rotatives basées sur trois niveaux plans factoriels incomplets. Pour trois facteurs, sa représentation graphique peut être vue sous deux formes (**Ferreira et al., 2007**) : Un cube composé du point central et du milieu pointes des bords, une figure de trois plans factoriels imbriqués et un point central.

Le BBD est légèrement plus efficace que le composite central mais beaucoup plus efficace que les plans factoriels complets à trois niveaux où l'efficacité d'un plan expérimental.

III.3.4. Plans de mélanges

Les expériences de mélange conviennent aux produits alimentaires qui nécessitent plus d'un ingrédient, puisque les proportions des ingrédients dans le mélange et leurs niveaux dépendent les uns des autres, et la somme de tous les composants est toujours un ou 100 % (**Iop et al., 1999**).

- ◆ Lorsque les composants du mélange sont soumis à la contrainte, il existe des plans de mélange standard pour l'ajustement, telles que les plans de mélange en réseaux et les plans de mélange centrés.
- ◆ Lorsque des composants de mélange sont soumis à des contraintes supplémentaires, telles qu'une valeur maximale ou minimale pour chaque composant, des plans de mélange contraints ou Plans sommets extrêmes sont utilisées.

NB : Le choix d'un plan expérimental dépend des objectifs de l'expérience, du nombre de facteurs à étudier, la quantité de ressources disponibles et doit également minimiser le nombre des essais sans toutefois sacrifier la qualité.

III.4. Analyse de la variance (ANOVA)

Les variations constatées sur les valeurs de réponse doivent être analysés afin de mesurer l'influence des facteurs et des interactions sur les variations constatées de la réponse. La principale méthode répondant à cet objectif est l'**analyse de la variance**.

L'objectif de l'analyse du système est de définir la quantité descriptive du modèle obtenu au moyen de l'analyse de la variance. Une ANOVA est utilisée pour déterminer s'il existe des différences statistiquement significatives entre les moyennes des échantillons (**Bingham & Fry, 2010**).

Le tableau d'analyse de la variance est un résultat qui permet de voir si on peut considérer que les variables explicatives sélectionnées et leurs éventuelles interactions apportent une quantité d'information significative au modèle ou non. En d'autres termes, c'est un moyen de tester si la moyenne de la variable à modéliser suffirait à décrire les résultats obtenus ou non (**Chibane, Serra, & Leroy, 2011**).

PARTIE PRATIQUE

Matériel et méthodes

I.1. Matériel

I.1.1. Matériel végétale

Les gousses de caroube ont été récoltés au stade optimal de maturation en août 2020 à partir des arbres cultivés dans la région la commune M'sila de wilaya M'sila, Algérie. Les graines de caroube ont été séparée de la pulpe afin de les utilisés dans l'extraction de la gomme de caroube et de la mélasse respectivement.

I.1.2. Lait

Le lait de vache et le lait en poudre écrémé de la marque « Loya » ont été achetés auprès d'une ferme laitière et d'un supermarché respectivement au niveau de la wilaya du Bouira.

I.1.3. Les ferments lactiques

Des cultures lyophilisées pures du yaourt « *Lactobacillus bulgaricus* et *Streptococcus thermophilus* » ont été obtenues auprès du fournisseur « Foods Mania » (El-Harrach, Alger) spécialisé dans la vente des matières premières pour la fabrication des différents types de produits laitiers et dérivés. La culture bactérienne a été conservée au congélateur à -4°C jusqu'à son utilisation.

I.2. Préparation des extraits à partir des graines et la pulpe de caroube

I.2.1. Extraction de galactomannane (la gomme) à partir des graines de caroube

Les graines de caroube ont été utilisées pour la production d'une poudre appelée gomme de caroube. C'est un polysaccharide appelé galactomannane extrait de l'endosperme des graines, il forme une réserve de nourriture pour les graines (**Rizzo et al., 2004**).

I.2.1.1. Préparation du GC brute

Pour l'extraction de la gomme de caroube brute, la méthode d'écrite par **Dakia, Blecker, Robert, Wathelet, and Paquot (2008)** a été suivi. Des graines de caroube entières (100 graines) ont été immergées dans 800 mL d'eau bouillante à 100 °C pendant 2 h. Au cours de ce prétraitement, les graines gonflent, sans rupture de tégument.

Les graines ont été retirées de l'eau, lavées et leurs téguments ont été brisés et séparés manuellement de l'endosperme. Ensuite, l'endosperme (séparé du germe) a été séché dans une étuve à 40°C pendant 1 à 2 h, jusqu'à obtention d'un poids constant.

Les endospermes séchés ont été broyés avec un broyeur (modèle Moulinex, France) et tamisés avec un tamis de 125 µm afin d'obtenir une poudre fine et homogène.

I.2.1.2. L'extraction et purification du GC

Pour cette étape, les mêmes conditions optimales trouvées par **El Batal et al. (2013)** ont été suivies (température 97°C, temps 36 min et le ratio eau/l'endosperme des graines 197 mL/g).

L'extrait brut est précipité avec un excès volumique d'éthanol. Le précipité fibreux blanc formé est recueilli par centrifugation à 8000 tr/min pendant 15 min en utilisant une centrifugeuse (SIGMA 3-16L Germany). Le précipité centrifugé est lavé deux fois par l'éthanol (96%) et l'acétone (C). Après congélation -25 °C pendant une nuit, le précipité a été séché pendant 6 h dans un lyophilisateur (CHRIST Alpha 1-2 LDplus). Le lyophilisat ainsi obtenu a été broyé en une poudre fine.

I.2.2. Production de mélasse de caroube à partir de la pulpe

La mélasse est une confiserie traditionnelle largement préparée dans de nombreux pays méditerranéens, connue sous le nom de « Rub » en Tunisie, « Pekmez » en Turquie et « Debès » au Liban (**Tounsi, Karra, Kechaou, & Kechaou, 2017**).

Pour la production de sirop de caroube. Les gousses de caroube ont été extraites en utilisant les conditions optimales décrites par **Aziz and Hicham (2014)**.

La pulpe de caroube ; séparée précédemment des graines ; a été séchée à 40 °C pendant une journée. Ensuite, 100 g de pulpe de caroube séchée, d'une taille moyenne comprise entre 0,5 et 1,0 cm, ont été mis en suspension dans l'eau à une température de 43-45 °C pendant 2,40 h. Le jus ainsi obtenu, devrait être concentré aux niveaux commerciaux de 66,5 °Brix.

I.3. Optimisation des conditions de fabrication de yaourt ferme à base de caroube

Le plan d'expérience adopté est le plan de Box-Behnken avec quatre facteurs et trois niveaux (la quantité de la mélasse [2, 16 et 30%], la quantité de la gomme de caroube [0,01, 0,055 et 0,1%], le temps d'incubation [2, 5 et 8 h] et la température d'incubation [37, 41 et 45 °C]), il ressort du plan Box-Behnken vingt-sept essais ont été évalués. Les valeurs codées et non codées correspondant aux trois niveaux (bas, médian et haut) de chaque facteur pour la conception expérimentale sont données dans les tableaux 7 et 8. Cette méthodologie permet de

modéliser les résultats à l'aide d'une équation du second degré (Odejobi, Olawoye, &Ogundipe, 2018).

Les données ont été ajustées à l'équation polynomiale du second degré Eq. (1) pour chaque réponse Y dépendante, par le biais d'une analyse de régression multiple à l'aide du logiciel statistique JMP version 13 Pro. Eq. (1)

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^4 b_i x_i + \sum_{i=1}^4 b_{ii} x_i^2 + \sum_{i \neq j=1}^4 b_{ij} x_i x_j$$

Où Y = réponse prédite, b_0 = une constante, b_i = coefficient linéaire, b_{ii} = coefficient au carré (quadratique) et b_{ij} = coefficient d'interaction, x_i et x_j sont les niveaux de la variable indépendante.

Les surfaces de réponse (courbes en 3D) ont été tracées en gardant une variable d'un facteur constante au niveau optimal et en faisant varier les deux autres variables (des deux autres facteurs) dans la plage expérimentale. Cette analyse statistique a fait appel au logiciel JMP 13 PRO. Les expériences et les analyses ont été réalisées en triples.

Tableau VI : Les variables codées et non codées choisies pour le plan de Box-Benhken.

Les variables indépendantes	Paramètres	Niveaux					
		Bas		Médian		Haut	
		Codé	Non-codé	Codé	Non-codé	codé	Non-codé
la mélasse de caroube « MC » (%)	x_1	-1	2	0	16	+1	30
La gomme de caroube « GC » (%)	x_2	-1	0,01	0	0,055	+1	0,1
Temps d'incubation (h)	x_3	-1	2	0	5	+1	8
Température (°C)	x_4	-1	37	0	41	+1	45

Tableau VII : Matrice de plan d'expérience réalisé.

N°	Les variables indépendantes				Les réponses				
	MC (%)	GC (%)	T (heurs)	T (°C)	pH	AT	Viscosité		
							couleur		
							<i>L*</i>	<i>a*</i>	<i>b*</i>
1	-1	-1	0	0					
2	-1	0	-1	0					
3	-1	0	0	-1					
4	-1	0	-1	+1					
5	-1	0	+1	0					
6	-1	+1	0	0					
7	0	-1	-1	0					
8	0	-1	0	-1					
9	0	-1	0	+1					
10	0	-1	+1	0					
11	0	0	-1	-1					
12	0	0	-1	+1					
13	0	0	0	0					
14	0	0	0	0					
15	0	0	0	0					
16	0	0	+1	-1					
17	0	0	+1	+1					
18	0	+1	-1	0					
19	0	+1	0	-1					
20	0	+1	0	+1					
21	0	+1	+1	0					
22	+1	-1	0	0					

23	+1	0	-1	0
24	+1	0	0	-1
25	+1	0	0	+1
26	+1	0	+1	0
27	+1	+1	0	0

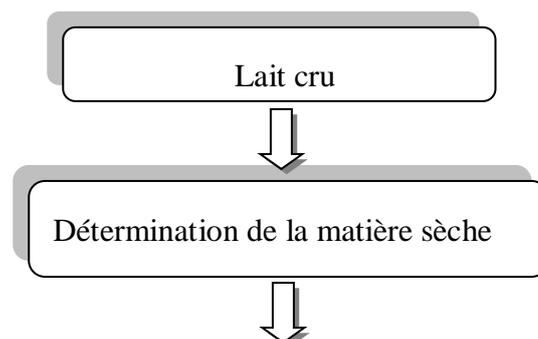
I.4. La fabrication du yaourt ferme

Le plan expérimental pour l'optimisation de la fabrication de yaourt ferme à base de caroube est réalisé au niveau du laboratoire F de la faculté des sciences de la nature et de la vie et sciences de la terre (université de Bouira) en suivant le diagramme de fabrication du yaourt ferme décrit par **Ghasempour et al. (2012)**; (**Tounsi et al., 2017**; **Uduwerella et al., 2017, 2018**).

Le lait cru de vache destiné à la fabrication du yaourt ferme a été fourni par un éleveur de bétail (la ferme REMITA) au niveau de la région de Bouira « *Oued-Dhous* ». Un échantillon du lait cru a été analysé au niveau du laboratoire de contrôle de qualité M'sila « *DJAOUDA LAB* » pour s'assurer de la bonne qualité microbiologique (hygiénique) de la matière première lors de la traite. La traite a été faite par un système de traite automatique (AMS).

La mesure de pH et l'acidité titrable ainsi que la détermination de la matière sèche du lait cru a été faite selon la méthode décrite dans le **JORA (2013)**. Une prise d'essai est séchée dans une étuve ventilée et thermo-régulée à $102 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant 3h 30 min et des cycles de 30 minutes par la suite jusqu'à obtention d'un poids constant.

En tenant compte de la teneur de la matière sèche, le lait cru a été enrichi avec le lait en poudre jusqu'à atteindre 20% de matière sèche à des fins d'amélioration des rendements lors de la fermentation lactique (**Uduwerella et al., 2018**).



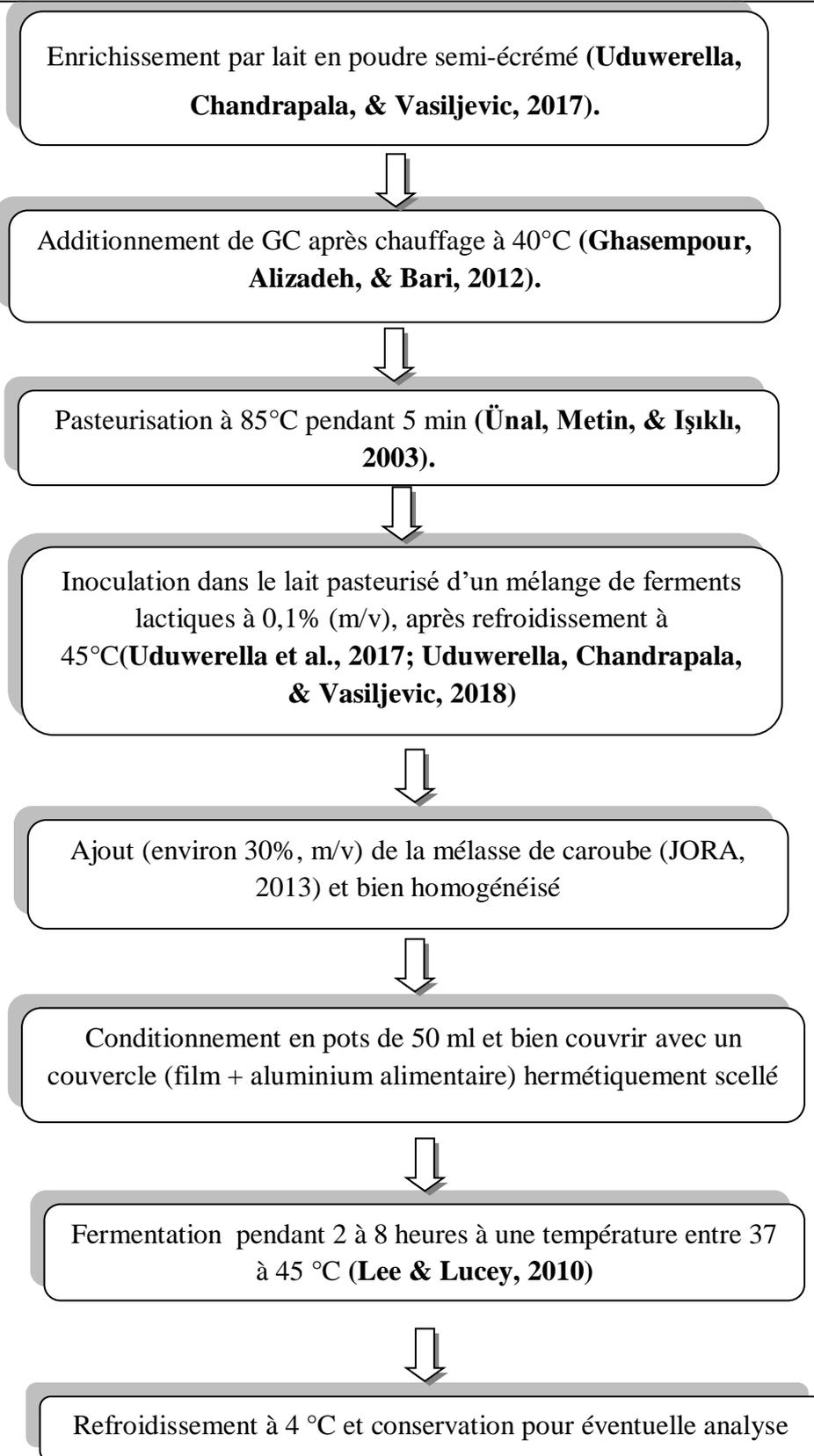


Figure 1 : Diagramme générale de procéder de fabrication du yaourt ferme à base de la caroube.

I.5. Analyse Physico-chimique du yaourt ferme

I.5.1. Détermination du pH et l'acidité titrable (AT)

Le pH et l'acidité titrable (AT, acide lactique) a été mesurée par les méthodes décrit par **Shori, Baba, and Chuah (2013)**

- a. **Le pH** du yaourt a été déterminé à l'aide d'un pH-mètre numérique à température ambiante. Les échantillons de yaourt ferme ont été mélangés avec de l'eau distillée (m/v) avant la mesure du pH.
- b. **Le pourcentage d'acidité titrable (AT%)** a été déterminée par titration du mélange (yaourt ferme / eau distillée, 1/9 « m/v») avec du NaOH à 0,1 N à l'aide d'un pH-mètre jusqu'à un pH = $8,2 \pm 0,01$. Le AT% a été calculé sur la base de l'acide lactique comme acide prédominant et a été exprimé en pourcentage d'acide lactique (**Ghasempour et al., 2012**), comme suit :

$$AT\% = \frac{10 \times V_{NaOH} \times 0,1 \times 0,009}{w} \times 100\%$$

10 : Facteur de dilution (df) ; V_{NaOH} : est le volume de NaOH utilisé pour neutraliser l'acide lactique ; $0,1$: normalité du NaOH; $0,009$: facteur de conversion et W : le poids de l'échantillon de yaourt ferme à titrer.

I.5.2. Viscosité

Les échantillons de yaourt ont été doucement agités avec une cuillère en plastique avant les mesures de viscosité. La viscosité a été mesurée à 20 °C à l'aide d'un viscosimètre Digital Viscometer VISCO™ (ATAGO's) et est exprimée en mPas. Au niveau de laboratoire pédagogique de l'institut technologique université de BOUIRA.

La vitesse de la tige a été réglée sur 250 tr/min et la tige no A₁₅ a été utilisée pour toutes les expériences. Les yaourts ont été agités manuellement (40 à 50 tours) pendant 60 s avant que les mesures ne soient prises (**Ghasempour et al., 2012**).

I.5.3. Mesure de couleur

La couleur a été mesurée avec un colorimètre (Spectrophotomètre Xrite Ci7800) au niveau d'une usine Pigmacolor. Le mode SCE (lumière spéculaire exclue) a été utilisé avec la couleur exprimée en terme du système CIELAB L* (luminance allant de 0 (noir) à 100 (blanc), a*(vert à rouge) et b*(bleu au jaune). Avant les mesures, l'appareil a été calibré avec une tuile blanche standard. Les valeurs moyennes de 4 mesures répétées ont été calculées.

I.6. Validation du plan expérimental Box-Benhken

La pertinence des équations du modèle pour prédire les valeurs des quatre réponses optimales « analyses physico-chimiques » (y_1 : pH ; y_2 : acidité titrable ; y_3 : viscosité ; y_4 : couleur) ont été vérifiées dans les conditions optimales afin de s'assurer de sa validité.

Pour déterminer la validité de l'équation du modèle mathématique développé, des expériences en triple ont été réalisées dans les conditions optimales prévues par le modèle. La valeur moyenne des expériences a été comparée aux valeurs prédites du modèle développé à l'aide d'une analyse de la variance (ANOVA, Fisher $p < 0,05$) et a permis de déterminer la précision et l'adéquation du modèle développé.

I.6.1. Analyses microbiologiques de l'optimum

L'analyse microbiologique du yaourt ferme à base de caroube est une étape importante qui vise d'une part à conserver les caractères organoleptiques du yaourt optimisé, et d'autre part pour prévenir les intoxications alimentaires liées à la transmission des germes pathogènes lors de la consommation du produit. L'objectif des ces analyses microbiologiques est d'assurer une bonne qualité hygiénique du yaourt ferme « optimisé » à base de caroube.

Les germes recherchés d'intérêt prévus par le journal officiel Algérien (**JORA 2013, 2017**) lors d'un contrôle de qualité microbiologique des produits alimentaires sont résumés dans le tableau 9. Afin d'éviter toute sources de contamination exogène, l'échantillonnage se fait dans des conditions aseptiques.

Tableau VIII : Analyses microbiologiques du yaourt ferme à base de caroube.

Germe recherché	Milieu de culture	Température d'incubation	Lecture	Référence
Dénombrement de germes aérobies (FTAM)	PCA (Plate Count Agar « gélose pour dénombrement »)	A 30 °C, pendant 30 min	Colonies blanches de petite taille d'un diamètre de 0,5 mm.	JORA, (2014) ISO 21528-2 Na ISO 6579
Recherche des coliformes totaux et fécaux	VRBL (Violet Red Bile Lactose Agar « milieu lactosée biliée au cristal violet et au rouge neutre)	-A 37 °C, pendant 24 à 48h pour les coliformes totaux. -A 44 °C, pendant 24 à 48h pour les	Les colonies caractéristiques des coliformes sont d'un rouge foncé avec un diamètre de 0,5 mm.	

		coliformes fécaux.	
<i>Salmonelles</i>	<p>-Eau peptonée tomponée pour le pré-enrichissement.</p> <p>-Bouillon SFB (Selenite Feacalis broth « bouillon sélénite cystine ») pour l'enrichissement.</p> <p>-Hekteon pour l'isolement.</p>	<p>-A 37 °C, pendant 24 à 48h pour le pré-enrichissement et l'enrichissement.</p> <p>-A 37 °C, pendant 24h pour l'isolement.</p>	<p>Colonies sont de tailles moyennes, lisses et colorées en bleu violacé avec un centre noir.</p>
<i>Staphylococcus aureus</i>	<p>-Giolitti contoni pour l'enrichissement.</p> <p>-Chapman pour l'isolement.</p>	<p>A 37 °C, pendant 24h.</p>	<p>Colonies noires, brillantes convexes ou gris noirâtre et parfois un aspect mal et texture sèches.</p> <p>JORA, 2014</p>
<p>Dénombrement de la flore lactique du yaourt (<i>Streptococcus thermophilus</i> et <i>Lactobacillus bulgaricus</i>).</p>	<p>-Gélose M17 (dénombrement de <i>Streptococcus thermophilus</i>).</p> <p>-Gélose MSR (Gélose de Man, Rogosa, Sharpe) (dénombrement de <i>Lactobacillus bulgaricus</i>).</p>	<p>-Incuber en aérobiose à 37 °C, pendant 24h pour <i>Streptococcus thermophilus</i>.</p> <p>-Incuber en anaérobiose à 37 °C, pendant 48h pour <i>Lactobacillus bulgaricus</i>.</p>	<p>Dénombrement des colonies par unité UFC/ml :</p> <p>- <i>Streptococcus thermophilus</i> : bactérie thermophile (gram positif) de forme cocci est reliée en chaînettes plus ou moins longues.</p> <p>- <i>Lactobacillus bulgaricus</i> : des bacilles à Gram positif en forme de bâtonnet, isolées ou attachées en file.</p>

I.6.2. Traitement des données et logiciel

Le logiciel JMP[®] Pro 13.0.0 (64 bits) sous système d'exploitation Microsoft Windows 10 Professionnel (10.0.15063.0) a été utilisé pour construire le plan Box-Benhken (plan expérimental) et analyser de l'ensemble des résultats de l'optimisation. L'analyse de variance (ANOVA) a été réalisée à l'aide de JMP[®]13 PRO pour Windows (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA). Le test de Fisher a été utilisé pour la comparaison des moyennes des paramètres optimisés estimés et expérimentaux. Les évaluations étaient basées sur un seuil de signification $p < 0,05$.

***RÉSULTATS ET
DISCUSSION***

I.7. Les analyses physicochimiques et microbiologiques du lait de vache frais

Les résultats d'analyses physicochimiques et microbiologiques* du lait cru sont présentés dans le tableau X, qui confort une qualité microbiologique satisfaisante selon l'arrête interministériel de 02 Moharrem 1438 correspondant au 04 octobre 2016 fixant les critères microbiologiques des denrées alimentaires et mettre le tableau juste on dessus

Tableau IX : Les propriétés physicochimiques et microbiologiques du lait cru.

Analyses	Valeurs	Les normes
Paramètres physicochimiques		
pH	6,8	6,4 - 6,8
Matière sèche	12,89	≥ 15%
Paramètres microbiologiques		
Germe aérobie à 30 °C	Absence	Absence
Enterobactériaceae	Absence	Absence
Salmonelles	Absence	Absence

*Les analyses microbiologiques ont été faites au niveau du laboratoire de contrôle de qualité « DJAOUDA LAB » (Wilaya de M'sila)

I.8. La méthodologie des plans d'expériences pour l'optimisation de la fabrication du yaourt ferme a base de caroube

Dans un contexte de la formulation d'un nouveau produit (lait fermenté type yaourt ferme à base de caroube), une méthodologie expérimentale pour la fabrication du yaourt ferme a été mise en place. La première partie de cette étude est consacrée à la mise en revue des différents étapes de fabrication du yaourt ferme afin de l'amender avec la nouvelle matrice alimentaire « la caroube ».

Cette étape passe par la recherche de différents facteurs et auxiliaires technologiques (au nombre de quatre) influençant le processus de fabrication du yaourt ferme d'intérêt ; à savoir le pourcentage de la mélasse de caroube, le pourcentage de la gomme de caroube, le temps et la température d'incubation afin de déterminer les niveaux (bas et haut) de ces facteurs retenus ou contrôles par le plan d'expérience.

La deuxième approche consiste au choix du plan d'expérience adéquat à l'étude (le plan Box-Benhken), autrement dit, le plan expérimental choisi doit faciliter l'interprétation des résultats. Il doit également minimiser le nombre des essais sans toutefois altérer la qualité. La méthodologie des plans d'expérience repose sur l'élaboration d'une série d'essais expérimentaux ayant pour but d'obtenir divers renseignements (statistique et graphique) sur les effets des paramètres (facteurs) impliqués sur un ou plusieurs critères d'optimisation (04 réponses : pH, AT, viscosité et la couleur).

Les résultats du plan expérimental obtenu à partir de 27 essais sont illustrés dans le tableau XI, les essais ont été analysé aléatoirement à l'aide du plan Box-Benhken avec 04 facteurs et 04 réponses. Les réponses obtenues sont comparées à celles prédites par le logiciel pour l'estimation de l'écart et de l'erreur expérimental dans le but de vérifier et validé le modèle choisi.

Tableau X : Matrice de plan d'expérience de Box-Benheken obtenu.

Essai	Les facteurs				Les réponses					
	x_1	x_2	x_3	x_4	pH	L'acidité titrable%	La viscosité (m.pa.s)	La couleur		
								L^*	a^*	b^*
1	-1	-1	0	0	4,43 ± 0,06	0,88 ± 0,01	25,29 ± 1,26	72,17 ± 0,56	6,48 ± 0,28	11,50±0,28
2	-1	0	-1	0	4,33 ± 0,06	0,97 ± 0,02	20,82 ± 1,11	68,98 ± 0,17	7,00±0,12	12,10±0,14
3	-1	0	0	-1	4,87 ± 0,06	0,62 ± 0,09	14,27 ± 1,25	73,64 ± 0,45	6,20±0,05	11,86±0,22
4	-1	0	-1	+1	4,23 ± 0,06	0,91 ± 0,02	21,00 ± 2,75	71,12 ± 0,27	6,52±0,14	11,58±0,17
5	-1	0	+1	0	4,27 ± 0,06	0,99 ± 0,03	28,44 ± 2,34	72,26 ± 0,18	6,36±0,17	12,07±0,18
6	-1	+1	0	0	4,47 ± 0,06	0,88 ± 0,07	9,58 ± 1,44	66,42 ± 0,68	8,24±0,35	13,25±0,06
7	0	-1	-1	0	4,93 ± 0,06	0,83 ± 0,05	25,79 ± 2,44	54,76 ± 0,11	11,56±0,08	13,43±0,02
8	0	-1	0	-1	5,40 ± 0,01	0,51 ± 0,03	11,82 ± 0,68	58,17 ± 0,65	11,65±0,12	15,61±0,19
9	0	-1	0	+1	4,70 ± 0,26	0,91 ± 0,05	30,98 ± 3,55	54,22 ± 0,05	11,57±0,08	13,53±0,08
10	0	-1	+1	0	4,43 ± 0,06	1,00 ± 0,02	41,77 ± 3,87	55,72 ± 0,11	11,53±0,13	14,12±0,13
11	0	0	-1	-1	5,07 ± 0,06	0,63 ± 0,03	26,67 ± 1,53	57,43 ± 0,13	11,33±0,02	15,01±0,01
12	0	0	-1	+1	4,73 ± 0,06	0,82 ± 0,03	28,20 ± 0,95	53,93 ± 0,07	11,35±0,08	12,95±0,08
13	0	0	0	0	4,70 ± 0,10	0,85 ± 0,06	46,08 ± 1,84	55,48 ± 0,11	11,58±0,02	14,01±0,06

14	0	0	0	0	$4,63 \pm 0,06$	$0,89 \pm 0,05$	$44,82 \pm 3,69$	$55,59 \pm 0,03$	$11,58 \pm 0,02$	$14,00 \pm 0,03$
15	0	0	0	0	$4,57 \pm 0,06$	$0,86 \pm 0,02$	$44,98 \pm 2,79$	$55,62 \pm 0,05$	$11,54 \pm 0,05$	$13,99 \pm 0,06$
16	0	0	+1	-1	$4,67 \pm 0,06$	$0,81 \pm 0,05$	$37,45 \pm 1,24$	$55,63 \pm 0,02$	$11,57 \pm 0,04$	$14,23 \pm 0,04$
17	0	0	+1	+1	$4,47 \pm 0,06$	$0,93 \pm 0,03$	$32,51 \pm 2,85$	$55,87 \pm 0,02$	$11,37 \pm 0,03$	$13,89 \pm 0,06$
18	0	+1	-1	0	$5,03 \pm 0,06$	$0,75 \pm 0,05$	$34,65 \pm 1,10$	$55,26 \pm 0,34$	$11,45 \pm 0,05$	$13,69 \pm 0,15$
19	0	+1	0	-1	$5,27 \pm 0,06$	$0,56 \pm 0,02$	$27,12 \pm 0,88$	$55,45 \pm 0,20$	$11,63 \pm 0,22$	$15,37 \pm 0,16$
20	0	+1	0	+1	$4,97 \pm 0,06$	$0,80 \pm 0,02$	$17,16 \pm 3,73$	$53,61 \pm 0,18$	$11,23 \pm 0,09$	$12,46 \pm 0,10$
21	0	+1	+1	0	$4,43 \pm 0,06$	$0,94 \pm 0,03$	$36,94 \pm 2,60$	$55,67 \pm 0,04$	$11,59 \pm 0,03$	$13,89 \pm 0,05$
22	+1	-1	0	0	$6,03 \pm 0,06$	$0,45 \pm 0,03$	$4,35 \pm 1,03$	$49,83 \pm 0,06$	$12,07 \pm 0,09$	$13,14 \pm 0,14$
23	+1	0	-1	0	$6,27 \pm 0,06$	$0,46 \pm 0,05$	$10,08 \pm 0,76$	$50,26 \pm 0,32$	$12,22 \pm 0,18$	$13,67 \pm 0,22$
24	+1	0	0	-1	$6,23 \pm 0,06$	$0,37 \pm 0,05$	$10,43 \pm 0,28$	$51,21 \pm 0,54$	$12,04 \pm 0,08$	$14,91 \pm 0,01$
25	+1	0	0	+1	$5,17 \pm 0,06$	$0,67 \pm 0,03$	$11,56 \pm 0,49$	$49,80 \pm 0,17$	$11,97 \pm 0,04$	$12,66 \pm 0,02$
26	+1	0	+1	0	$5,30 \pm 0,10$	$0,72 \pm 0,09$	$20,28 \pm 3,18$	$50,39 \pm 0,17$	$12,02 \pm 0,06$	$12,97 \pm 0,10$
27	+1	+1	0	0	$5,47 \pm 0,15$	$0,67 \pm 0,05$	$15,59 \pm 3,75$	$49,16 \pm 0,19$	$11,60 \pm 0,06$	$12,02 \pm 0,07$

I.8.1. Analyses statistiques des résultats du plan expérimental

L'évaluation de l'influence des 04 facteurs (variables indépendantes) du modèle Box-Benhken (tableau XII) sur les 04 réponses (pH, AT, viscosité et la couleur (L^*)) avec l'analyse de la variance (ANOVA) et aussi par l'utilisation des paramètres d'estimation de la qualité d'ajustement (R^2 , $R^2_{\text{ajusté}}$ et le coefficient de variation « CV ») (Payant, Goupy, Porte, & Delacroix, 2004).

L'analyse statistique a révélé une bonne qualité d'ajustement avec des valeurs de R^2 allant de 0,94 à 0,99 et des valeurs $R^2_{\text{ajusté}}$ allant de 0,87 à 0,98 pour les 04 réponses étudiées. Ces valeurs de R^2 élevées pour le pH, AT, viscosité et couleur démontrent une bonne concordance entre les données expérimentales obtenues des réponses avec la prédiction du modèle de régression utilisées, cela a été attestée avec un coefficient de variance (CV) inférieur à 10 % pour toutes les réponses (tableau XII) (Goupy, 2006).

Sur la base de l'analyse de régression (ANOVA) décrite dans le tableau XII, le modèle utilisé pour ajuster les 04 réponses (pH, AT, viscosité et couleur) est significatif (valeur F plus élevée, valeur $p < 0,0001$) avec manque d'ajustement non significatif (valeur F petite, valeur $p > 0,05$) ce qui indique l'adéquation et la convenance du modèle choisi pour exprimer la relation entre les variables observées des réponses expérimentales obtenues par rapport aux valeurs des réponses prédites par logiciel (Ferreira et al., 2007).

Il est important de noter que les équations polynomiales du second ordre trouvées ont été utilisées pour prédire les réponses pour plusieurs niveaux de chaque facteur considéré. Une équation polynomiale est utile pour identifier l'influence des variables indépendantes en comparant les coefficients estimés. Sur la base de l'équation générale (Eq. 1), les équations polynomiales obtenues (Eq. 2 à Eq. 5) pour chaque réponse sont décrites comme suit :

$$y_1 = 4,64 + 0,65_{x_1} - 0,23_{x_3} - 0,27_{x_4} - 0,26_{(x_1x_3)} + 0,33_{x^2_1} + 0,2_{x^2_4} \dots \text{Eq. 2}$$

$$y_2 = 0,87 - 0,16_{x_1} + 0,08_{x_3} + 0,13_{x_4} - 0,11_{x^2_1} - 0,12_{x^2_4} \dots \text{Eq. 3}$$

$$y_3 = 45,29 - 3,76_{x_1} + 4,26_{x_3} + 6,74_{(x_1x_2)} - 3,42_{(x_2x_3)} - 7,03_{(x_2x_4)} - 21,09_{x^2_1} - 10,05_{x^2_2} - 2,35_{x^2_3} - 11,78_{x^2_4} \dots \text{Eq. 4}$$

$$y_4 = 55,69 - 10,33_{x_1} - 0,78_{x_2} - 1,08_{x_4} + 1,27_{(x_1x_2)} + 4,85_{x^2_1} \dots \text{Eq. 5}$$

Tableau XI : Analyses des résultats de régression de la production de yaourt à base de la caroube.

Paramètres	pH		L'acidité titrable « AT » (%)		La viscosité (mPa.s)		La couleur (L*)	
	Coefficient estimé	p-value	Coefficient estimé	p-value	Coefficient estimé	p-value	Coefficient estimé	p-value
Constante	4,64	<0,0001*	0,87	<0,0001*	45,29	<0,0001*	55,69	<0,0001*
x_1	0,65	<0,0001*	-0,16	<0,0001*	-3,76	0,0002*	-10,33	<0,0001*
x_2	-0,03	0,6559	0,002	0,9294	0,002	0,9977	-0,78	0,0261*
x_3	-0,23	0,0011*	0,08	0,0012*	4,26	<0,0001*	0,41	0,2066
x_4	-0,27	0,0003*	0,13	<0,0001*	1,22	0,1151	-1,08	0,0041*
$x_1 * x_2$	-0,15	0,1395	0,05	0,1153	6,74	0,0002*	1,27	0,0337*
$x_1 * x_3$	-0,26	0,0184*	0,06	0,0845	0,15	0,9083	-0,79	0,1624
$x_1 * x_4$	-0,10	0,3122	0,00	0,9388	-1,40	0,2826	0,28	0,6080
$x_2 * x_3$	-0,03	0,7964	0,00	0,9185	-3,42	0,0176*	-0,14	0,8009
$x_2 * x_4$	0,10	0,3122	-0,04	0,2247	-7,03	0,0001*	0,53	0,3408
$x_3 * x_4$	0,03	0,7312	-0,02	0,5933	-2,12	0,1148	0,94	0,1026
$x_1 * x_1$	0,33	0,0015*	-0,11	0,0014*	-21,09	<0,0001*	4,85	<0,0001*
$x_2 * x_2$	0,16	0,0755	-0,04	0,1875	-10,05	<0,0001*	-0,75	0,1303
$x_3 * x_3$	-0,05	0,5323	0,05	0,1282	-2,35	0,0497*	-0,03	0,9445
$x_4 * x_4$	0,20	0,0334*	-0,12	0,0010*	-11,78	<0,0001*	0,46	0,3367
Résultats de la régression	R^2	0,94	0,94	0,94	0,98	0,98	0,99	0,99
	R^2_{Adj}	0,88	0,87	0,87	0,95	0,95	0,98	0,98
	RMSE	0,189562	0,063799	0,063799	2,489154	2,489154	1,060179	1,060179
	CV(%)	0,018	0,098	0,098	0,083	0,083	0,038	0,038
	ANOVA				<0,0001			
	Défaut d'ajustement	0,0587	0,0856	0,0856	0,0614	0,0614	0,0516	0,0516

I.8.2. Validation de modèle

La pertinence des équations des 04 réponses du modèle choisi ont permis la prédiction des valeurs optimales des facteurs suivants (dans la plage expérimentale du tableau suivant)

Tableau XII : validation du modèle.

Facteur Réponse	La mélasse x_1	La GC x_2	Temps d'incubation x_3	Température d'incubation x_4	Les valeurs prédites	Les valeurs réelles
pH	10 %	0.060 %	8 h	38 °C	4,5 ± 0,3	4,36 ± 0,044
AT %					0,855 ± 0,095%	0,94 ± 0,013
Viscosité m.Pas					38,225 ± 3,765	35,35 ± 0,43
Couleur					60,91 ± 1,6	59,56 ± 0,091

Le modèle prévoyait une réponse maximale de pH (4,5 ± 0,3), acidité titrable (0,855 ± 0,095%), viscosité (38,225 ± 3,765mPa.s) et couleur L^* (60,91 ± 1,6).

Pour s'assurer que le résultat prévu ne soit pas biaisé en faveur de la valeur pratique, une nouvelle vérification expérimentale a été effectuée en utilisant les précédentes conditions (facteurs) optimales. Une valeur moyenne de pH (4,36 ± 0,044), acidité titrable (0,94 ± 0,013 %), viscosité (35,35 ± 0,43mPs.s) et L^* (59,56 ± 0,091) (N = 3), obtenues à partir d'expériences réelles ont démontré aucune différences significative (Fisher, $p < 0.05$), ce qui démontre par conséquent la validation du modèle Box-Benhken choisi.

La bonne corrélation entre ces résultats a confirmé que le modèle de réponse était adéquat pour refléter l'optimisation prévue. Les résultats de l'analyse ont indiqué que les deux ensembles de valeurs expérimentales concordait bien avec les valeurs prédites et ont également suggéré que le modèle d'Eq. (2), (3), (4), (5) sont satisfaisants et exacts.

I.9. Analyse des résultats physicochimique (réponse) de l'optimisation de la fabrication de yaourt ferme à base de caroube

Les valeurs du pH et AT de l'optimisation de la fabrication du yaourt ferme à base de caroube étaient conformes à 52% et 59%, respectivement, aux normes données par le journal officiel (**JORA, 2013**) correspondant au yaourt ferme.

I.9.1. Influence de la mélasse sur le pH, AT, viscosité et la couleur

Selon les résultats de cette étude, la mélasse est le facteur le plus influant (effet linéaire) sur les réponses. La mélasse a affecté significativement ($p < 0,0001$) d'une façon positive le pH et négativement l'AT ($p < 0,0001$), la viscosité ($p < 0,0002$) et la couleur ($p < 0,0001$) du yaourt ferme à base de caroube (tableau XII). En effet, l'effet quadratique de mélasse ($x_1 x_1$) était significativement positif sur le pH ($p < 0,0015$) et la couleur ($p < 0,0001$), et significativement négative sur l'AT ($p < 0,0014$) et la viscosité ($p < 0,0001$).

L'effet interactionnel ($x_1 x_2$, mélasse/ GC) influence significativement d'une façon positive sur la viscosité ($p < 0,0002$) et la couleur ($p < 0,0337$), cela est probablement due à l'interaction des effets physiques de la texture et de la couleur de la GC et mélasse, respectivement. Par contre, le pH (y_1) a été affecté significativement d'une façon négative par l'interaction ($x_1 x_3$, mélasse / temps) ($p < 0,0184$) (tableau XII, Eq. 2 et Eq. 4). Cela peut être expliqué par le manque de temps de l'effet de la mélasse sur les ferments lactique.

En plus de la nature neutre de la mélasse, son effet linéaire et quadratique sur les réponses (augmentation du pH « y_1 » et diminution d'AT « y_2 ») peut être expliquée par l'activité antibactérienne de la mélasse sur les ferments lactiques, ce qui impacte leur activité de production de l'acide lactique lors de la fermentation (**HACHANA et al.**). Par contre, cet effet linéaire et quadratique de la mélasse sur la diminution de la viscosité a été causée par la quantité de mélasse ajoutée qui empêche les interactions moléculaires, qui peuvent rendre le produit résistant à l'écoulement (**Bondeau & Huck, 1985**). En fin, l'influence de la mélasse est hautement significative pour la couleur, dont l'intensité de couleur augmente avec l'augmentation de la quantité de mélasse (tableau XII, Eq. 5, figure 03).

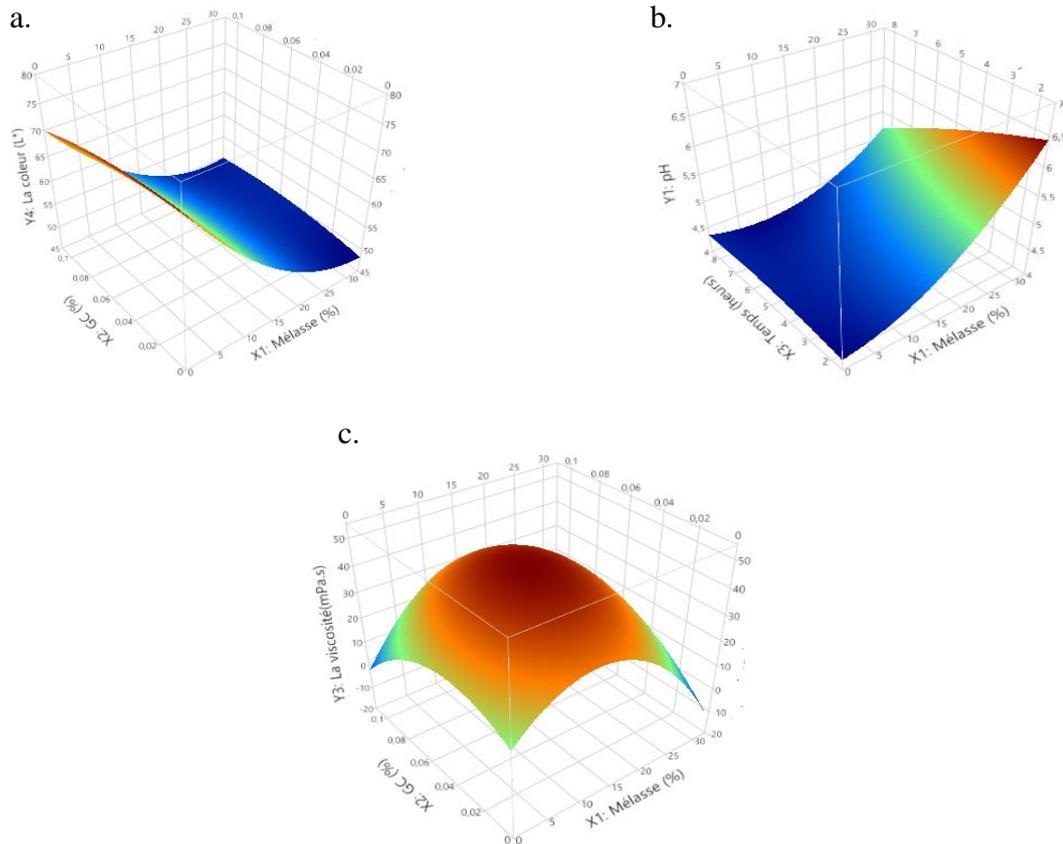


Figure 2: les courbes de surface de réponse de l'effet interactionnel de la mélasse sur les réponses; y_1 : pH (a), y_3 : la viscosité (b), y_4 : la couleur (c).

I.9.2. L'influence de la gomme de caroube sur le pH, AT, viscosité et la couleur

À partir du tableau XII et de l'Eq. 1, l'effet linéaire de GC n'était statistiquement pas significatif sur le pH « y_1 », AT « y_2 » et la viscosité « y_3 » avec un coefficient d'estimation ($p \leq 0,05$). Par contre, la couleur « y_4 » a été trouvé comme un facteur significatif d'une façon négative ($p < 0,0261$) en termes linéaire (Eq.2 et Eq.3, figure 04). En plus des effets quadratiques de GC (x_2x_2) était significativement négative sur la viscosité ($p < 0,0001$).

Bien que l'interaction entre (x_2x_3 , GC / temps) (x_2x_4 , GC / température) était hautement significative d'une façon négative sur la viscosité ($p < 0,0176$), ($p < 0,0001$) respectivement, avec un coefficient estimé important (tableau XII, Eq.4, figure 04). Le comportement rhéofluidifiant de cette gomme est peut-être dû au changement de son organisation macromoléculaire en solution à cause des forces de cisaillement, et que la viscosité de la GC solubilisée à 45 °C est plus élevée que celle solubilisée à 37 °C. Cela semble dû à la solubilité élevée à chaud de cette gomme (**Bouaziz et al.**). En revanche, les formulations de yaourt avec des niveaux élevés de polysaccharides ont entraîné la viscosité la plus élevée (**Aidoo, Afoakwa, & Dewettinck, 2014**).

D'autre part, la GC est significative sur la couleur à cause de leur couleur blanche qui peuvent dégrade l'intensité de couleur de produit de yaourt (tableau XII, Eq.5, figure 04).

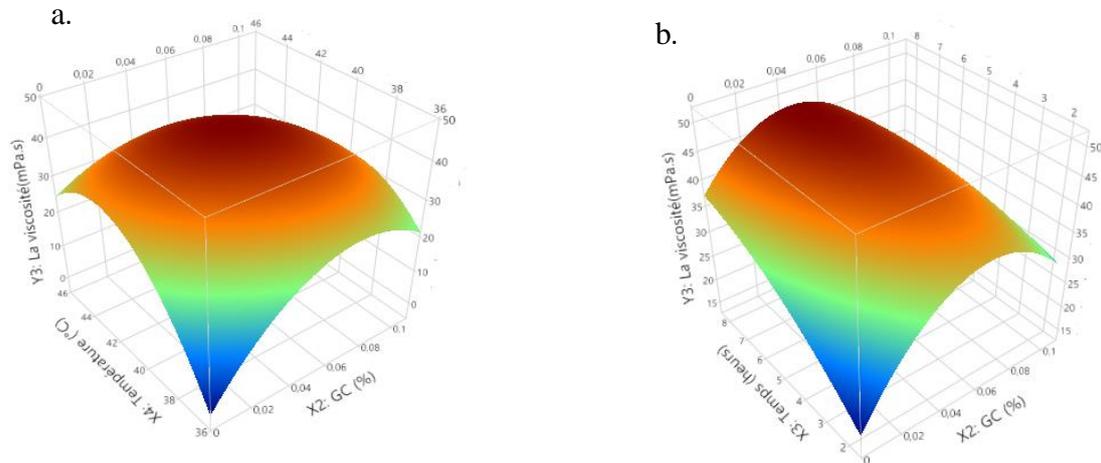


Figure 3: les courbes de surface de réponse de l'effet interactionnel de la gomme de caroube sur les réponses; y_3 : viscosité (a), y_3 : la viscosité (b).

I.9.3. L'influence de temps sur le pH, AT, viscosité et la couleur

Selon le tableau XII et l'Eq. 2 ; Eq. 3, Eq. 4 ; Eq. 5, (x_3) a été trouvée comme un facteur significativement d'une façon négative pour le pH en termes linéaires ($p < 0,0011$), et d'une façon positive pour l'AT ($p < 0,0012$) et viscosité ($p < 0,0001$). Dont la valeur de pH diminué avec une augmentation de temps (tableau XII) sachant que la diminution de pH indique une bonne fermentation avec une quantité plus élevé de l'acide lactique ainsi que l'AT.

En termes d'interaction (x_3x_4 , temps / température), le temps n'était pas un facteur statistiquement significatif pour pH, AT, viscosité et couleur. La signification (x_3x_3) en terme quadratique est significativement négative uniquement pour la viscosité ($p < 0,0497$) (tableau XII).

En fin, l'influence de temps d'incubation est significative pour la viscosité, dont la valeur de viscosité augmente avec l'augmentation de temps d'incubation.

I.9.1. L'influence de température sur le pH, AT, viscosité et la couleur

Selon le tableau XII et l'Eq. 2 ; Eq. 3 ; Eq. 4 et Eq. 5, la température d'incubation (x_4) a été trouvée comme un facteur hautement significatif pour le pH ($p < 0,0003$) et la couleur ($p < 0,0041$) avec un coefficient d'estimation négative et significativement d'une façon positive pour l'AT ($p < 0,0001$) en terme linéaire. Tout d'abord, l'influence de température sur le pH et l'AT est par rapport à l'acide lactique, ont confirmé qu'une température élevée accélère

l'acidification et diminue la consistance du produit sous l'effet de la chaleur ce qui signifie la diminution de pH et l'augmentation de AT (**HACHANA et al.**).

L'effet quadratique (x_4x_4) était significativement positif pour le PH ($p < 0,0334$) et significativement d'une façon négative sur l'AT ($p < 0,0010$) et la viscosité ($p < 0,0001$). Ensuite, la température d'incubation influence sur la viscosité sous le sens inverse, plus la température augmente, plus la viscosité diminue, et inversement. Il peut être que plus la température est basse, plus l'acidification est lente et plus la viscosité est élevée, ce qui souligne que les propriétés texturales du yaourt peuvent être gouvernées par la température de fermentation (**Beal, Skokanova, Latrille, Martin, & Corrieu, 1999**).

CONCLUSION

Conclusion

Le procédé de fabrication d'un yaourt ferme à base de caroube a été optimisé à l'aide de la méthode de surface de réponse (modèle Box-Benhken), afin d'évaluer l'effet de variables indépendantes « facteurs » d'intérêt (la mélasse x_1 , GC, temps et température) sur les réponses (pH : y_1 , AT : y_2 , viscosité : y_3 et la couleur : y_4). Parmi les variables indépendantes étudiées, la mélasse s'est avérée être la variable la plus influente à divers degrés sur les caractéristiques du yaourt, car son effet linéaire (x_1) et quadratique (x_1^2) a affecté de manière significative ($0,0001 < p < 0,0002$) toutes les réponses (y_1, y_2, y_3, y_4) au niveau de signification de 0,05, suivi de GC, temps et température.

Le modèle Box-Benhken utilisé pour ajuster les 04 réponses (pH, AT, viscosité et couleur) est significatif (valeur F plus élevée, valeur $p < 0,0001$) avec manque d'ajustement non significatif (valeur F petite, valeur $p > 0,05$) ce qui indique l'adéquation et la convenance du modèle choisi pour exprimer la relation entre les variables observées des réponses expérimentales obtenues par rapport aux valeurs des réponses prédites par logiciel

Les conditions optimales obtenues, 10 % de mélasse, 0,060 % de GC, temps d'incubation de 8h et 37 °C se sont avérées appropriées.

En conclusion, il a été démontré que le fruit de caroube pouvait être utilisé efficacement pour produire un lait fermenté « yaourt ferme à base de caroube » type alicament riche en nutriments dans la plage correcte des conditions de fabrication.

En termes de perspectives, le présent travail reste une première étape dans la recherche, il serait donc intéressant de l'approfondir pour mieux enrichir, améliorer et compléter notre travail dans l'avenir par :

- ✚ Optimiser les conditions de conservation et de stockage de yaourt à base de caroube.
- ✚ Détermination de la biodisponibilité des composés bioactifs dans le yaourt à base de caroube.
- ✚ Etudes des activités biologiques de yaourt à base de caroube.
- ✚ Améliorer le goût du yaourt à base de caroube, en ajoutant d'autres arômes naturels pour développer de nouvelles saveurs.

Références

- Aidoo, R. P., Afoakwa, E. O., & Dewettinck, K. (2014). Optimization of inulin and polydextrose mixtures as sucrose replacers during sugar-free chocolate manufacture—Rheological, microstructure and physical quality characteristics. *Journal of Food Engineering*, *126*, 35-42.
- Avallone, R., Plessi, M., Baraldi, M., & Monzani, A. (1997). Determination of chemical composition of carob (*Ceratonia siliqua*): protein, fat, carbohydrates, and tannins. *Journal of food composition and analysis*, *10*(2), 166-172.
- Aziz, H., & Hicham, E. B. (2014). Optimization of production of carob pulp syrup from different populations of Moroccan carob (*Ceratonia siliqua* L.). *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*, *4*(3), 855-863.
- Battle, I. (1997a). *Carob tree: Ceratonia siliqua L.-Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops*. 17 (Vol. 17): Bioversity International.
- Battle, I. (1997b). Current situation and possibilities of development of the carob tree (*Ceratonia siliqua* L.) in the Mediterranean region. *NUCIS Newsletter*(6), 33-38.
- Beal, C., Skokanova, J., Latrille, E., Martin, N., & Corrieu, G. (1999). Combined effects of culture conditions and storage time on acidification and viscosity of stirred yogurt. *Journal of Dairy Science*, *82*(4), 673-681.
- Benchikh, Y., Djellas, I. K., & Mohellebi, N. (2020). Optimization in production of yogurt enriched with phenolic compounds of carob pulp (*Ceratonia siliqua* L.) by experiment plan. *Algerian Journal of Engineering Research*, *4*(1), 12-20.
- Bentahar, A., Khennouf, S., Bouaziz, A., & Djidel, S. (2012). *Evaluation De La Teneur En Polyphenols Et L'activite Antioxydante Des Extraits Aqueux Des Ceratonia Siliqua L. Et Ruta Montana L.* Paper presented at the Proceeding of the 2nd African Congress on Biology & Health University Ferhat Abbas Setif1.
- Bernardo-Gil, M. G., Roque, R., Roseiro, L. B., Duarte, L. C., Gírio, F., & Esteves, P. (2011). Supercritical extraction of carob kibbles (*Ceratonia siliqua* L.). *The Journal of Supercritical Fluids*, *59*, 36-42.
- Beserra, B. T., Fernandes, R., do Rosario, V. A., Mocellin, M. C., Kuntz, M. G., & Trindade, E. B. (2015). A systematic review and meta-analysis of the prebiotics and synbiotics effects on glycaemia, insulin concentrations and lipid parameters in adult patients with overweight or obesity. *Clinical Nutrition*, *34*(5), 845-858.
- Bingham, N. H., & Fry, J. M. (2010). *Regression: Linear models in statistics*: Springer Science & Business Media.
- Bondeau, A., & Huck, J. (1985). Etude de la viscosité de cisaillement des liquides sous-refroidis jusqu'à leur température de transition vitreuse. Analyse des variations thermiques des coefficients de Vogel-Fulcher.-I. Carbonate de propylène. *Journal de Physique*, *46*(10), 1717-1730.
- Bouaziz, A., Zidi, I., & Mnif, W. La gomme de caroube: trésor industriel?

- Chandan, R. C. (2017). An overview of yogurt production and composition. *Yogurt in health and disease prevention*, 31-47.
- Chandan, R. C., Gandhi, A., & Shah, N. P. (2017). Yogurt: Historical background, health benefits, and global trade *Yogurt in health and disease prevention* (pp. 3-29): Elsevier.
- Chandan, R. C., White, C. H., Kilara, A., & Hui, Y. H. (2008). *Manufacturing yogurt and fermented milks*: John Wiley & Sons.
- Chibane, H., Serra, R., & Leroy, R. (2011). *Mise en oeuvre d'une optimisation multi-objectif en tournage d'un acier 100C6: compromis entre qualité de surface et productivité*. Paper presented at the CFM 2011-20ème Congrès Français de Mécanique.
- Dakia, P. A., Blecker, C., Robert, C., Wathelet, B., & Paquot, M. (2008). Composition and physicochemical properties of locust bean gum extracted from whole seeds by acid or water dehulling pre-treatment. *Food hydrocolloids*, 22(5), 807-818.
- El-Kholy, W. M., Aamer, R. A., & Zedan, M. A. (2015). Production, Purification Of Locust Bean Gum And Carob Dibs And Their Application In Manufacture Of Yoghurt. *Egyptian Journal of Agricultural Research*, 93(4), 1271-1292.
- El Batal, H., Hasib, A., Ouatmane, A., Boulli, A., Dehbi, F., & Jaouad, A. (2013). Yield and composition of carob bean gum produced from different Moroccan populations of carob (*Ceratonia siliqua* L.). *Journal of Materials and Environmental Science*, 4(2), 309-314.
- El Hajaji, H., Farah, A., Ennabili, A., Bousta, D., Greche, H., El Bali, B., & Lachkar, M. (2013). Etude comparative de la composition minérale des constituants de trois catégories de *Ceratonia siliqua* L. (Comparative study of the mineral composition of the constituents of three varieties of *Ceratonia siliqua* L.). *J. Mater. Environ. Sci*, 4(2), 165-170.
- Farag, M. A., Saleh, H. A., El Ahmady, S., & Elmassry, M. M. (2021). Dissecting yogurt: The impact of milk types, probiotics, and selected additives on yogurt quality. *Food Reviews International*, 1-17.
- Ferreira, S. C., Bruns, R., Ferreira, H. S., Matos, G. D., David, J., Brandão, G., . . . Souza, A. (2007). Box-Behnken design: an alternative for the optimization of analytical methods. *Analytica chimica acta*, 597(2), 179-186.
- Gadoum, A. (2020). *Contribution à l'étude de la biologie de Cératonia siliqua L" effets du déficit hydrique"*.
- Gahruie, H. H., Eskandari, M. H., Mesbahi, G., & Hanifpour, M. A. (2015). Scientific and technical aspects of yogurt fortification: A review. *Food Science and Human Wellness*, 4(1), 1-8.
- Ghasempour, Z., Alizadeh, M., & Bari, M. R. (2012). Optimisation of probiotic yoghurt production containing Zedo gum. *International journal of dairy technology*, 65(1), 118-125.
- Goulas, V., Stylos, E., Chatziathanasiadou, M. V., Mavromoustakos, T., & Tzakos, A. G. (2016). Functional components of carob fruit: Linking the chemical and biological space. *International journal of molecular sciences*, 17(11), 1875.
- Goupy, J. (2006). *Plans d'expériences*: Ed. Techniques Ingénieur.

- Hachana, Y., Rejeb, R., Chiboub, N., & Zneidi, I. Variation factors of yoghurt quality during the manufacturing process Etude des facteurs de variation de la qualité du yaourt durant le processus de production.
- Haroun, M., Khirstova, P., & Covington, T. (2013). Tannins characterization of some indigenous and exotic woody plant species and two agricultural crops in Sudan. *Journal of Forest Products & Industries*, 6, 38-46.
- Iop, S., Silva, R., & Beleia, A. (1999). Formulation and evaluation of dry dessert mix containing sweetener combinations using mixture response methodology. *Food chemistry*, 66(2), 167-171.
- Khuri, A. I., & Cornell, J. A. (2018). *Response surfaces: designs and analyses: revised and expanded*: CRC press.
- Lee, W.-J., & Lucey, J. (2010). Formation and physical properties of yogurt. *Asian-Australasian Journal of Animal Sciences*, 23(9), 1127-1136.
- Liu, M., Siezen, R. J., & Nauta, A. (2009). In silico prediction of horizontal gene transfer events in *Lactobacillus bulgaricus* and *Streptococcus thermophilus* reveals proto-cooperation in yogurt manufacturing. *Applied and environmental microbiology*, 75(12), 4120-4129.
- Maïwore, J., Baane, M., Ngoune, L. T., Fadila, J., Yero, M. Y., & Montet, D. (2018). Qualité microbiologique et physico-chimique des laits fermentés consommés à Maroua (Cameroun). *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 12(3), 1234-1246.
- Montgomery, D. C. (2017). *Design and analysis of experiments*: John Wiley & sons.
- Motilva, M.-J., Serra, A., & Macià, A. (2013). Analysis of food polyphenols by ultra high-performance liquid chromatography coupled to mass spectrometry: An overview. *Journal of Chromatography A*, 1292, 66-82.
- MOUEDDEN, N.-e. R. (2009). *Simulation d'un plan HACCP au niveau de la chaîne de fabrication du yaourt pour la mise en place d'un plan assurance qualité: Cas laiterie yaourterie DAHRA*. Université d'Oran1-Ahmed Ben Bella.
- Mousavi, M., Heshmati, A., Garmakhany, A. D., Vahidinia, A., & Taheri, M. (2019). Optimization of the viability of *Lactobacillus acidophilus* and physico-chemical, textural and sensorial characteristics of flaxseed-enriched stirred probiotic yogurt by using response surface methodology. *LWT*, 102, 80-88.
- Myers, R. H., Montgomery, D. C., & Anderson-Cook, C. M. (2016). *Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments*: John Wiley & Sons.
- Payant, E., Goupy, J., Porte, C., & Delacroix, A. (2004). Optimisation de la formulation et de la mise en œuvre d'un revêtement de poly (uréthane-urée) et application des plans booléens. *Revue de statistique appliquée*, 52(2), 51-70.
- Quézal, P., & Santa, S. (1962). Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales.

- Rizzo, V., Tomaselli, F., Gentile, A., La Malfa, S., & Maccarone, E. (2004). Rheological properties and sugar composition of locust bean gum from different carob varieties (*Ceratonia siliqua* L.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(26), 7925-7930.
- Saidi, R., Lamarti, A., & Badoc, A. (2007). Micropropagation du caroubier (*Ceratonia siliqua*) par culture de bourgeons axillaires issus de jeunes plantules. *Bull. Soc. Pharm. Bordeaux*, 146, 113-129.
- Sanful, R. E. (2009). Promotion of coconut in the production of yoghurt. *African Journal of Food Science*, 3(5), 147-149.
- Selvamuthukumar, M., & Khanum, F. (2015). Optimization of seabuckthorn fruit yogurt formulation using response surface methodology. *Journal of food science and technology*, 52(2), 831-839.
- Shori, A., Baba, A. S., & Chuah, P. (2013). The effects of fish collagen on the proteolysis of milk proteins, ACE inhibitory activity and sensory evaluation of plain-and *Allium sativum*-yogurt. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 44(5), 701-706.
- Tounsi, L., Karra, S., Kechaou, H., & Kechaou, N. (2017). Processing, physico-chemical and functional properties of carob molasses and powders. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 11(3), 1440-1448.
- Uduwerella, G., Chandrapala, J., & Vasiljevic, T. (2017). Minimising generation of acid whey during Greek yoghurt manufacturing. *Journal of Dairy Research*, 84(3), 346-354.
- Uduwerella, G., Chandrapala, J., & Vasiljevic, T. (2018). Preconcentration of yoghurt base by ultrafiltration for reduction in acid whey generation during Greek yoghurt manufacturing. *International journal of dairy technology*, 71(1), 71-80.
- Ünal, B., Metin, S., & Işıklı, N. D. (2003). Use of response surface methodology to describe the combined effect of storage time, locust bean gum and dry matter of milk on the physical properties of low-fat set yoghurt. *International Dairy Journal*, 13(11), 909-916.
- Vilain, A.-C. (2010). Qu'est-ce que le lait? *Revue française d'allergologie*, 50(3), 124-127.
- Zhu, B.-J., Zayed, M. Z., Zhu, H.-X., Zhao, J., & Li, S.-P. (2019). Functional polysaccharides of carob fruit: a review. *Chinese medicine*, 14(1), 1-10.

Annexe

Annexe 1 : Fiche technique du lait de vache pasteurisé

DJAOUDA LAB

DECISION N° 29 DU 09 JANVIER 2013 (AUTORISE DEPUIS 2003)

ANALYSE ET CONTRÔLE DE LA QUALITE

BULLETIN D'ANALYSES MICROBIOLOGIQUES

Nom du produit:	Lait de vache pasteurisé	Nom ou raison sociale du demandeur:	DJELLAL SAMIA
Reçu:	30.06.2022	Adresse:	M'SILA
N° d'inscription:	356/2022		

N°	DETERMINATIONS	ECHANTILLONS					REFERENCES
		1er	2ème	3ème	4ème	5ème	
1	Tests de stabilités						
2	PH						
3	Germes aérobies à 30°C/ml	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	NA 1207
4	Germes aérobies à 37°C/ml						
5	Enterobacteriaceae	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	NA ISO 21528-2
6	Coliformes fécaux						
7	Streptocoques fécaux/ 0,1ml						
8	Staphylococcus aureus						
9	Clostridium SR/ml						
10	Anaerobies SR/20ml à 46°C						
11	Anaerobies SR/ml à 46°C						
12	Levures						
13	Salmonelles /25ml	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	NA ISO 6579
14	Moisissures						

CONCLUSION:

PRODUIT D'UNE QUALITE MICROBIOLOGIQUE SATISFAISANTE
SELON L'ARRETE INTERMINISTERIEL DE 02 MOHARAM 1438
CORRESPONDANT AU 4 OCTOBRE 2016 FIXANT LES CRITERES
MICROBIOLOGIQUES DES DENREES ALIMENTAIRES.

Bulletin établi le:
03/07/2022

Adresse:
Rue 28 janvier1957
cité cheikh taher M'SILA 28000

RC:01A2828055
MF:296730010024836
AL: 28019102100

Tel: 035 36 05 13
Fax: 035 36 05 13
Mob: 07 74 40 40 45

Annexe 2 : Fiche technique de yaourt ferme à base de caroube.

DJAOUDA LAB

DECISION N° 29 DU 09 JANVIER 2013 (autorisé depuis 2003)

ANALYSES ET CONTRÔLE DE LA QUALITE
BULLETIN D'ANALYSES MICROBIOLOGIQUES

Nom du produit:	Yaourt nature enrichie
Reçu:	30.06.2022
N° d'inscription:	355/2022

Nom ou raison sociale du demandeur: DJELLAL SAMIA
Adresse: M'SILA

N°	DETERMINATIONS	ECHANTILLONS					REFERENCES
		1er	2ème	3ème	4ème	5ème	
1	Tests de stabilités						
2	PH						
3	Germes aérobies à 30°C/ml						
4	Germes aérobies à 37°C/ml						
5	Enterobacteriaceae	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	ISO 21528-2
6	Coliformes fécaux						
7	Streptocoques D/50ml						
8	Staphylocoques à coagulase +	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	JO n°68 -2014
9	Clostridium butyrique						
10	Anaerobies SR/20ml à 46°C						
11	Anaerobies SR/ml à 46°C						
12	Levures						
13	Salmonelles /25g	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	NA ISO 6579
14	Moisissures						

CONCLUSION:

PRODUIT D'UNE QUALITE MICROBIOLOGIQUE SATISFAISANTE
SELON L'ARRETE INTERMINISTERIEL DE 02 MOHARAM 1438
CORRESPONDANT AU 4 OCTOBRE 2016 FIXANT LES CRITERES
MICROBIOLOGIQUES DES DENREES ALIMENTAIRES.

Bulletin établi le:
03/07/2022

Adresse:
Rue 28 janvier 1957
cité cheikh taher M'SILA 28000

RC: 01A2828055
MF: 296730010024836
AL: 28019102100

Tel: 035 36 05 13
Fax: 035 36 05 13
Mob: 07 74 40 40 45

Résumé

L'ajout des extraits de différents parts des fruits de caroubes dans yaourt influence les caractéristiques sensorielles, physiques et fonctionnelles du yaourt, en tant que Le MSR est efficace pour optimiser divers paramètres de processus impliquant des niveaux d'ingrédients et formulation de différents produits alimentaires. Une conception de Box-Benhken a été appliquée pour optimiser le procédé de fabrication de yaourt à base de fruit qui est la caroube avec sa gomme GC. L'effet de la mélasse de la température d'incubation, du temps d'incubation, et de la concentration de GC sur les indices de qualité du yaourt (pH, AT, viscosité, couleur). La mélasse et la GC étaient les facteurs les plus influents sur les indices de qualité suivis. Les conditions optimales de production de yaourt ferme à base de caroube étaient les suivantes : la mélasse : 10%, temps d'incubation : 8 heures ; température d'incubation : 38°C ; et concentration de GC : 0,060 %.

Mots clé : Optimisation, yaourt ferme, caroube, mélasse, gomme de caroube, méthode de surface de réponse (Box-Benhken).

Abstract

The addition of extracts from different parts of locust bean fruits in yogurt influences the sensory, physical and functional characteristics of yogurt, as MSR is effective in optimizing various process parameters involving ingredient levels and formulation of different food products. A Box-Benhken design was applied to optimize the manufacturing process for yoghurt containing a new fruit, the carob tree with its GC gum. The effect of molasses incubation temperature, incubation time, and GC concentration on the following yogurt quality indices: pH, AT, viscosity, color. For molasses, GC was the most important factor followed by incubation time and temperature. Molasses, GC, temperature and time showed highly significant effects on yogurt quality. The optimal conditions for the production of carob yoghurt were as follows: molasses: 10%, incubation time: 8 hours; incubation temperature: 38°C; and GC concentration: 0.060%.

Keywords: optimization, firm yoghurt, carob, molasses, locust bean gum, reponse surface method (Box-Benhken).

المخلص

تم تطبيق تصميم Box-Benhken لتحسين عملية تصنيع الزبادي بإضافة فاكهة الخروب على شكل مستخلص الروب والصمغ من لب و من سويداء بذور الخروب على التوالي، لقد تم دراسة تأثير الروب، الصمغ، درجة الحرارة ووقت حضانة الزبادي على بعض المؤشرات الفيزيائية والكيميائية والمتمثلة في الأس الهيدروجيني، نسبة الحموضة، معايرة اللزوجة واللون L*. كانت الظروف المثلى لإنتاج زبادي مصنوع من الخروب هي كمية الروب 10 % كمية الصمغ 0.060 % درجة حرارة الحضان 38°C ومدة الحضان 8 ساعات ومن خلال الدراسة الإحصائية نجد ان كمية الروب والصمغ من أكثر العوامل تأثيرا على الخصائص الفيز وكيميائية للزبادي.