

Elaboration d'une nouvelle formulation de yaourt à vocation diététique

Rafika SOUALHI*

*Faculté des Sciences Biologiques, Département de Biologie et Physiologie des Organismes,
Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, Alger, Algérie*

* Correspondance, courriel : soualhi.rafika@hotmail.fr

Résumé

Le but de ce travail est l'élaboration d'une nouvelle formulation d'un yaourt diététique hyperprotéique riche en caséinates de sodium avec un coût de revient plus ou moins abordable. On s'est intéressé en premier lieu à l'étude de l'effet de la supplémentation de différents polysaccharides sur les propriétés rhéologiques et sensorielles du produit. Il s'agit en fait d'agents texturants qui sont : l'amidon, la pectine, les carraghénanes et le xanthane. Le rôle de ces derniers étant l'amélioration des propriétés texturales du mélange en assurant ainsi une bonne stabilité à l'émulsion formulée. De plus, il s'agit d'un moyen de diminuer le coût de revient du produit final en tentant de substituer une partie des caséinates par un ou plusieurs de ces polysaccharides. La stratégie expérimentale adoptée dans ce sens a été celle des plans d'expériences permettant ainsi d'économiser les matières premières et le temps en réalisant un minimum d'essais avec un maximum de crédibilité. D'après les premiers résultats obtenus, on a pu retenir deux agents texturants seulement possédant ainsi de bonnes propriétés texturales sur le mélange. Il s'agit en fait de l'amidon modifié ainsi que la pectine. On s'est focalisé par la suite sur l'optimisation de la formule en réalisant ainsi une deuxième série d'essais. Une formule optimale a pu être obtenue, possédant de bonnes propriétés texturales et gustatives. Elle est réalisée avec un mélange des deux agents texturants "amidon" et pectine" à des concentrations respectives de 9 g/L et 0,9 g/L. quant à la supplémentation de la formule en caséinates de sodium, elle est établie avec une concentration de 23,6 g/L. L'étude technico-économique a montré que le coût de revient de la formule est relativement modéré.

Mots-clés : *yaourt, diététique, hyperprotéique, caséinates de sodium, amidon, pectine, carraghénanes, xanthane, plan d'expériences.*

Abstract

Elaboration of a new formulation of dietetic yoghurt

The aim of this work is the elaboration of a new formulation of dietetic yoghurt both rich in sodium caseinate and also polysaccharides. At first, we were interested in the study of different polysaccharide's effect on rheological and sensory properties of the product. The textural agents used are : pectin, xanthan, starch and carraghenan. The role of these agents is to improve the textural properties in the mixture and to provide also a good stability in the formulated emulsion. The experimental strategy adopted in this case was the experiment's design in order to save raw material and time by realizing minimum formulations with a maximum of credibility.

The first results show that both starch and pectin have a good effect on the mixture. Afterward, we focused on the formulation's optimization. One good formulation was obtained with 0.9 gram by liter of pectin, 9 gram by liter of starch and 23.6 gram by liter of sodium caseinate. The technico-economic study revealed and showed that the cost price of the three formulations were relatively moderated.

Keywords : *yoghurt, dietetic, sodium caseinate, pectin, xanthan, starch, carraghenan, experiment's design.*

1. Introduction

Les laits fermentés ont représentés pendant des millénaires et pour de nombreuses populations, une alimentation privilégiée du fait de sa richesse en protéines et de sa bonne digestibilité. [1] Aujourd'hui, la consommation de ce type de produits en Algérie; plus particulièrement celle du yaourt; avoisine les 44 % selon l'ONS. [2] Ceci est dû sans doute à une prise de conscience des bienfaits nutritionnelles que peut apporter ce produit. En effet, Le yaourt est considéré comme étant plus digeste que le lait non fermenté. Il contient deux fois plus d'acides aminés libres : cette propriété résulte du traitement thermique, de l'acidification et de l'activité protéolytique des bactéries. Nous nous sommes rendu compte que les propriétés fonctionnelles, structurales et nutritionnelles du yaourt sont dues principalement à des protéines majoritairement présentes au sein du produit et que l'on nomme caséines. Ces caséines possèdent en fait des propriétés épaississantes ainsi que des propriétés émulsifiantes et moussantes très intéressantes. Elles participent fortement à la construction du gel lors de la fermentation. De plus, cette protéine a la capacité de ralentir la digestion et de ce fait prolonge la sensation de satiété [3, 4]. Toutes ces propriétés et caractéristiques ont poussé les industriels à extraire ces protéines du lait sous une forme soluble qu'on appelle caséinate [5] qui demeure jusqu'à aujourd'hui, un ingrédient incontournable dans la majorité des produits diététiques et de régime hyperprotéique qui sont de plus en plus répandus. Cependant, l'utilisation de cet ingrédient en industrie agro-alimentaire connaît des difficultés d'ordre financier dû à son coût relativement élevé, c'est pour cette raison que les producteurs de produits dérivés du lait en Algérie n'ont jamais utilisé cette protéine dans leurs formulations. Pour pallier à ce problème d'ordre économique, nous avons tenté de substituer une partie des caséinates par un ou plusieurs polysaccharides dont le prix est nettement moins élevé au sein d'une formulation d'un yaourt ; il s'agit de produits disponibles en Algérie et qui sont : le carraghénane, le xanthane, l'amidon modifié et la pectine. Ce sont des agents texturants très utilisés dans l'industrie laitière.

2. Méthodologie

2-1. Plans d'expériences

Afin de pouvoir établir une formulation diététique de yaourt, il s'avère indispensable de suivre la méthode des plans d'expériences qui permet de structurer les démarches expérimentales entreprises et donner ainsi de la crédibilité aux informations et résultats prélevés. Cette méthode englobe en fait aussi bien la définition de la séquence d'essais à réaliser pour étudier un problème donné que l'analyse algébrique et statistique des résultats de ces essais [6]. Ce travail a été subdivisé en deux plans d'expériences ou plans de mélange :

2-1-1. Plan d'expériences I (plan de mélange I)

On désire effectuer en premier lieu une étude sur l'effet de quelques constituants (agents texturants) sur la formule supplémentée en caséinates de sodium. Pour ce faire, on dispose d'un nombre plus ou moins important d'agents texturants susceptibles d'être utilisés. C'est à leur sélection que nous nous attacherons dans un premier temps. Les facteurs donc retenus sont ceux liés à la composition du yaourt (facteurs internes à la formulation). Il s'agit en fait de : l'eau, les caséinates de sodium, l'amidon, le xanthane, la poudre de lait (26 % MG + 0 % MG), le carraghénane, la pectine, ferment lactique et enfin le sucre. Il est à noter que les deux derniers facteurs (ferment et sucre) sont à figer. Malgré leurs importances au sein de la formule, ces facteurs n'ont pas une influence directe sur l'objectif de l'étude. Donc leurs teneurs seront automatiquement invariables. Les proportions des autres constituants du mélange ou facteurs peuvent être soumises à des contraintes inférieures et supérieures. Les réponses préliminaires souhaitées sont d'ordre textural. En effet, l'aspect du produit est un critère primordial dans notre étude. On désire en fait que le produit soit stable, consistant, onctueux et lisse. Ceci relève de l'analyse de la variation du pH ainsi que l'analyse rhéologique et sensorielle du produit. Dans la majorité des plans d'expériences, le modèle est à la base de la construction de la matrice d'expériences (représentation géométrique du plan d'expériences). La démarche des plans d'expériences impose le choix, avant les essais, de ce modèle mathématique nommé aussi modèle a priori ou modèle postulé [7]. Dans ce premier plan, le modèle mathématique qui semble correspondre à notre objectif est celui du premier degré. Il s'agit d'un modèle linéaire. Les nombres total des facteurs qui varient est de 8. Le modèle peut s'écrire donc de la façon suivante (*Equation 1*):

$$Y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_4 x_4 + a_5 x_5 + a_6 x_6 + a_7 x_7 + a_8 x_8 \quad (1)$$

Où Y : est désigné comme étant la réponse ; $x_1, x_2, x_3, x_4, x_5, x_6, x_7, x_8$: sont les teneurs respectives des huit facteurs : l'eau, les caséinates de sodium, l'amidon, le xanthane, la poudre de lait (26 % MG + 0 % MG), le carraghénane, la pectine ; $a_0, a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6, a_7, a_8$ représentent des coefficients constants et inconnus.

On suppose que les variations des réponses sont proportionnelles aux teneurs des constituants du mélange. Les interactions entre les facteurs sont ainsi négligées. Le modèle du premier degré engendre en fait des plans simples. Il permet de donner en fait une idée sur l'influence de chacun des constituants sur la réponse étudiée. L'existence de contraintes (limites supérieures et inférieures) qui interdisent l'accès à certaines régions du domaine d'étude nous a mené à utiliser le plan D-optimal permettant ainsi de conserver pour un modèle donné, les meilleurs points d'expériences et de diminuer de ce fait le nombre d'essais. Le choix de l'emplacement des meilleurs points expérimentaux nécessite par ailleurs un logiciel de plans d'expériences qui effectue le calcul grâce à un algorithme d'échange des plans D-optimaux [8, 9]. La construction du plan d'expériences s'effectue à l'aide d'un logiciel nommé MODDE 6.0. Il s'agit d'un logiciel permettant de définir des plans d'expériences, de les analyser et de les optimiser. Le logiciel est conçu pour les techniciens et les ingénieurs de tous les secteurs de l'industrie. Les facteurs et les niveaux sélectionnés sont introduits dans le logiciel. Le but est d'éviter en fait les calculs matriciels fastidieux et compliqués. L'introduction des différents facteurs avec leurs niveaux a donné les recettes ou les formules illustrées dans le **Tableau 1**. Le nombre total des essais à formuler avec un plan classique a été estimé à 150 essais. En revanche, l'utilisation du plan D-optimal [10] a permis de diminuer ce nombre et le réduire à 19 seulement incluant 3 répétitions en vue de tester la reproductibilité du modèle. La préparation des essais a été réalisée à l'échelle de laboratoire tout en respectant le diagramme de fabrication standard du yaourt [11]. Le calcul des coefficients inconnus du modèle se fait à l'aide des résultats d'expériences obtenues. La méthode de calcul est basée sur la régression dite PLS (partial least squares) en employant le critère d'optimisation des moindres carrés.

La régression linéaire classique fournit en fait une seule solution souvent basée sur le critère des moindres carrés. Lorsqu'il y a beaucoup de variables, on risque d'obtenir un modèle surparamétré, c'est-à-dire modélisant les erreurs. Pour éviter cela, la régression PLS a été introduite car étant une régression séquentielle, elle permet d'arrêter le processus de régression avant de modéliser l'erreur. [12] La régression PLS est une technique récente qui généralise et combine les caractéristiques de l'analyse sur composantes principales et de la régression multiple. Elle est particulièrement utile quand on a besoin de prédire un ensemble de variables dépendantes à partir d'un ensemble très grand de variables explicatives qui peuvent être très fortement corrélées entre elles. La qualité du modèle, par rapport à sa représentativité et sa puissance de prédiction, est liée respectivement au coefficient de détermination expliquant la variance, R^2 (Equation 2), et au coefficient de prédiction Q^2 (Equation 3) [13]. Les expressions mathématiques de ces deux coefficients sont :

$$R^2 = \frac{\sum (y_i - \bar{y})^2 - \sum e_i^2}{\sum (y_i - \bar{y})^2} \quad 0 \leq R^2 \leq 1 \quad (2)$$

$$Q^2 = \frac{(y_i - \bar{y})^2 - \left[\frac{y_i - \hat{y}_i}{1 - h_i} \right]^2}{\sum (y_i - \bar{y})^2} \quad 0 \leq Q^2 \leq 1 \quad (3)$$

Avec : y_i : Réponse (caractéristique) mesurée au point i ; \bar{y} : Moyenne de l'ensemble des réponses y_i mesurées; e_i : Résidu au point i ; \hat{y}_i : Réponse prédite par le modèle au point i ; h_i : La variance de prédiction au point i .

2-1-2. Plan d'expériences II

Tableau 1 : Les différentes formules du plan d'expériences

N° Exp	Ordre d'élaboration	Poudre 26	Poudre 0	Caséinate	Amidon	Xanthane	Pectine	Carraghénane	Sucre	Ferment	Eau
1	14	0.11	0.04	0.05	0	0	0	0	0.1	0.0006	0.6994
2	12	0.11	0.02	0.005	0.03	0	0	0	0.1	0.0006	0.7344
3	2	0.09	0.02	0.005	0	0.003	0	0	0.1	0.0006	0.7814
4	11	0.11	0.02	0.05	0.03	0.003	0	0	0.1	0.0006	0.6864
5	3	0.11	0.02	0.005	0	0	0.002	0	0.1	0.0006	0.7624
6	6	0.09	0.02	0.05	0.03	0	0.002	0	0.1	0.0006	0.7074
7	4	0.09	0.04	0.05	0	0.003	0.002	0	0.1	0.0006	0.7144
8	15	0.11	0.04	0.005	0.03	0.003	0.002	0	0.1	0.0006	0.7094
9	10	0.09	0.02	0.05	0	0	0	0.001	0.1	0.0006	0.7384
10	16	0.09	0.04	0.005	0.03	0	0	0.001	0.1	0.0006	0.7334
11	7	0.11	0.04	0.005	0	0.003	0	0.001	0.1	0.0006	0.7404
12	13	0.09	0.04	0.05	0.03	0.003	0	0.001	0.1	0.0006	0.6854
13	9	0.09	0.04	0.005	0	0	0.002	0.001	0.1	0.0006	0.7614
14	5	0.11	0.04	0.05	0.03	0	0.002	0.001	0.1	0.0006	0.6664
15	19	0.11	0.02	0.05	0	0.003	0.002	0.001	0.1	0.0006	0.7134
16	1	0.09	0.02	0.005	0.03	0.003	0.002	0.001	0.1	0.0006	0.7484
17	8	0.100443	0.0304433	0.028503	0.0156672	0.00156269	0.0010403	0.000517911	0.1	0.0006	0.721223
18	18	0.100443	0.0304433	0.028503	0.0156672	0.00156269	0.0010403	0.000517911	0.1	0.0006	0.721223
19	17	0.100443	0.0304433	0.028503	0.0156672	0.00156269	0.0010403	0.000517911	0.1	0.0006	0.721223

Après avoir éliminé les facteurs qui ont une mauvaise influence sur le mélange étudié, on cherche à ce stade du travail à optimiser la formule. La stratégie adoptée sera donc celle de l'optimisation des réponses engendrant ainsi l'utilisation de la méthodologie des surfaces de réponses (MSR) [14]. L'objectif étudié renvoi à l'utilisation d'un modèle polynomial non linéaire. Le modèle mathématique adopté dans ce cas est celui du second degré. Un modèle de 4 facteurs sera représenté par la façon suivante (*Equation 4*):

$$Y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_4 x_4 + a_5 x_1 x_2 + a_6 x_1 x_3 + a_7 x_1 x_4 + a_8 x_2 x_3 + a_9 x_2 x_4 + a_{10} x_3 x_4 + a_{11} x_1^2 + a_{12} x_2^2 + a_{13} x_3^2 + a_{14} x_4^2. \quad (4)$$

Où Y : est désigné comme étant la réponse ; x_1, x_2, x_3, x_4 : sont les teneurs respectives des quatre facteurs : eau, amidon, pectine, caséinates de sodium. $a_0, a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6, a_7, a_8, a_9, a_{10}, a_{11}, a_{12}, a_{13}, a_{14}$ représentent des coefficients constants et inconnus.

En ce qui concerne le plan adopté, le choix s'est porté sur le plan D-optimal. Il s'agit du même plan que celui utilisé dans la première partie. La formulation des différents essais est effectuée de la même manière que celle établie dans le premier plan. Des analyses physicochimiques, microbiologiques et sensorielles ont été effectuées sur les différentes formules établies et cela en vue de sélectionner les réponses les plus influentes sur l'objectif postulé.

2-1-2-1. Caractérisation physicochimique et sensorielle

Les différentes analyses établies sont :

- Analyse sensorielle ;
- Analyse de la variation du pH ;
- Analyse rhéologique ;
- Détermination de l'extrait sec ;
- Détermination de l'acidité titrable ;
- Détermination de la teneur en matière grasse ;
- Détermination de la teneur en protéine ;
- Détermination de la teneur en caséines ;
- Détermination de la teneur en minéraux.

2-1-2-2. Analyse microbiologique

Les analyses microbiologiques ont été effectuées en complément de notre étude en vue de s'assurer de la bonne qualité hygiénique et commerciale du produit formulé.

3. Résultats et discussion

3-1. Plan d'expériences I

3-1-1. Détermination du pH

L'analyse du pH s'est effectuée pendant une durée de 15 jours et cela en vue d'évaluer la stabilité du produit. Les résultats obtenus sont représentés sous forme de graphe mettant en évidence les variations du pH en fonction du temps (*Figure 1*).

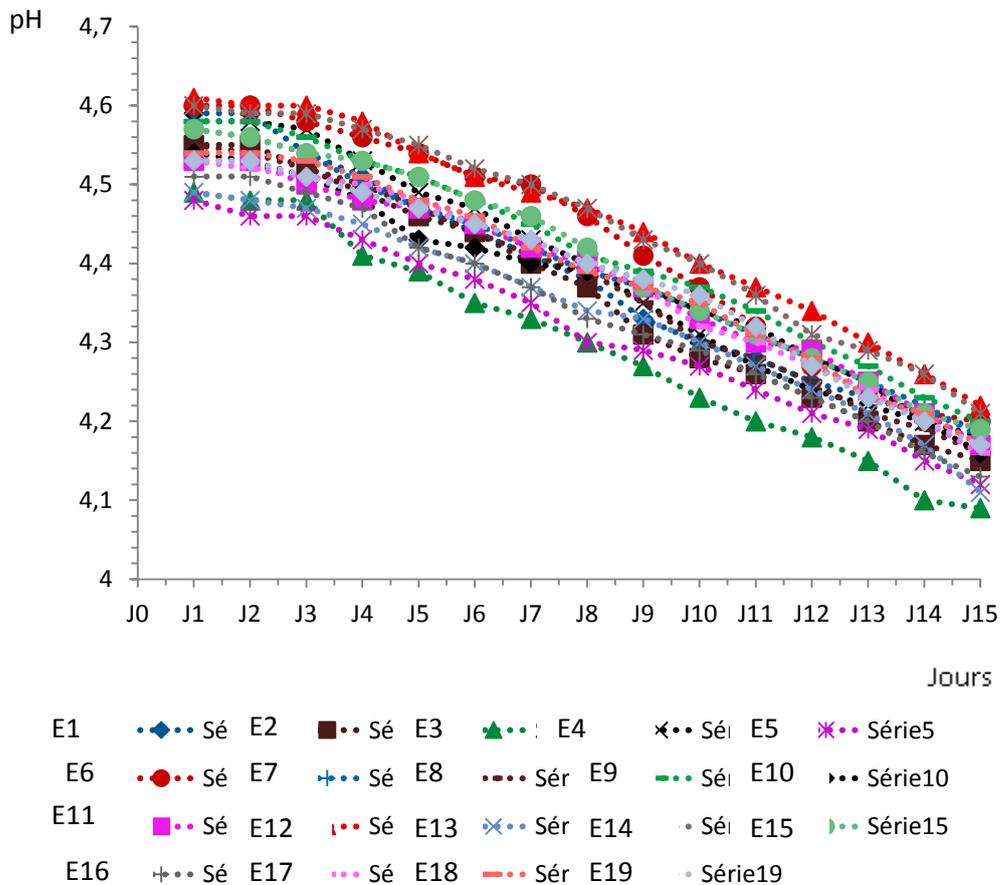


Figure 1 : Graphique représentant les courbes de variation du pH des 19 essais en fonction du temps

Suivant les résultats obtenus, on remarque que la variation du pH fluctue entre deux valeurs qui sont le 4,4 et le 4,6. Ces résultats s'accordent bien avec ceux cités par [15] : valeurs se situant entre 3,39 et 5,68. Nos valeurs s'accordent également avec celles annoncés par [16] qui sont de l'ordre de 4,4 à 0 et 5 % de matière grasse. Concernant les courbes obtenues, elles présentent un profil de variation homogène ainsi qu'un écart $|\delta \text{pH}|$ très étroit. Ceci témoigne de la bonne stabilité du produit. Les résultats de variation du pH obtenus sont introduits en tant que réponse au niveau du plan d'expérience sous forme d'écart de variation $|\delta \text{pH}|$ entre le pH du quinzième jour avec celui du premier jour.

3-1-2. Caractérisation rhéologique

Les courbes rhéologiques d'écoulement et de viscosité de chaque essai sont exprimées respectivement par la contrainte de cisaillement (shear stress) et la viscosité (axes des ordonnés) en fonction de la vitesse de cisaillement (shear rate) (axe des abscisses) et sont représentés ci-dessous. La modélisation des courbes s'effectue par une loi en puissance (loi d'ostwald) [17, 18] .

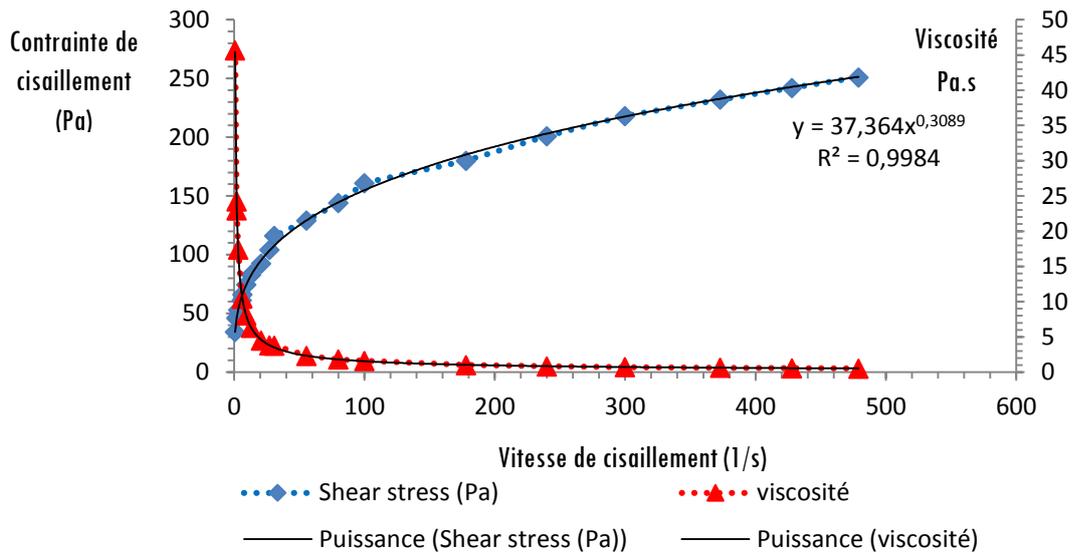


Figure 2 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E1

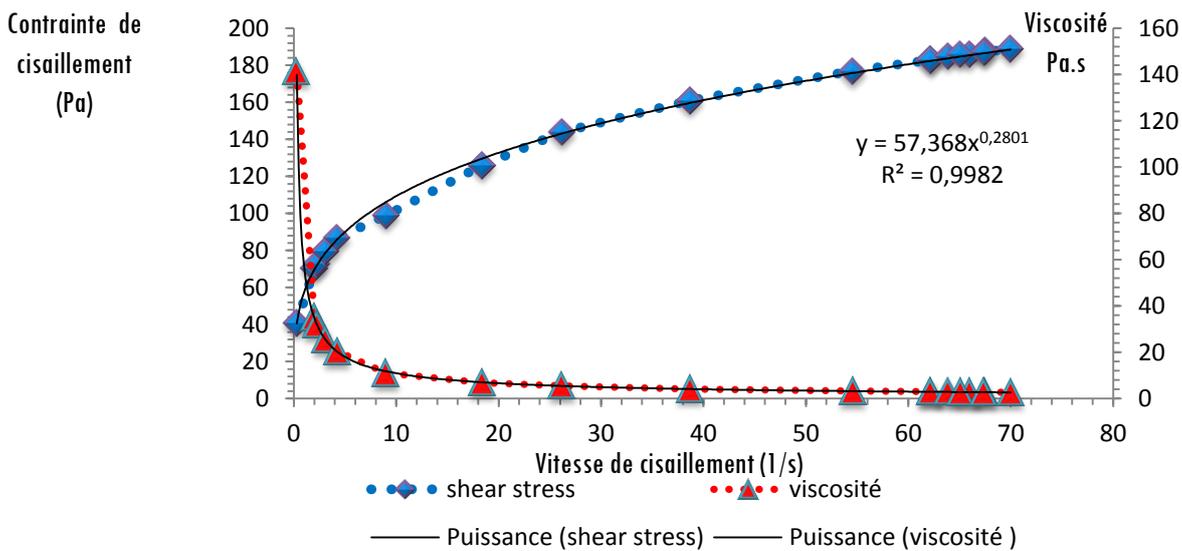


Figure 3 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E2

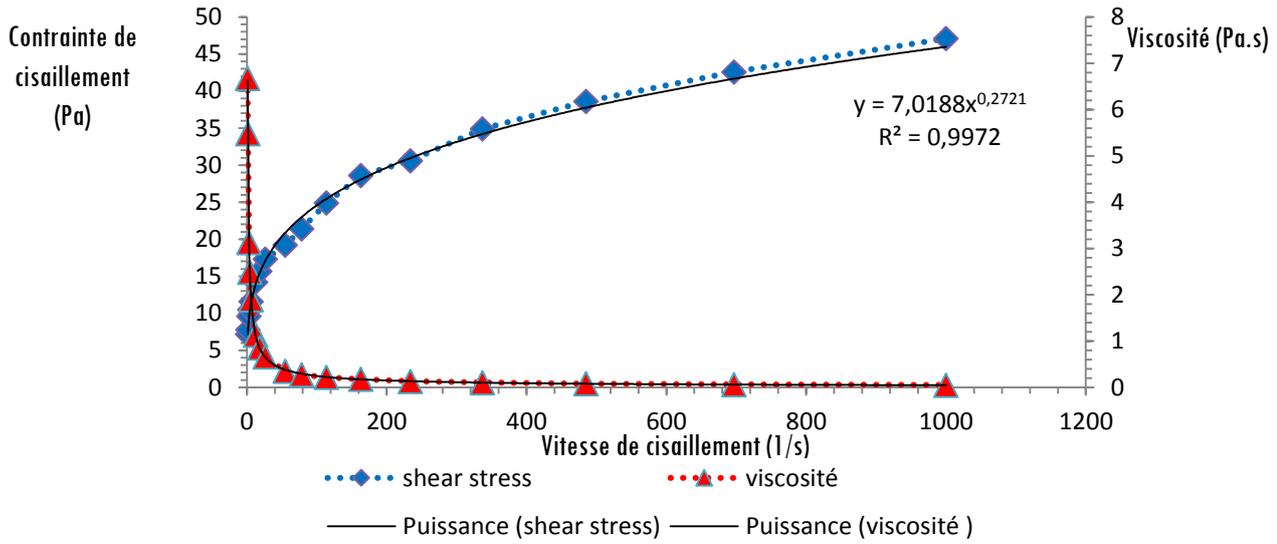


Figure 4 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E3

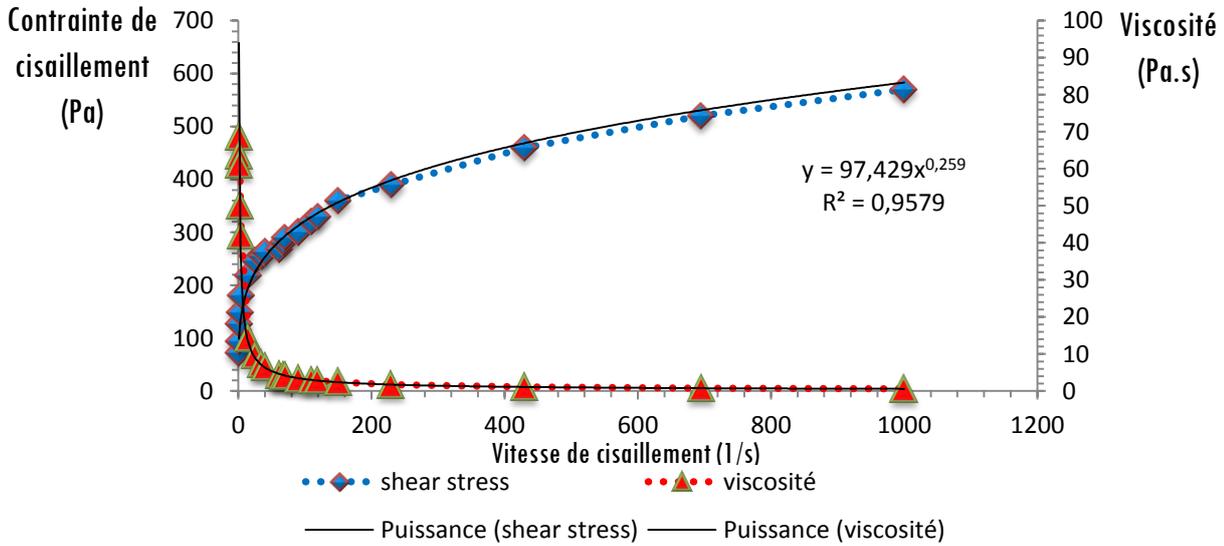


Figure 5 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E4

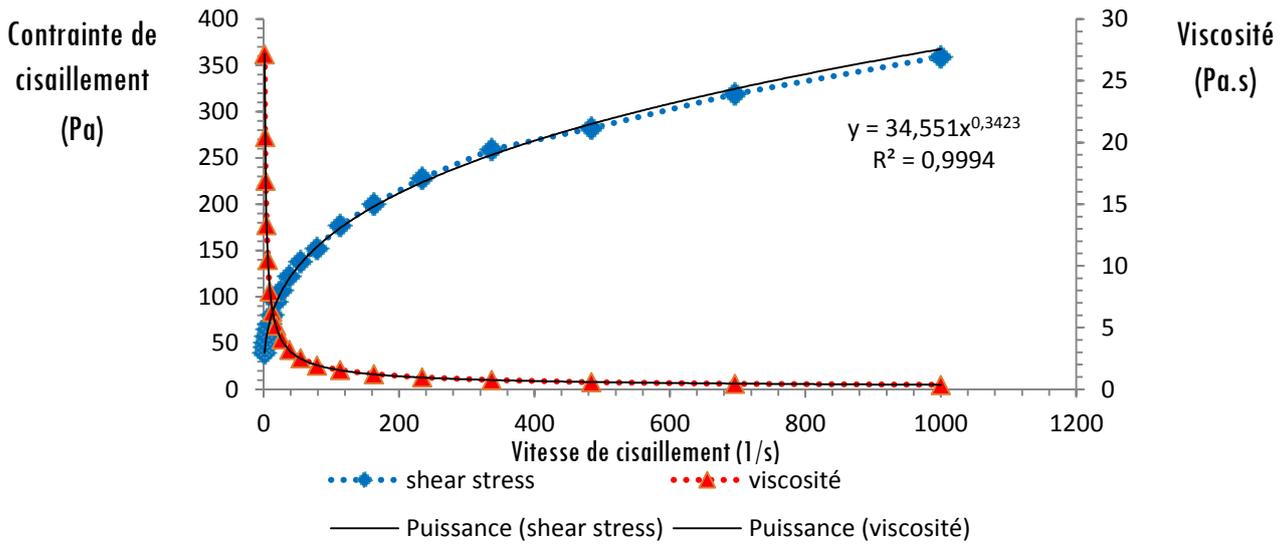


Figure 6 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E5

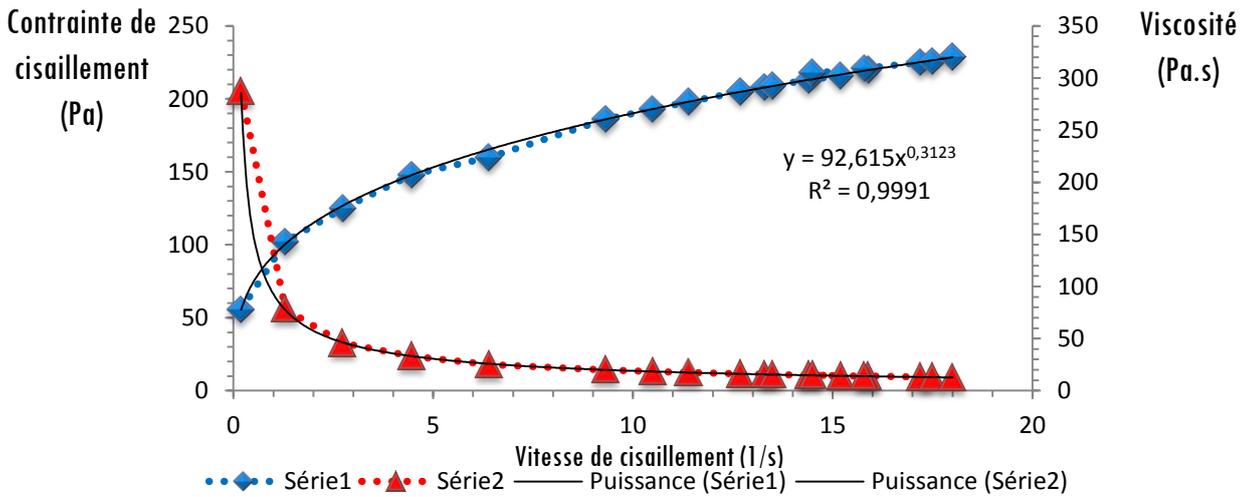


Figure 7 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E6

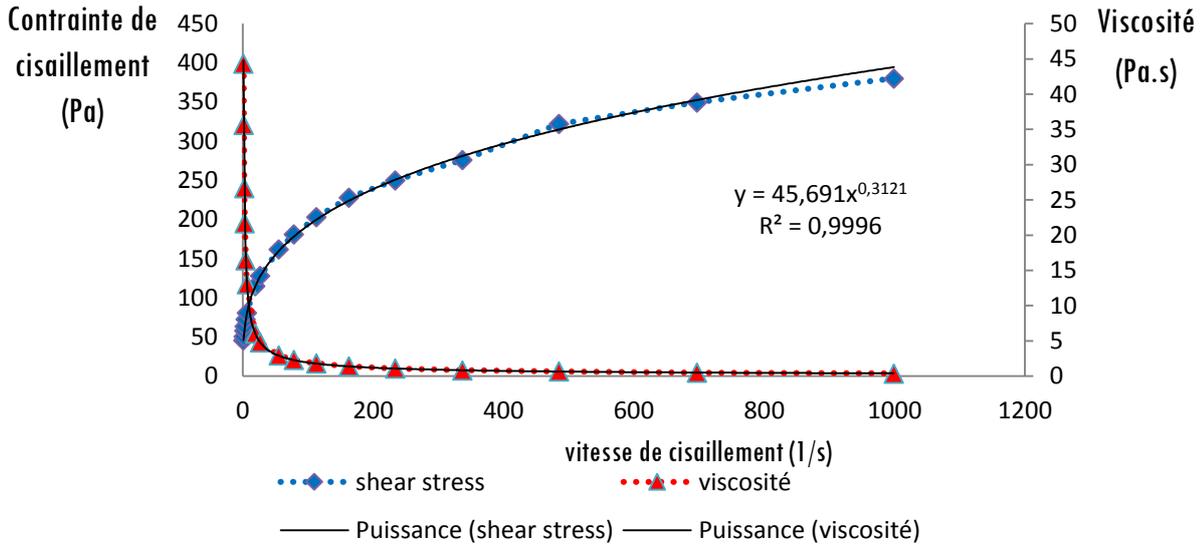


Figure 8 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E7

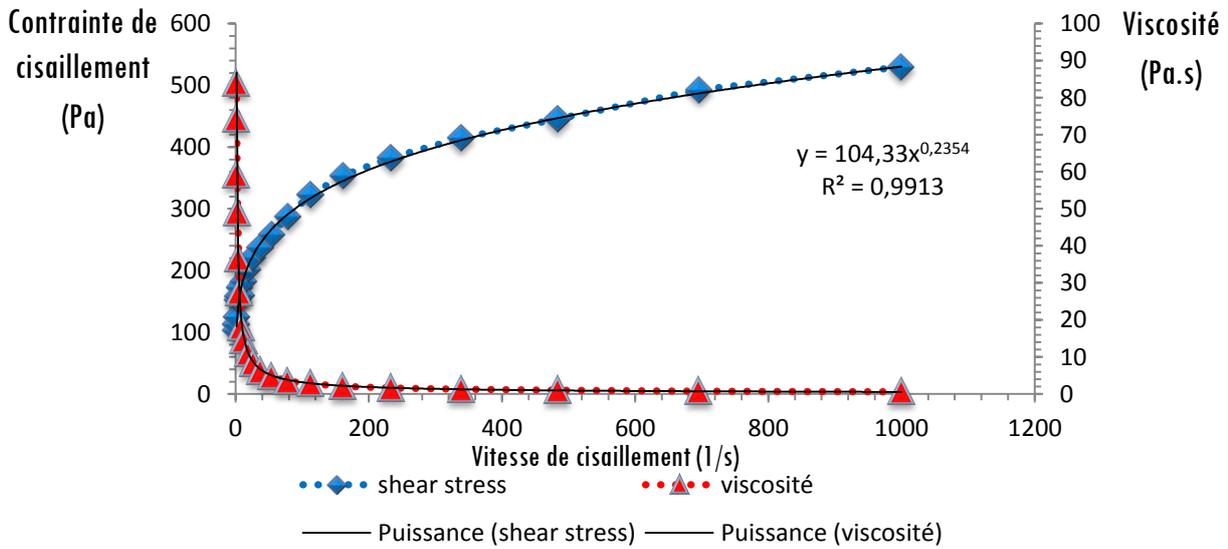


Figure 9 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E8

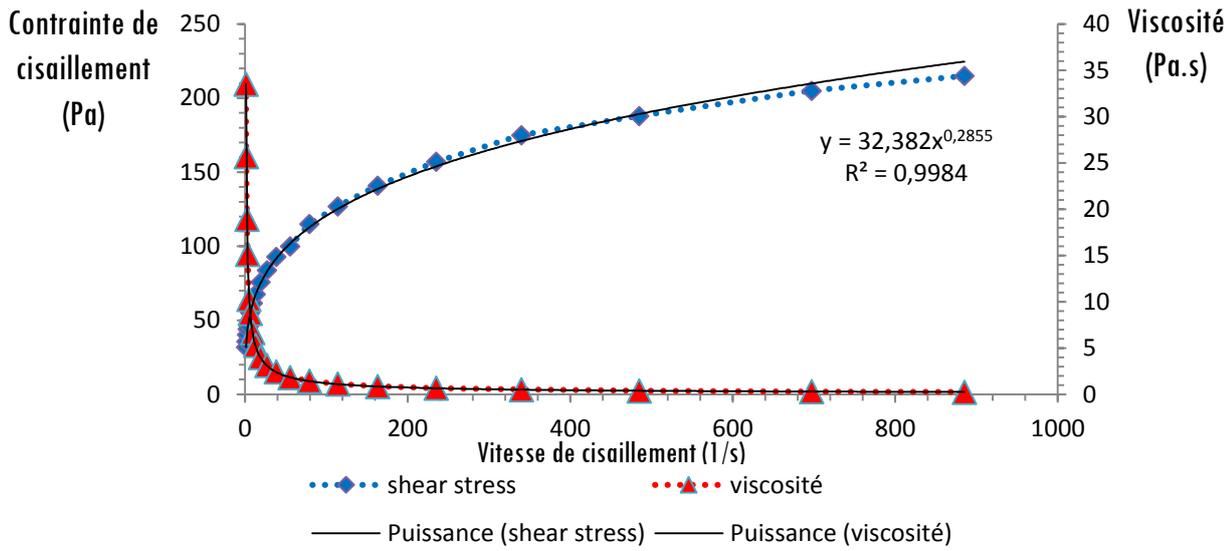


Figure 10 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E9

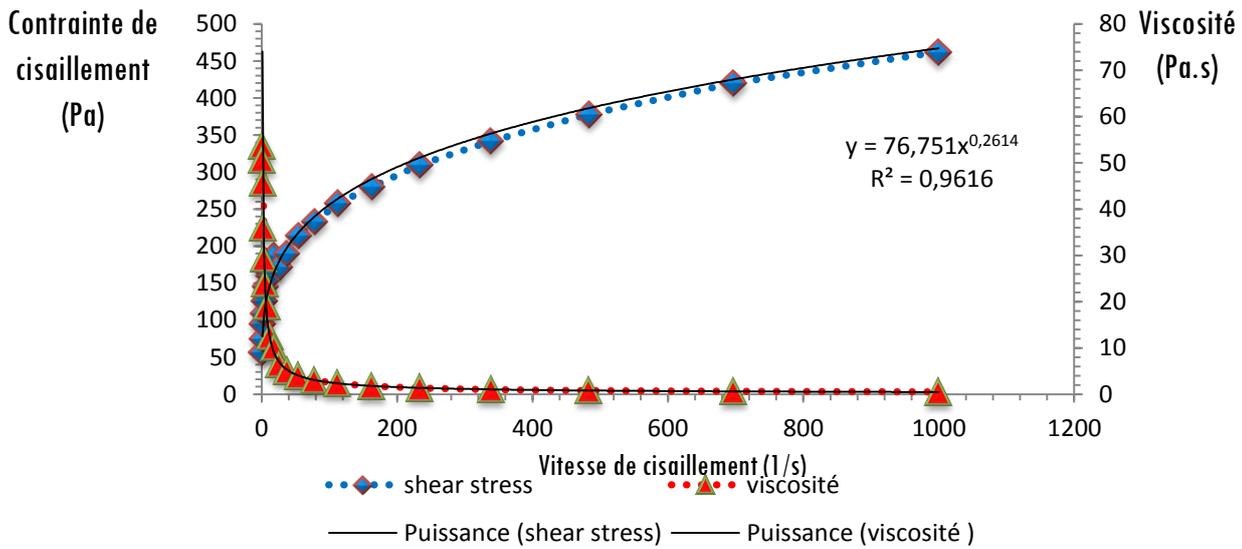


Figure 11 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E10

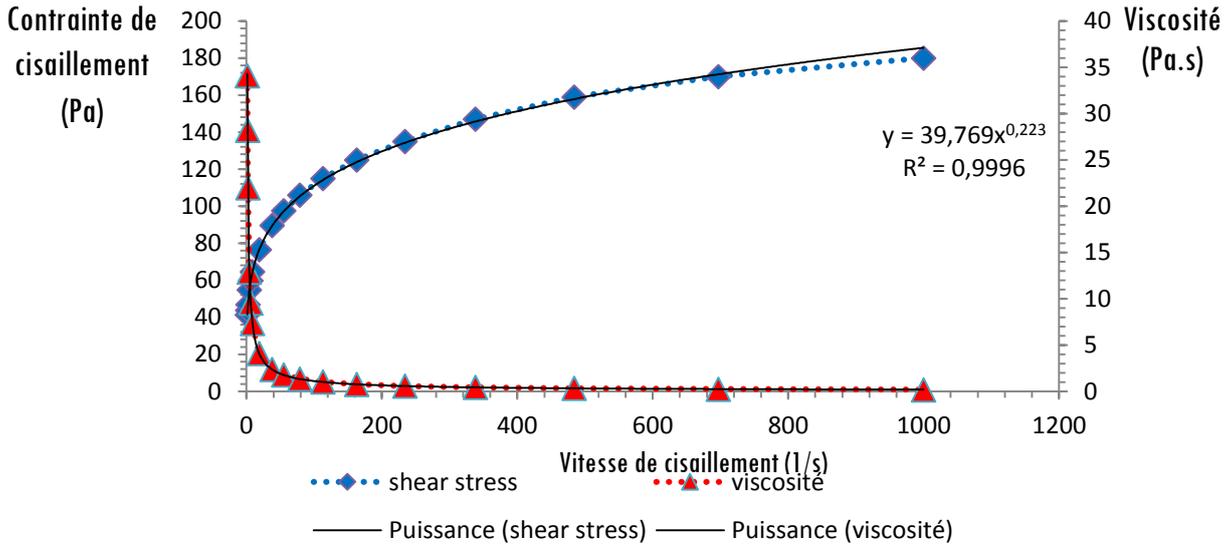


Figure 12 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E11

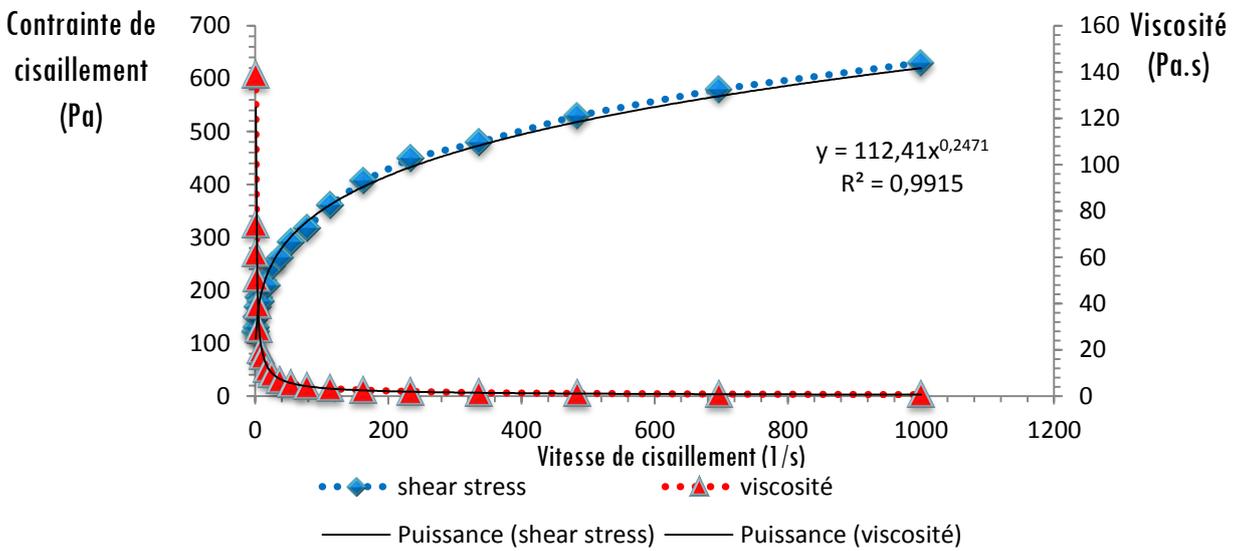


Figure 13 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E12

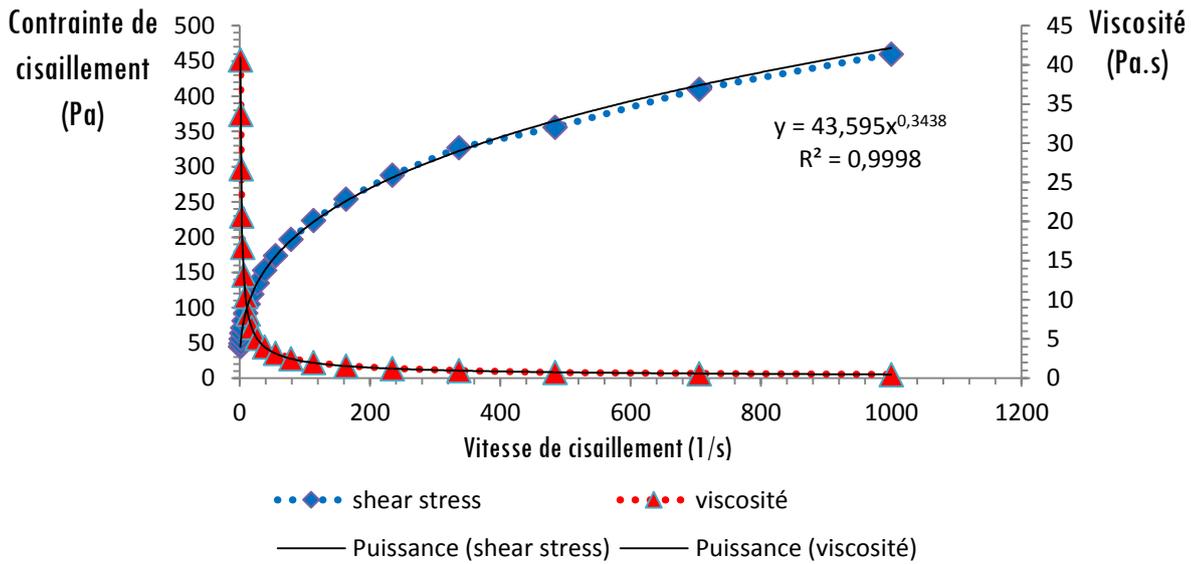


Figure 14 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E13

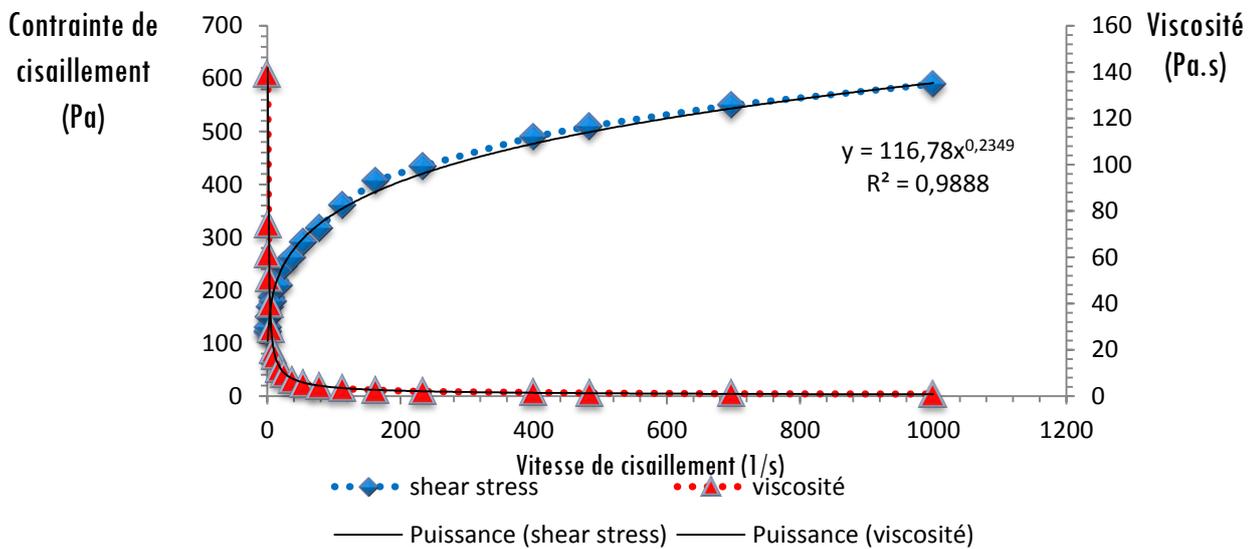


Figure 15 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E14

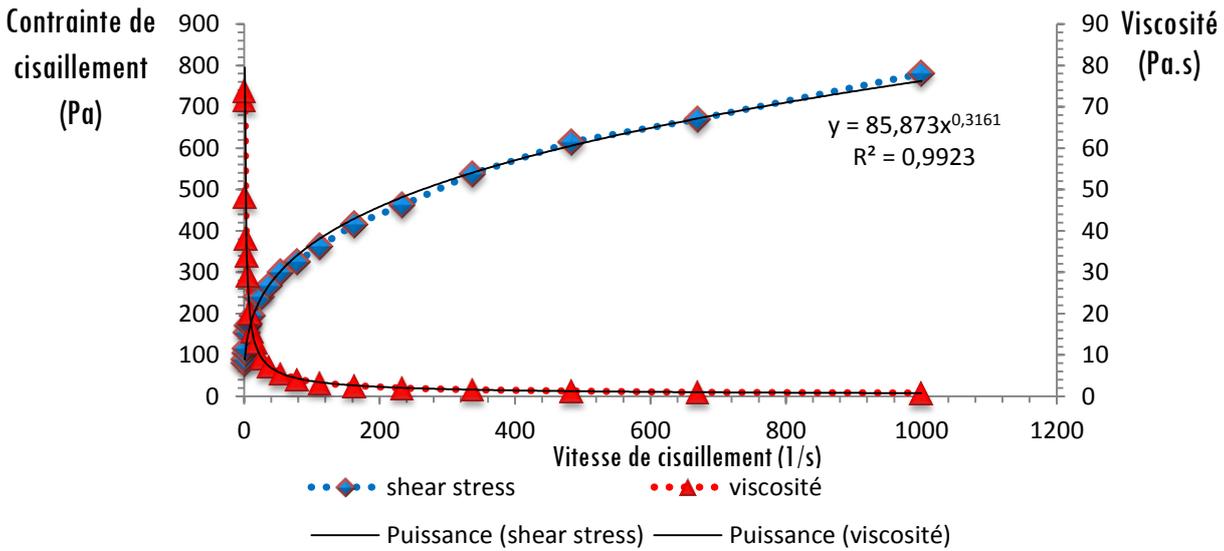


Figure 16 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E15

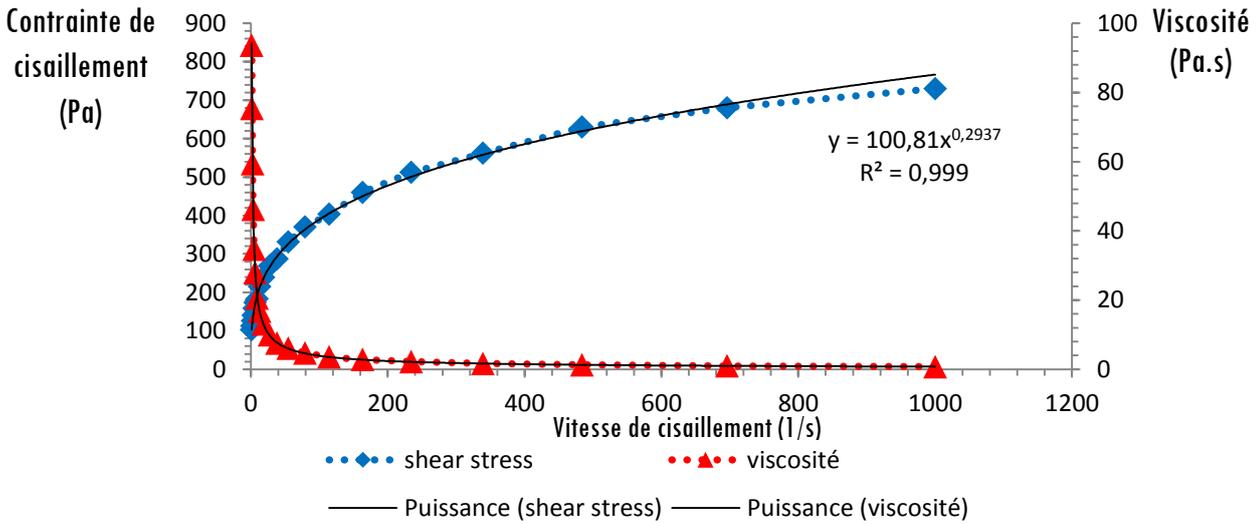


Figure 17 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E16

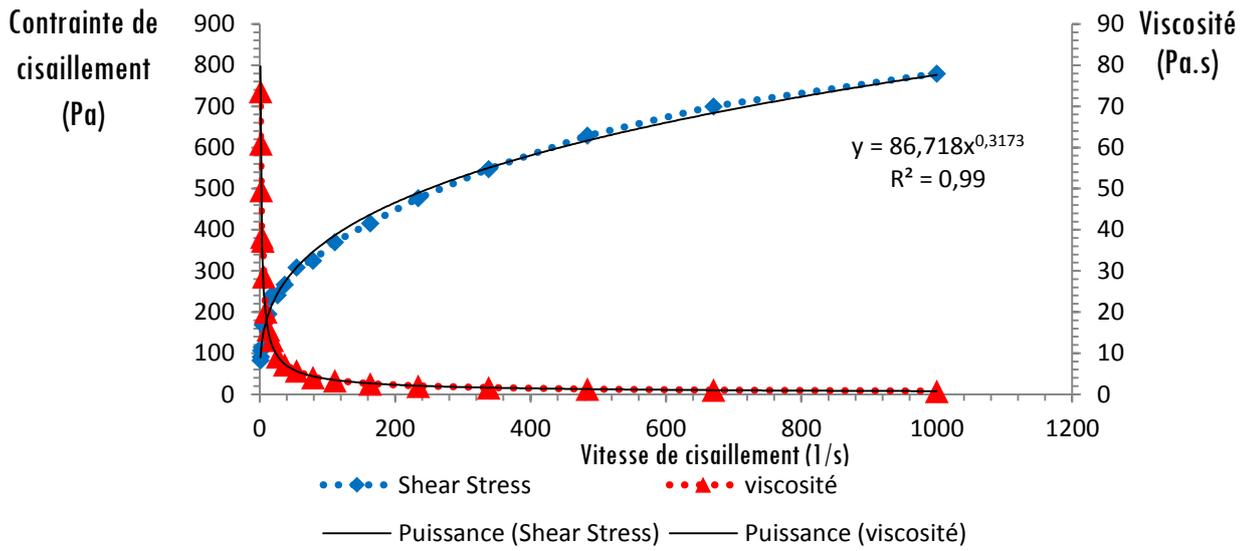


Figure 18 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E17

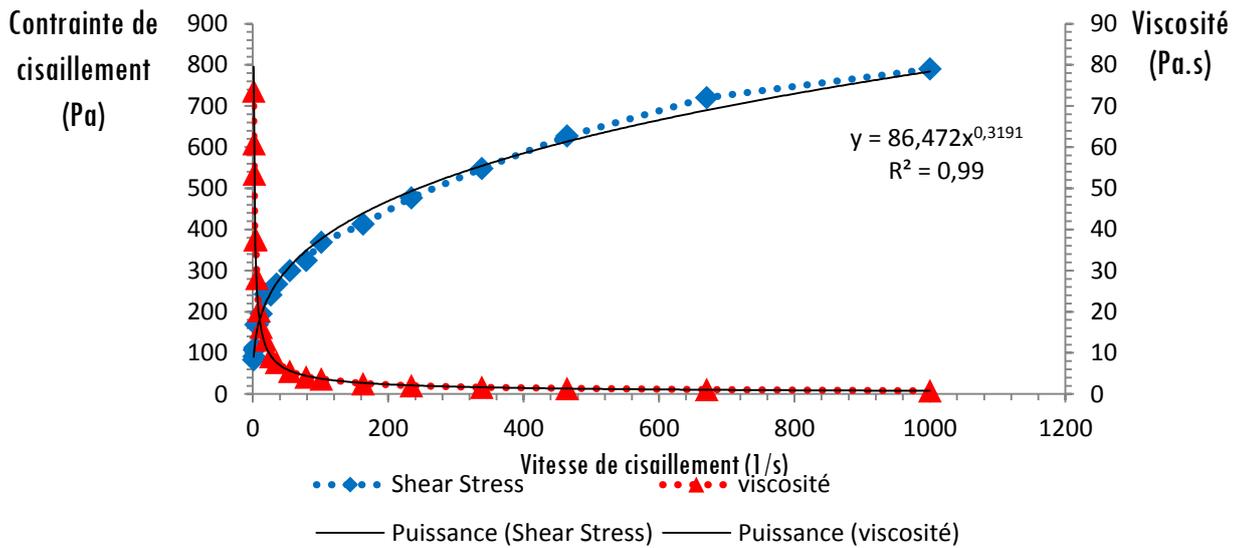


Figure 19 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E18

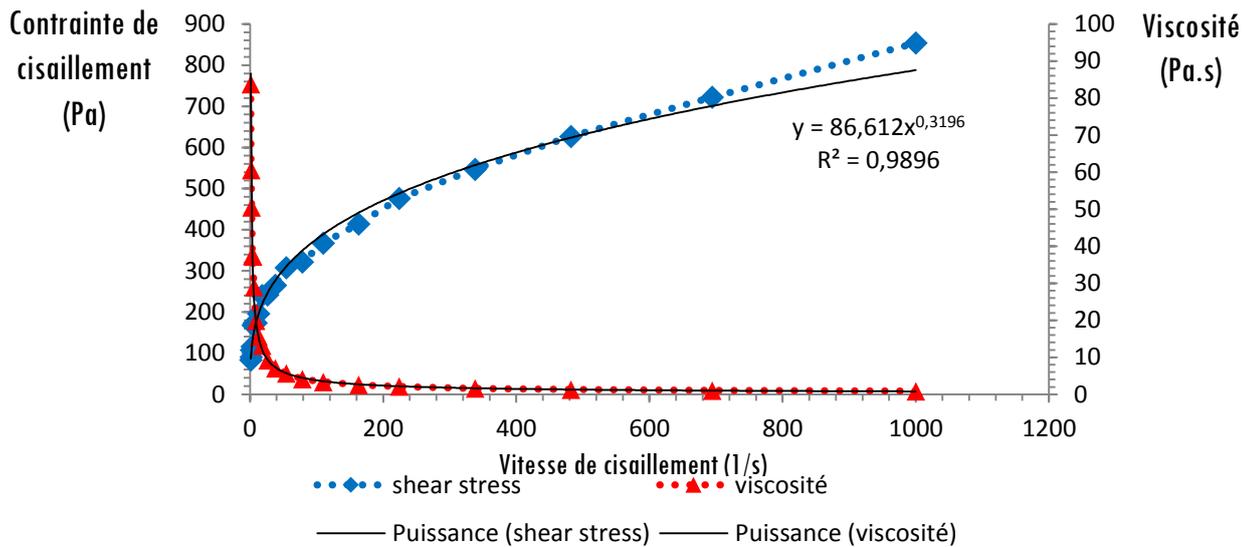


Figure 20 : Courbes d'écoulement et de viscosité de l'essai E19

D'après l'allure des courbes, on constate que les résultats sont en bon accord avec la théorie. En effet, on note que la viscosité diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente pour atteindre finalement une valeur minimale constante à la vitesse élevée. On peut déduire que la déformation commence dès que la contrainte est exercée. La courbe d'écoulement ainsi obtenue n'est pas linéaire. De plus, La contrainte de cisaillement n'est pas proportionnelle à la vitesse de cisaillement. Ce comportement est typiquement rhéofluidifiant [19]. En ce qui concerne le modèle théorique d'ajustement proposé, on remarque que le coefficient de corrélation R^2 est très proche de 1 pour toutes les formulations (**Tableau 2**), ceci nous conduit à dire que ce modèle est parfaitement adéquat. Quant à l'indice n appelé indice de comportement d'écoulement (flow behavior index), On peut noter que ces derniers varient dans un intervalle compris entre (0.23 et 0.32). Les valeurs prélevées sont très proches les unes des autres, puisqu'il s'agit d'un produit de même nature (yaourt) à quelques différences près. Le comportement rhéofluidifiant du produit est confirmé ici également puisque tous les indices d'écoulement sont inférieurs à 1 [20, 21]. Afin de comparer la viscosité des différents essais formulés, on introduit ainsi l'indice de consistance de chaque essai choisi en tant que réponse au niveau du plan d'expérience. Les résultats prélevés sont évoqués et discutés par la suite.

Tableau 2 : Paramètres rhéologiques de chaque essai formulé

Echantillon	Indice de consistance	Indice d'écoulement n	R^2
E1	37.364	0.30089	0.9984
E2	57.368	0.2801	0.9982
E3	7.0188	0.2721	0.9972
E4	97.429	0.259	0.9579
E5	34.551	0.3423	0.9994
E6	92.615	0.3123	0.991
E7	45.691	0.3121	0.9996
E8	104.33	0.2394	0.9913
E9	32.382	0.2899	0.9984

E10	76.751	0.2614	0.9616
E11	39.769	0.223	0.9996
E12	112.41	0.2471	0.9915
E13	43.595	0.3438	0.9998
E14	116.78	0.2349	0.9888
E15	85.873	0.3161	0.9923
E16	100.81	0.2937	0.999
E17	86.718	0.3173	0.99
E18	86.472	0.3191	0.99
E19	86.612	0.3196	0.9896

3-1-3. Caractérisation sensorielle

Tableau3 : Résultats de l'analyse sensorielle

Essais	Attributs de texture à la cuillère					Attributs de texture en bouche				Attributs de saveur
	Brillants	Granuleux	Epais	Collants	Astringents	Nappants	Onctueux	Granuleux	Epais	Sucrés
E1	3.4	0.05	3.15	0.8	1.3	3.75	4.55	0.05	3.1	2.95
E2	2.2	0.9	3.95	3.95	0.6	2.65	3.9	0.05	4.3	3.05
E3	1.15	0.8	0.05	0	0.1	0.95	0.1	0.1	0.05	2.9
E4	0.9	3.9	4.4	4.9	1.15	1.8	2.85	0.4	3.8	2.8
E5	3.15	0.25	2.95	0.8	1.1	3.75	4.05	0.05	3.1	2.95
E6	1.15	2.75	4.3	4.15	0.6	2.55	4.1	0.25	4.1	3.1
E7	0.1	3.85	2.85	3.1	0.95	0.95	1.9	3.2	2.85	2.8
E8	0.85	2.8	4.95	4.95	0.9	2.85	2.75	0.65	4.9	3.1
E9	0.1	5	1.9	1.85	2.9	0	0	5	0.95	2.9
E10	0.1	5	0.05	1.9	2.85	0	0	5	0.9	2.95
E11	1.85	2.9	3.15	3.1	0.2	1.85	1.9	2.7	2.2	2.9
E12	0.75	2.7	5	5	1.1	1.6	2.55	1.15	4.1	3.05
E13	3.2	0.9	2.95	0.8	1.1	3.7	3.55	1.6	3.05	2.9
E14	2.2	3.8	4.9	4.3	0.75	2.6	2.55	3.35	4.7	3
E15	2.1	4.15	4.8	4.85	0.85	0.3	0.1	4.85	4.75	2.85
E16	0.9	4.8	4.85	4.9	0.85	3.65	3.45	4.7	4.8	2.85
E17	1.15	3.15	3.8	4.1	0.9	2.65	2.7	2.65	3.75	2.95
E18	1.15	3.15	3.8	4.1	0.9	2.65	2.7	2.65	3.75	2.95
E19	1.15	3.15	3.8	4.1	0.9	2.65	2.7	2.65	3.75	2.95

Les perceptions organoleptiques ont été évaluées sur un panel de 20 personnes et sont attribuées sous formes de notes (de 0 à 5). Le calcul des résultats se fait par la suite sous forme de moyennes obtenues pour chaque attribut. (Tableau 3) Ces moyennes sont introduites en tant que réponse au niveau du plan d'expériences. On peut noter cependant au premier abord l'apparition de synérèse au niveau de l'essai 9, 10, 11 et 12

3-1-4. Sélection des réponses

Tableau 4 : Matrice de corrélation

Attribut 1 : Consistance, Attribut 2 : Brillance, Attribut 3 : Granuleux en cuillère, Attribut 4 : épais en cuillère, Attribut 5 : collant, Attribut 6 : Astringent, Attribut 7 : Nappant, Attribut 8 : Onctueux, Attribut 9 : Granuleux en bouche, Attribut 10 : épais en bouche, Attribut 11 : sucré, Attribut 12 : pH.

	Atr 1	Atr 2	Atr 3	Atr 4	Atr 5	Atr 6	Atr 7	Atr 8	Atr 9	Atr 10	Atr 11	Atr 12
Atr 1	1	-0.264	0.498	0.725	0.869	-0.040	0.121	0.152	0.183	0.748	0.253	0.617
Atr 2	-0.264	1	-0.742	0.168	-0.359	-0.344	0.634	0.584	-0.427	0.227	-0.201	0.091
Atr 3	0.498	-0.742	1	0.110	0.537	0.433	-0.558	-0.552	0.817	0.059	-0.139	0.277
Atr 4	0.725	0.168	0.110	1	0.803	-0.390	0.445	0.508	-0.094	0.953	0.232	0.737
Atr 5	0.869	-0.359	0.537	0.803	1	-0.219	0.0006	0.080	0.195	0.769	0.252	0.631
Atr 6	-0.040	-0.344	0.433	-0.390	-0.219	1	-0.419	-0.353	0.477	-0.382	-0.125	-0.106
Atr 7	0.121	0.634	-0.558	0.445	0.0006	-0.419	1	0.931	-0.494	0.515	0.087	0.287
Atr 8	0.152	0.584	-0.552	0.508	0.080	-0.353	0.931	1	-0.574	0.565	0.257	0.358
Atr 9	0.183	-0.427	0.817	-0.094	0.195	0.477	-0.494	-0.574	1	-0.099	-0.401	0.198
Atr 10	0.748	0.227	0.059	0.953	0.769	-0.382	0.515	0.565	-0.099	1	0.276	0.718
Atr 11	0.253	-0.201	-0.139	0.232	0.252	-0.125	0.087	0.257	-0.401	0.276	1	0.264
Atr 12	0.617	0.091	0.277	0.737	0.631	-0.106	0.287	0.358	0.198	0.718	0.264	1

Les résultats des différentes réponses précédemment prélevées sont introduits au niveau du plan d'expériences. Une matrice de corrélation a été établie en vue d'évaluer le degré d'interaction entre les réponses (**Tableau 4**). Celles possédant un coefficient de corrélation supérieur à 70 % sont considérées comme étant dépendantes et sont éliminées de notre étude. En effet, ces réponses fluctuent autour d'une valeur moyenne. Elles n'expriment pas de ce fait une tendance par rapport à la variation des facteurs. On s'abstient quant à la modélisation de ces paramètres. Selon les coefficients obtenus, on remarque que la consistance est fortement corrélée avec les attributs épais en bouche, épais en cuillère et collant. De ce fait, on tient compte d'un seul attribut qui est la consistance. En ce qui concerne l'attribut brillance, on remarque que celui-ci interagit fortement avec l'attribut granuleux en cuillère. Ce qui nous mène à choisir le facteur le plus persistant des deux qui est l'attribut granuleux en cuillère. Cependant, on remarque que ce dernier attribut corrèle fortement avec le descripteur granuleux en bouche. En procédant à la sélection de la réponse la plus influente, on a opté pour le deuxième attribut qui est une réponse décrivant la qualité intrinsèque du produit ne pouvant être atteinte en utilisant le premier descripteur. De plus, on a remarqué que le coefficient de corrélation prélevé entre l'attribut Nappant et l'attribut onctueux est fortement élevé. Raison pour laquelle, on a procédé à l'élimination de la réponse la moins persistante des deux. Notre choix s'est porté sur le descripteur nappant. Enfin, on a noté une corrélation plus ou moins élevée entre l'attribut épais en cuillère et le pH. Etant donné que le premier descripteur est précédemment éliminé de notre étude, on ne tiendra compte de ce fait que du pH. Cependant, la variation du pH varie entre 0.34 et 0.4. La fluctuation des facteurs n'a aucune influence sur cet écart très petit de pH. On s'abstient quant à l'étude de ce paramètre. Le **Tableau 5** résume et met en évidence les réponses retenues.

Tableau 5 : Représentation des réponses retenues au niveau du plan d'expériences

Numéro d'essai	Réponses				
	Consistance	Sucré	Astringent	Onctueux	Granuleux en bouche
1	37.364	2.95	1.3	4.55	0.05
2	57.368	3.05	0.6	3.9	0.05
3	7.0188	2.	01	0.1	0.1
4	97.429	2.8	1.15	2.85	0.4
5	34.551	2.95	1.1	4.05	0.05
6	92.61	3.	0.	.1	0.25
7	45691	2.8	.95	1.9	3.2
8	104.33	3.1	0.9	2.75	0.65
9	32.382	.9	2.9	0	5
10	76.751	2.95	2.85	0	5
11	39.769	2.9	0.2	1.9	2.7
12	112.41	3.05	1.1	2.55	1.15
13	43.595	2.9	1.1	3.55	1.6
14	116.78	3	0.75	2.55	3.35
15	85.873	2.85	0.85	0.1	4.85
16	100.81	2.85	0.85	3.45	4.7
17	86.718	2.95	0.9	2.7	2.65
18	86.472	2.95	0.9	2.7	2.65
19	86.612	2.95	0.9	2.7	2.65

3-1-5. Détermination des coefficients des modèles postulés

Les coefficients inconnus des modèles ont été calculés pour chacune des réponses à l'aide de la régression PLS exécutée par le logiciel. Les modèles mathématiques obtenus peuvent s'écrire donc de la manière suivante :

$$\text{Goût sucré} = 2.78 + 0.02 x_1 + 0.03 x_2 - 0.002 x_3 + 0.008 x_4 - 0.02 x_5 + 0.002 x_6 - 0.02 x_7 - 0.01 x_8$$

$$\text{Onctuosité} = 2.84 + 0.48 x_1 + 0.01 x_2 + 0.22 x_3 + 0.44 x_4 - 0.06 x_5 + 0.32 x_6 - 0.44 x_7 - 0.23 x_8$$

$$\text{Granulosité} = 2.80 - 0.37 x_1 + 0.11 x_2 + 0.34 x_3 + 0.33 x_4 + 0.41 x_5 - 0.04 x_6 + 0.84 x_7 + 0.06 x_8$$

$$\text{Astringence} = 0.87 + 0.1 x_1 + 0.03 x_2 + 0.27 x_3 - 0.1 x_4 - 0.02 x_5 - 0.01 x_6 - 0.04 x_7 - 0.05 x_8$$

$$\text{Consistance} = 70.78 + 3.28 x_1 + 2.24 x_2 + 6.38 x_3 + 23.53 x_4 + 7.62 x_5 + 9.23 x_6 + 6.57 x_7 - 4.1 x_8$$

Où : x_1 représente la teneur en poudre de lait à 26 % MG ; x_2 représente la teneur en poudre de lait à 0 % MG ; x_3 représente la teneur en caséinates de sodium ; x_4 représente la teneur en amidon modifié ; x_5 représente la teneur en xanthane ; x_6 représente la teneur en pectines ; x_7 représente la teneur en carraghénanes ; x_8 représente la teneur en eau.

3-1-6. Qualité des modèles

La qualité de l'ajustement ainsi que la qualité prédictive des modèles sont testées par leurs coefficients R^2 et Q^2 (Figure 21)

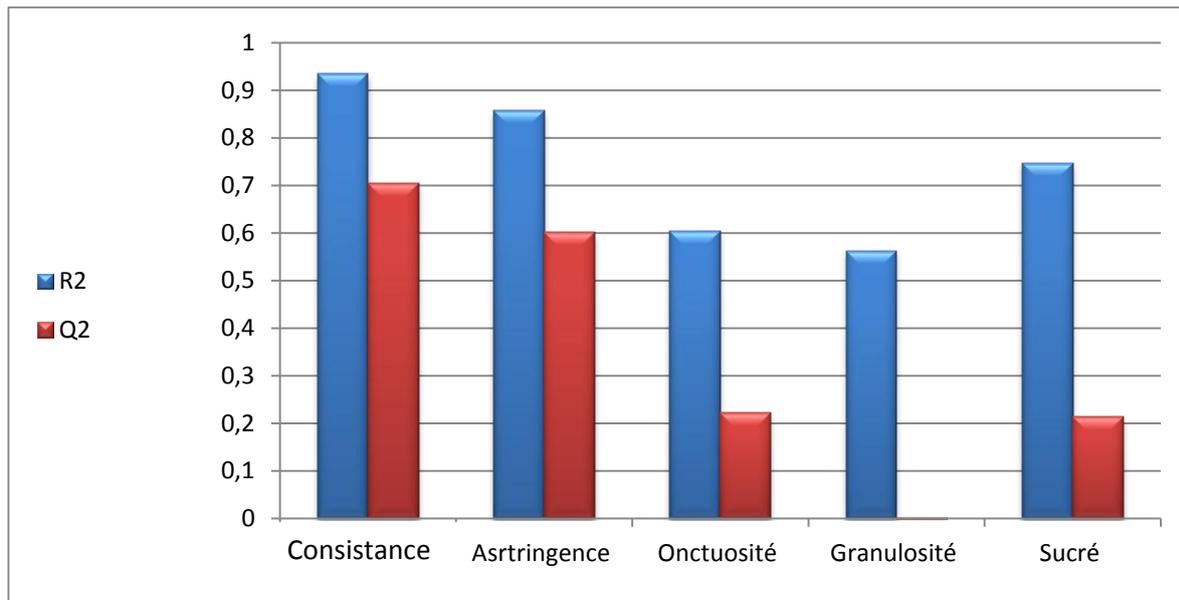


Figure 21 : Histogrammes mettant en évidence les coefficients d'ajustement et de prédiction des modèles postulés

Selon les histogrammes obtenus, on remarque que pour le coefficient R^2 les valeurs sont supérieures à 56 % ce qui est plus ou moins acceptable. Cependant le coefficient Q^2 présente des valeurs très faibles pour certaines réponses. En effet, on note une valeur de 0.2 % pour la granulosité, et 20 % pour l'onctuosité de même que pour le goût sucré. Ces résultats nous mènent à dire que le modèle utilisé n'est pas puissant. On procède tout de même à l'étude de l'effet des facteurs sur chacune des réponses étudiées.

3-1-7. Etude de l'effet des facteurs sur les réponses retenues

L'étude de l'effet des différents facteurs sur les réponses retenues a donné les résultats suivants :

3-1-7-1. Effet sur la consistance

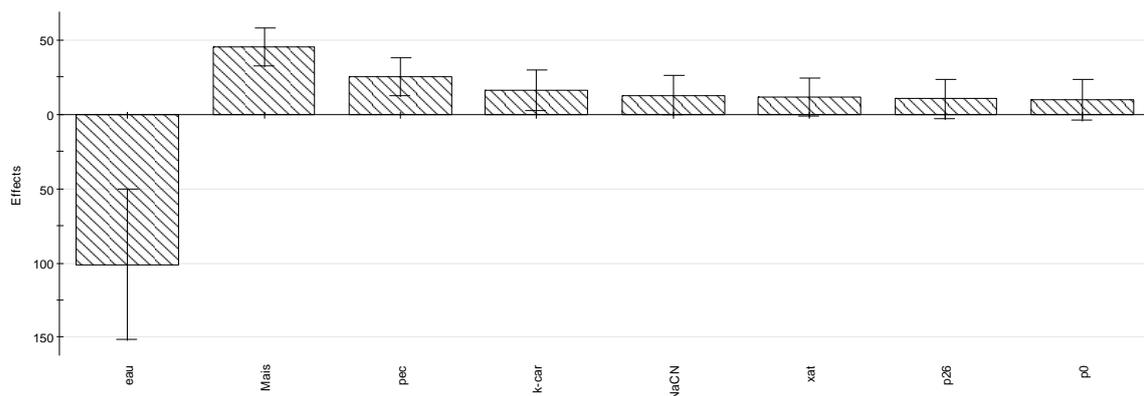


Figure 22 : Effet des différents facteurs sur la consistance

On remarque selon le graphique, que l'eau a un effet négatif sur la consistance, ceci peut s'expliquer par le phénomène de dilution. En effet, l'ajout d'eau de façon graduelle dilue le produit et le rend très liquide. De plus, on note que l'amidon et la pectine ont le plus d'influence sur la consistance comparés aux autres facteurs.

3-1-7-2. Effet sur l'onctuosité

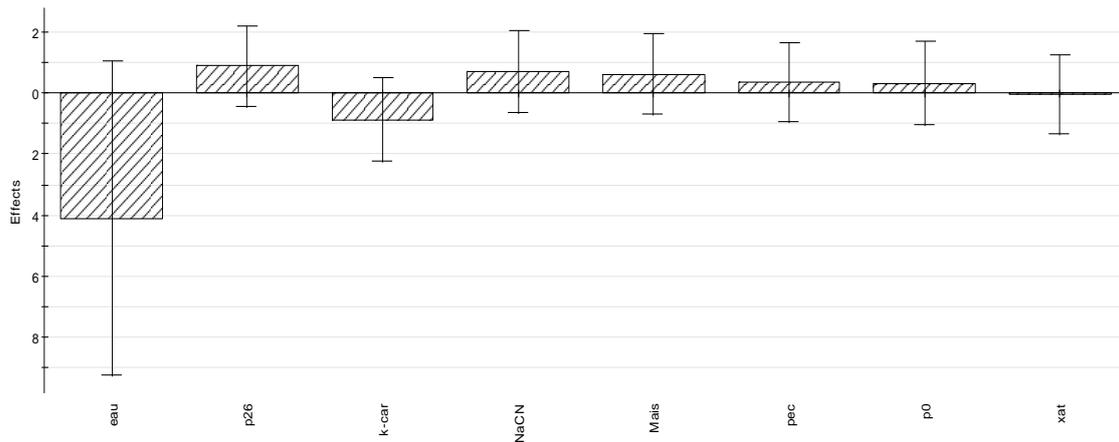


Figure 23 : Effet des différents facteurs sur l'onctuosité

Selon ce graphe on note que l'onctuosité est inversement proportionnelle au facteur eau. Le phénomène de dilution est également confirmé à ce niveau. De plus, on remarque que le carraghénane et le xanthane ont un effet négatif sur l'onctuosité. Quant aux autres facteurs, il apparait que la poudre de lait à 26 % de matière grasse est le facteur le plus influent suivi du caséinate de sodium. La poudre de lait 0 % de matière grasse vient en dernière position. L'effet très positif de la poudre de lait à 26 % de matière grasse, peut s'expliquer par la présence de la matière grasse qui est considérée comme un ingrédient très indispensable dans la fabrication des crèmes. L'effet positif du caséinate sur l'onctuosité est confirmé par la théorie.

3-1-7-3. Effet sur la granulosité en bouche

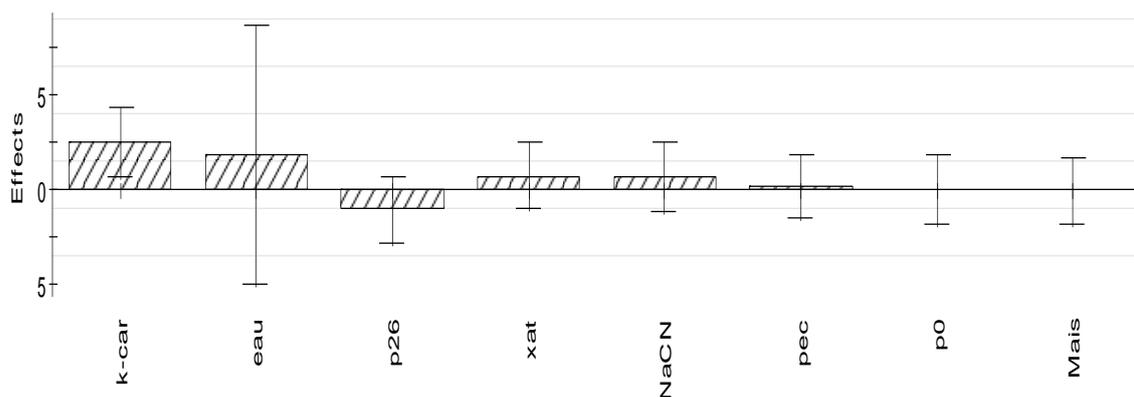


Figure 24 : Effet des différents facteurs sur la granulosité en bouche

Selon le graphique ci-dessus, on note que le carraghénane est le facteur le plus influent sur la réponse granulosité en bouche. Les autres facteurs ont une influence insignifiante et négligeable sur la réponse.

3-1-7-4. Effet sur l'astringence

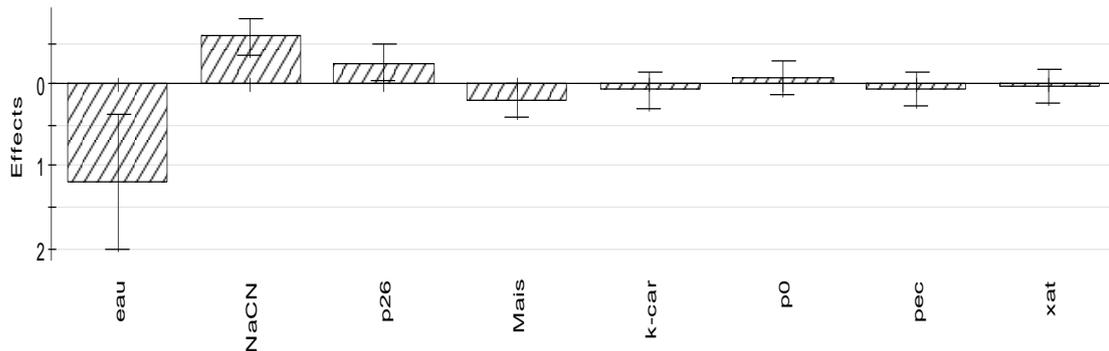


Figure 25 : Effet des différents facteurs sur l'astringence

On note suivant le graphe que le caséinate de sodium possède le plus d'influence sur l'astringence suivie ensuite de la poudre de lait 26 % puis de la poudre de lait 0 %. Les autres facteurs ont un effet négatif sur la réponse. On peut en déduire que le taux de protéines a une grande influence sur l'astringence du produit.

3-1-7-5. Effet sur le goût sucré

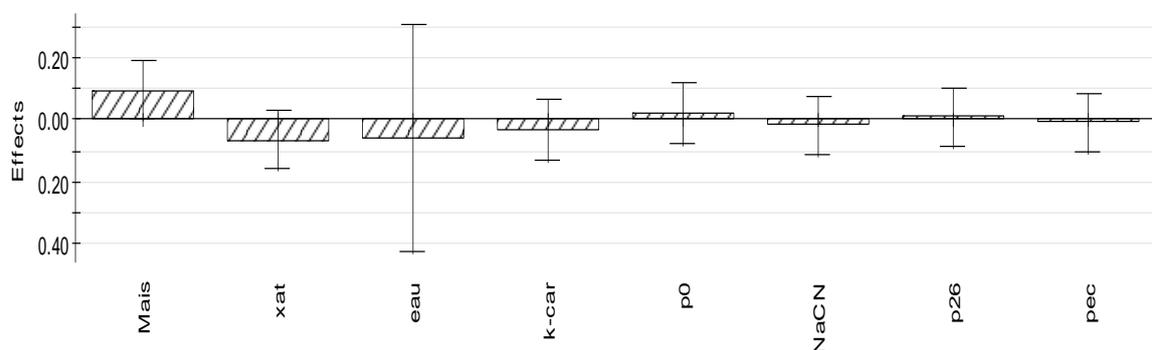


Figure 26 : Effet des différents facteurs sur le goût sucré

L'étude de l'effet des facteurs sur le goût sucré a montré que l'amidon a une influence positive sur le goût sucré comparé aux autres. Cependant on peut noter que l'intensité de l'effet n'est pas très importante. Nous pouvons retenir en général que le carraghénane et le xanthane donnent de mauvais résultats que ça soit sur le plan aspect visuel ou sur le goût du produit. Ceci semblerait être la cause d'une mauvaise synergie qui s'est produite entre ces deux composants et les autres constituants du yaourt. Le pH acide du produit est probablement la cause principale de cette mauvaise synergie. L'élimination de ces deux facteurs de la formulation semblerait être impérative vu les résultats prélevés. De plus, nous avons constaté que la poudre de lait à 26 % de matière grasse jouait un rôle important sur l'onctuosité du produit au même titre que les caséinates de sodium. Ceci peut s'expliquer par le taux de matière grasse présent dans cette poudre, élément très utilisé pour ses propriétés lubrifiantes dans la fabrication des crèmes. En ce qui concerne la poudre de lait à 0 %, on a constaté qu'elle n'a presque pas d'effet sur les réponses étudiées.

Ceci nous a poussé à éliminer ce facteur pour n'utiliser que la poudre de lait à 26 % de matière grasse. Enfin nous avons prélevé que l'utilisation de l'amidon et/ou de la pectine ont des effets plus ou moins appréciables sur la formule. Leur utilisation à des concentrations adéquates donne lieu à des formules homogènes traduisant la bonne synergie avec les composants du mélange. Il s'agit bien d'agents épaississants de choix pour le yaourt. Concernant le modèle utilisé, nous pouvons déduire qu'il s'agit d'un modèle linéaire qui n'est pas puissant puisque il ne tient pas compte des interactions. Bien que son utilisation permet de réaliser peu d'expériences avec beaucoup de facteurs. Cependant les informations prélevées ne peuvent être précises. Le principal objectif de l'utilisation de ce modèle étant de hiérarchiser seulement les facteurs influents sur les réponses étudiées. De ce fait, un deuxième plan d'expériences s'impose en vu d'optimiser notre formule.

3-2. Plan d'expériences II

Les facteurs retenus dans cette partie sont donc : l'eau, les caséinates de sodium, l'amidon, la poudre de lait à 26 % de MG, la pectine, ferment lactique et enfin le sucre. Il est à noter que la teneur en poudre de lait à 26 % de matière grasse est fixée à une valeur maximale, étant donné que cet ingrédient a eu un effet très appréciable sur l'onctuosité. Le modèle mathématique adopté dans ce cas est celui du second degré 4 facteurs qui sont: l'eau, l'amidon, les caséinates de sodium et la pectine. On ne tient compte en fait que des facteurs qui varient dans le plan de mélange. L'utilisation du plan D-optimal a permis de réduire le nombre d'essais à formuler et cela en passant de 39 essais à 19 seulement, (voir **Tableau 6** : la matrice d'expériences). La formulation des différents essais est effectuée de la même manière que celle établie dans le premier plan.

Tableau 6 : Les différentes formules du plan d'expériences

Numéro d'expérience	Ordre d'élaboration	Eau	Ferment	Sucre	Pectine	Amidon	Caséinate	Poudre 26 %
1	17	0.7644	0.0006	0.1	0	0	0.005	0.13
2	14	0.6874	0.0006	0.1	0.002	0.03	0.05	0.13
3	8	0.7624	0.0006	0.1	0.002	0	0.005	0.13
4	4	0.7324	0.0006	0.1	0.002	0.03	0.005	0.13
5	2	0.7194	0.0006	0.1	0	0	0.05	0.13
6	1	0.7174	0.0006	0.1	0.002	0	0.05	0.13
7	5	0.6894	0.0006	0.1	0	0.03	0.05	0.13
8	16	0.7194	0.0006	0.1	0	0.03	0.02	0.13
9	3	0.7044	0.0006	0.1	0	0.03	0.035	0.13
10	13	0.7544	0.0006	0.1	0	0.01	0.005	0.13
11	15	0.7444	0.0006	0.1	0	0.02	0.005	0.13
12	9	0.733733	0.0006	0.1	0.00066666	0.03	0.005	0.13
13	19	0.733067	0.0006	0.1	0.00133333	0.03	0.005	0.13
14	12	0.7409	0.0006	0.1	0.001	0	0.0275	0.13
15	6	0.7249	0.0006	0.1	0.002	0.015	0.0275	0.13
16	18	0.7034	0.0006	0.1	0.001	0.015	0.05	0.13
17	7	0.7259	0.0006	0.1	0.001	0.015	0.0275	0.13
18	10	0.7259	0.0006	0.1	0.001	0.015	0.0275	0.13
19	11	0.7259	0.0006	0.1	0.001	0.015	0.0275	0.13

3-2-1. Résultats des analyses

3-2-1-1. Détermination du pH

Les résultats de l'analyse de la variation du pH sont illustrés dans le **Tableau 7**. On remarque que les valeurs du premier jour oscillent entre 4.54 et 4.59. Il n'y a pas donc de différence significative entre ces valeurs. Le produit est considéré comme étant stable durant cette période.

Tableau 7 : Variations du pH en fonction du temps

Echantillon	Indice de consistance	Indice d'écoulement n	R ²
E1	31.103	0.331	0.989
E2	78.751	0.310	0.996
E3	37.751	0.342	0.9972
E4	53.432	0.301	0.987
E5	49.432	0.300	0.997
E6	56.821	0.312	0.998
E7	71.799	0.309	0.967
E8	71.101	0.307	0.9888
E9	68.342	0.312	0.985
E10	44.595	0.321	0.9991
E11	51.291	0.289	0.9843
E12	56.231	0.314	0.991
E13	56.368	0.324	0.986
E14	51.368	0.298	0.9932
E15	43.507	0.3438	0.9998
E16	63.404	0.273	0.995
E17	54.4	0,25963	0.987
E18	54.11	0.26	0.986
E19	54.538	0.262	0.984

3-2-1-2. Caractérisation rhéologique

Les courbes rhéologiques d'écoulement et de viscosité de chaque essai ont donnés les paramètres rhéologiques (indice d'écoulement, indice de consistance, R²) illustrés dans le **Tableau 8**. Selon les résultats obtenus on peut noter que le R² est très proche de 1 pour tous les essais obtenus, ce qui traduit un modèle parfaitement adéquat aux courbes. L'indice d'écoulement varie dans un intervalle compris entre 0.25 et 0.34. Ceci réaffirme le comportement rhéofluidifiant du produit. Concernant l'indice de consistance, on constate que celui-ci varie de façon notable d'un essai à un autre traduisant ainsi une divergence de la viscosité pour chaque essai formulé. Ceci est considéré donc comme étant un paramètre de choix permettant la comparaison ainsi que la sélection des meilleurs essais. Il sera introduit de ce fait comme une réponse dans le plan de mélange [22, 23].

Tableau 8 : Paramètres rhéologiques de chaque essai formulé

	J1	J2	J3	J4	J5	J6	J7	J8	J9	J10	J11	J12	J13	J14	J15
E1	4.58	4.57	4.55	4.54	4.51	4.49	4.45	4.43	4.40	4.38	4.36	4.34	4.30	4.28	4.24
E2	4.59	4.58	4.56	4.54	4.53	4.50	4.48	4.46	4.43	4.40	4.38	4.36	4.34	4.31	4.26
E3	4.56	4.54	4.51	4.48	4.43	4.40	4.38	4.36	4.34	4.31	4.29	4.28	4.26	4.24	4.22
E4	4.57	4.57	4.56	4.54	4.51	4.48	4.46	4.44	4.41	4.38	4.34	4.32	4.29	4.25	4.23
E5	4.59	4.46	4.45	4.43	4.40	4.38	4.35	4.30	4.29	4.27	4.26	4.24	4.23	4.22	4.22
E6	4.59	4.58	4.56	4.55	4.54	4.53	4.51	4.49	4.47	4.45	4.43	4.40	4.37	4.34	4.29
E7	4.58	4.57	4.56	4.53	4.52	4.49	4.47	4.45	4.43	4.40	4.38	4.36	4.34	4.31	4.28
E8	4.54	4.53	4.52	4.50	4.48	4.46	4.43	4.41	4.39	4.38	4.36	4.33	4.30	4.28	4.25
E9	4.58	4.57	4.56	4.55	4.51	4.49	4.45	4.41	4.39	4.37	4.34	4.30	4.27	4.23	4.22
E10	4.57	4.56	4.54	4.53	4.51	4.49	4.47	4.45	4.43	4.40	4.38	4.35	4.34	4.30	4.26
E11	4.54	4.53	4.51	4.48	4.47	4.46	4.43	4.40	4.38	4.35	4.31	4.29	4.28	4.26	4.24
E12	4.59	4.59	4.57	4.56	4.54	4.52	4.50	4.48	4.46	4.44	4.41	4.39	4.36	4.32	4.28
E13	4.59	4.58	4.57	4.55	4.52	4.50	4.48	4.46	4.44	4.40	4.37	4.34	4.31	4.29	4.28
E14	4.58	4.57	4.56	4.54	4.53	4.52	4.50	4.47	4.44	4.43	4.40	4.38	4.36	4.33	4.29
E15	4.57	4.56	4.55	4.53	4.51	4.48	4.46	4.44	4.41	4.38	4.36	4.34	4.31	4.29	4.28
E16	4.58	4.56	4.53	4.51	4.48	4.45	4.41	4.39	4.36	4.34	4.31	4.29	4.27	4.26	4.24
E17	4.55	4.54	4.52	4.50	4.49	4.46	4.44	4.41	4.39	4.36	4.32	4.30	4.28	4.27	4.26
E18	4.54	4.54	4.53	4.51	4.48	4.46	4.42	4.39	4.37	4.35	4.34	4.31	4.29	4.27	4.25
E19	4.54	4.53	4.51	4.49	4.48	4.46	4.44	4.42	4.40	4.36	4.34	4.32	4.30	4.28	4.26

3-2-1-3. Caractérisation sensorielle

Les perceptions organoleptiques ont été évaluées sur un panel de 20 personnes et sont attribuées sous forme de notes. On a utilisé cette fois ci une échelle structurée de 0 à 10, en vue d'élargir le domaine de variation. Le calcul des résultats se fait par la suite sous forme de moyennes (*Tableau 9*). Les attributs utilisés sont limités à deux étant donné la forte corrélation observée entre ceux utilisés dans le premier plan d'expériences. La sélection a été conduite de manière à ne garder que les attributs qui ont une influence directe sur l'objectif étudié. Les attributs sélectionnés sont donc : l'onctuosité et l'aspect granuleux. Les résultats obtenus sont introduits au niveau du plan d'expériences.

Tableau 9 : Résultats de l'analyse sensorielle

Onctueux	Granuleux
3	0
7	4
4	1
5	4
9.5	0
8.5	3
8	4
7	4
7	4
4.5	2
4.5	3
5	3
5	3
7.5	0
7.5	0
8.5	0
8	0
8	0
8	0

3-2-1-4. Autres déterminations physicochimiques usuelles

Ces déterminations concernent essentiellement : l'acidité, l'extrait sec, la matière grasse, les protéines ainsi que les minéraux. Les résultats illustrés dans le **Tableau 10** révèlent des valeurs très importantes en extrait sec, protéines, caséines ainsi qu'en sodium. Ceci est dû à l'incorporation des caséinates de sodium au sein de la formule. Nos données concernant l'extrait sec, sont conformes à la réglementation Algérienne puisque celle-ci exige une teneur minimale de 8.2 %. [24] On peut noter aussi que ces valeurs sont supérieures à celles signalées par Nongonierma et al dans un yaourt à 0 % de matière grasse (14.4 %) et un yaourt à 5 % de matière grasse (19.4 %). [25] Pour ce qui est des protéines, on note également des valeurs conformes à la réglementation exigeant ainsi une teneur minimale de 3%. Nos valeurs oscillant entre 3.73 et 8.25 sont comparables à celles trouvées par [26] qui sont comprises entre 3.6 et 9 %. [27-28] à leur tour ont annoncé des valeurs inférieures aux nôtres (3.57 %, 3.28 %).

Tableau 10 : Représentant les résultats des paramètres physicochimiques

	Extrait sec (%)	Matière grasse (%)	Acidité titrable (g/100 g)	Protéines (%)	Caséines (%)	Sodium (g/kg)	Potassium (g/kg)	Calcium (g/kg)	Phosphore (g/kg)
E1	23.5	3.38	0.81	3.75	3.1	0.77	1.801	1.490	1.10
E2	31.2	3.40	0.80	8.25	7.6	3.47	1.78	1.482	1.09
E3	23.45	3.38	0.82	3.74	3	0.76	1.791	1.476	1.098
E4	26.76	3.37	0.8	3.74	3.1	0.75	1.742	1.474	1.099
E5	28.1	3.39	0.81	8.24	7.58	3.45	1.755	1.452	1.087
E6	28.2	3.39	0.83	8.25	7.59	3.46	1.786	1.446	1.012
E7	31.01	3.41	0.81	8.23	7.6	3.47	1.784	1.435	1.01
E8	28	3.39	0.82	5.24	4.6	2.43	1.798	1.446	1.14
E9	29.5	3.39	0.8	6.74	6.1	2.56	1.743	1.465	1.11
E10	24.44	3.38	0.8	3.74	2.9	0.74	1.765	1.476	1.078
E11	25.49	3.38	0.81	3.75	3.1	0.77	1.759	1.498	1.099
E12	26.6	3.37	0.8	3.73	3	0.73	1.734	1.479	0.999
E13	26.59	3.38	0.81	3.74	2.98	0.74	1.765	1.459	1.015
E14	25.8	3.39	0.81	6	5.35	2.10	1.785	1.453	1.11
E15	27.5	3.38	0.83	5.98	5.33	2.12	1.778	1.471	1.013
E16	29.6	3.40	0.82	8.24	7.6	3.44	1.745	1.436	1.13
E17	27.4	3.39	0.81	5.97	5.33	2.11	1.765	1.436	1.11.
E18	27.38	3.38	0.8	5.98	5.34	2.10	1.775	1.439	1.10
E19	27.39	3.37	0.81	5.97	5.35	2.12	1.767	1.479	1.111

En ce qui concerne l'acidité titrable ainsi que la teneur en matière grasse, elles ne présentent pas de fluctuations notables entre les essais. On peut noter cependant que leurs valeurs concordent avec celles exigées par la réglementation. (≥ 0.8 gramme d'acide lactique pour 100 gramme de produit, 3 % de Matière grasse pour les yaourts au lait entier). D'une façon générale, les résultats qui ne présentent pas de variations significatives entre les essais et qui n'ont pas une influence directe sur l'objectif recherché ne seront pas sélectionnés en tant que réponse dans le plan d'expérience.

3-2-1-5. Résultats des analyses microbiologiques

Le **Tableau 11** résume l'ensemble des résultats de l'analyse microbiologique effectuée sur les différents essais. Les résultats des analyses microbiologiques des différents essais montrent clairement leur parfaite conformité aux normes. Les résultats concernant la flore lactiques sont aussi conformes aux normes puisqu'ils représentent des valeurs supérieures à 107 bactéries lactiques.

Tableau 11 : Résultats des analyses microbiologiques

	Coliformes totaux	Coliformes fécaux	Staphylococcus aureus	Levures	Moisissures	Salmonella	Flore lactique
E1	0	0	0	20	Abs	Abs	2.30. 10 ⁷
E2	0	0	0	10	Abs	Abs	2.50. 10 ⁷
E3	0	0	0	20	Abs	Abs	2.40. 10 ⁷
E4	0	0	0	40	Abs	Abs	2.45. 10 ⁷
E5	0	0	0	30	Abs	Abs	2.55. 10 ⁷
E6	0	0	0	30	Abs	Abs	2.40. 10 ⁷
E7	0	0	0	10	Abs	Abs	2.35. 10 ⁷
E8	0	0	0	10	Abs	Abs	2.30. 10 ⁷
E9	0	0	0	20	Abs	Abs	2.30. 10 ⁷
E10	0	0	0	30	Abs	Abs	2.40. 10 ⁷
E11	0	0	0	30	Abs	Abs	2.30. 10 ⁷
E12	0	0	0	10	Abs	Abs	2.60. 10 ⁷
E13	0	0	0	10	Abs	Abs	2.38. 10 ⁷
E14	0	0	0	10	Abs	Abs	2.44. 10 ⁷
E15	0	0	0	20	Abs	Abs	2.45. 10 ⁷
E16	0	0	0	10	Abs	Abs	2.40. 10 ⁷
E17	0	0	0	10	Abs	Abs	2.50. 10 ⁷
E18	0	0	0	10	Abs	Abs	2.55. 10 ⁷
E19	0	0	0	10	Abs	Abs	2.48. 10 ⁷
Normes	10/g	1/g	10/g	10 ² /g	Abs/g	Abs/25 g	≥ 10 ⁷

3-2-2. Sélection des réponses indépendantes

Le choix des réponses s'est porté sur les résultats des déterminations qui influent sur l'objectif étudié et qui présentent par conséquent des variations notables entre les essais. Les autres résultats qui présentent peu ou pas de fluctuation entre les échantillons formulés ne seront pas pris en compte.

De ce fait, on a opté pour cinq réponses qui sont les suivantes :

- La consistance établie par analyse rhéologique;
- La teneur des protéines, des caséines et du sodium établies par analyses physicochimiques;
- L'aspect onctueux et granuleux établis par analyse sensorielle.

Une matrice de corrélation a été établie entre l'ensemble des variables (prises deux à deux) en vue de détecter et d'éliminer ainsi les réponses dépendantes (**Tableau 12**). Selon les coefficients de corrélations obtenus, on remarque que la réponse "teneur en caséines" est fortement corrélée avec les réponses : onctuosité, teneur en protéines et sodium et peuvent être liées par une relation linéaire. Ces caractéristiques sont très dépendantes et sont gouvernées par les mêmes phénomènes. Les résultats prélevés sont en concordance avec les résultats du premier plan et celle de la théorie. En effet, toutes ces réponses ont une relation avec l'ajout des caséinates de sodium. Etant donné que la teneur en poudre de lait est constante, l'augmentation du taux de protéines s'effectue de ce fait par l'addition unique et exclusive des caséinates de sodium. Ceci augmente automatiquement le taux de caséines ainsi que le taux de sodium. De plus, la forte corrélation constatée entre l'onctuosité et ces réponses renvoie au fait que les caséinates de sodium possèdent des propriétés fonctionnelles permettant d'accroître l'onctuosité du produit. On procède de ce fait à l'élimination des réponses dépendantes et on ne tient compte que d'une seule réponse. Le choix s'est porté sur l'onctuosité qui représente un attribut de choix pour l'appréciation des qualités organoleptiques du produit.

Tableau 12 : Matrice de corrélation du deuxième plan de mélanges

	Consistance	Caséines	Sodium	Protéines	Onctueux	Granuleux
Consistance	1	0.581315	0.587663	0.581321	0.636371	0.390457
Caséines	0.581315	1	0.943694	0.999999	0.859527	-0.162131
Sodium	0.587663	0.943694	1	0.943774	0.804735	0.0129964
Protéines	0.581321	0.999999	0.943774	1	0.859444	-0.162011
Onctueux	0.636371	0.859527	0.804735	0.859444	1	-0.223086
Granuleux	0.390457	-0.162131	0.0129964	-0.162011	-0.223086	1

3-2-2-1. Détermination des coefficients du modèle postulé

Les coefficients inconnus du modèle ont été calculés pour chacune des réponses à l'aide de la régression PLS exécutée par le logiciel. Les modèles mathématiques obtenus peuvent s'écrire donc de la manière suivante :

$$\text{Consistance} = 54.13 - 5.77 x_1 + 2.85 x_2 + 5.65 x_3 + 2.83 x_4 - 0.11 x_1 x_2 - 0.02 x_1 x_3 + 0.16 x_1 x_4 - 0.27 x_2 x_3 + 0.31 x_2 x_4 - 0.02 x_3 x_4 - 0.06 x_1^2 + 0.59 x_2^2 + 0.17 x_3^2 - 0.25 x_4^2.$$

$$\text{Onctuosité} = 7.53 - 0.71 x_1 - 0.15 x_2 - 0.35 x_3 + 1.07 x_4 + 0.14 x_1 x_2 + 0.01 x_1 x_3 + 0.29 x_1 x_4 + 0.12 x_2 x_3 - 0.26 x_2 x_4 - 0.09 x_3 x_4 - 0.16 x_1^2 - 0.18 x_2^2 - 0.05 x_3^2 - 0.31 x_4^2.$$

$$\text{Granulosité} = 0.28 - 0.39 x_1 + 0.71 x_2 + 1.13 x_3 - 0.32 x_4 + 0.079 x_1 x_2 - 0.02 x_1 x_3 - 0.008 x_1 x_4 - 0.35 x_2 x_3 + 0.11 x_2 x_4 - 0.18 x_3 x_4 + 0.01 x_1^2 + 0.71 x_2^2 + 0.68 x_3^2 + 0.24 x_4^2.$$

Où : x_1 représente la teneur en eau ; x_2 représente la teneur en pectine ; x_3 représente la teneur en amidon ; x_4 représente la teneur en caséinates de sodium.

3-2-2-2. Qualité du modèle

Pour pouvoir effectuer une optimisation, il faut que la qualité de l'ajustement ainsi que la qualité prédictive du modèle soient bonnes. Pour ce faire on a calculé ces deux coefficients dont les résultats obtenus sont illustrés dans le graphique suivant :

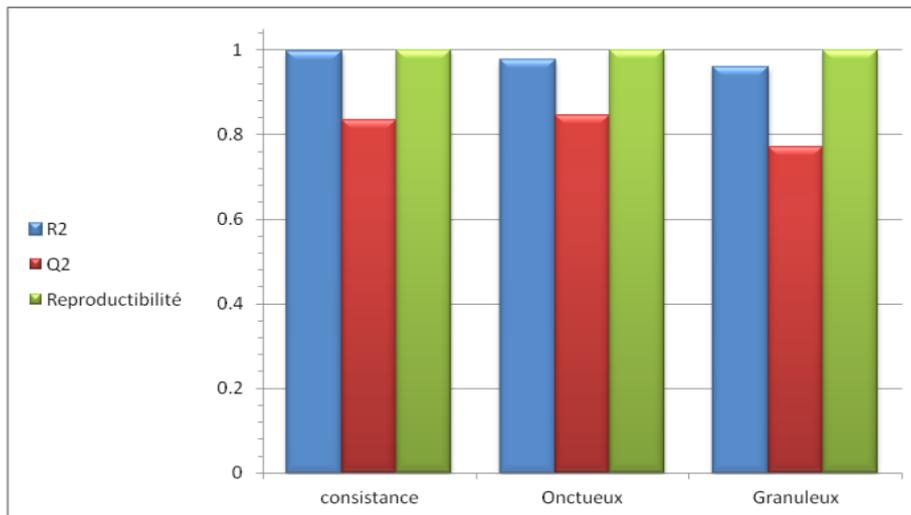


Figure 27 : Histogrammes mettant en évidence les coefficients d'ajustement et de prédiction des modèles postulés

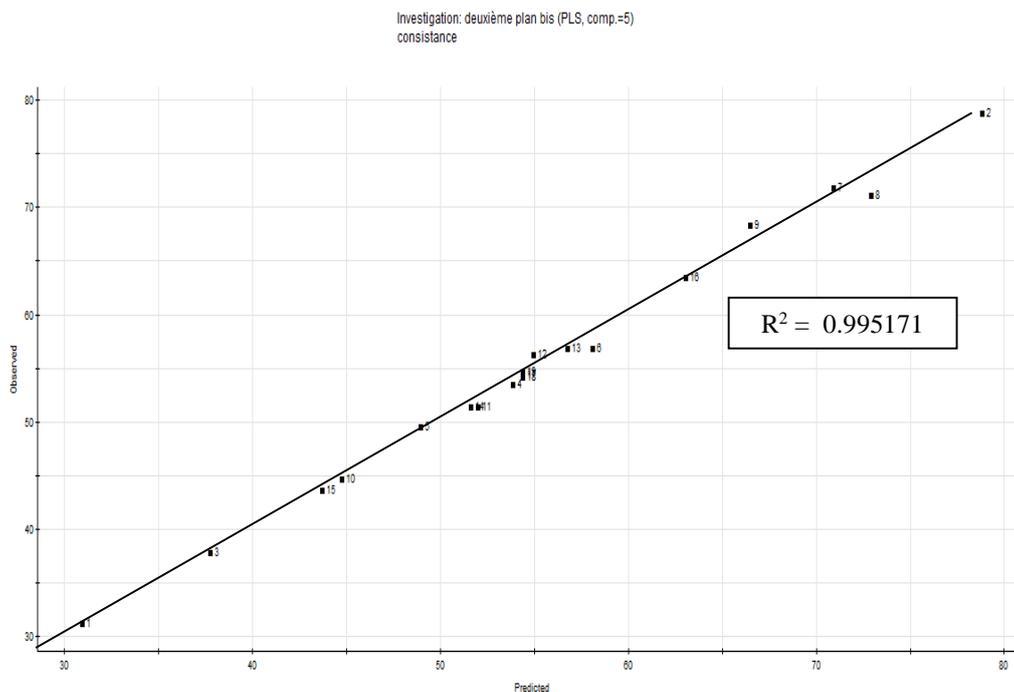


Figure 28 : Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé concernant la consistance

Manifestement, la qualité de ces trois modèles est plus que satisfaisante, tant que sur le plan ajustement que sur le plan prédiction, au vu des bonnes valeurs affichées des deux coefficients R2 et Q2. Ainsi, on peut noter que le coefficient R2 atteint un pourcentage supérieur et/ou égal à 95 % quand au Q2 les valeurs sont supérieures et/ou égal à 77 %. La dispersion des résultats de mesure des facteurs pour chacune des réponses viennent consolider les résultats obtenus (**Figures 28, 29, 30**). En effet, Nous remarquons une dispersion homogène rapprochée de la droite de référence qui représente le modèle établi. Ce qui confirme la validité du modèle dans le domaine expérimental. Les tests de reproductibilité des essais ont aussi donné d'excellents résultats consolidant ainsi celles obtenues pour le Q2 et R2.

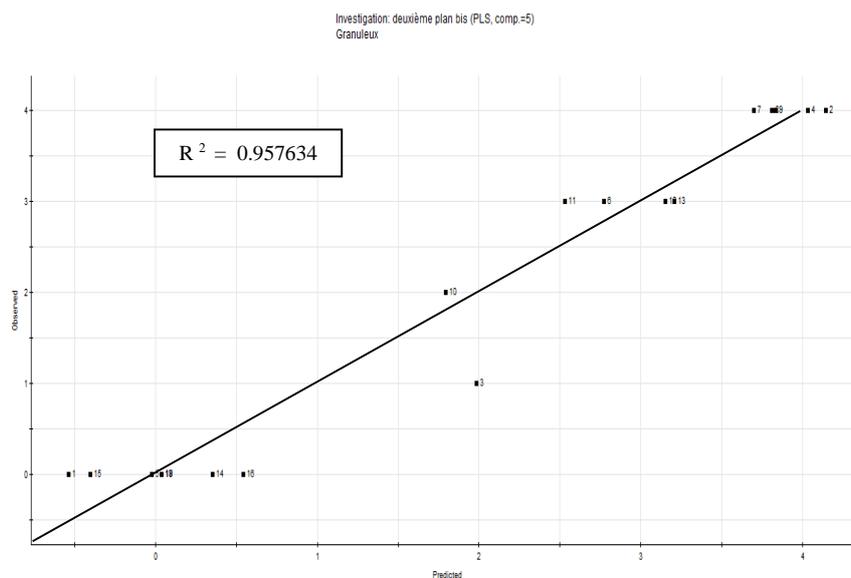


Figure 29 : Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé concernant la granulosité

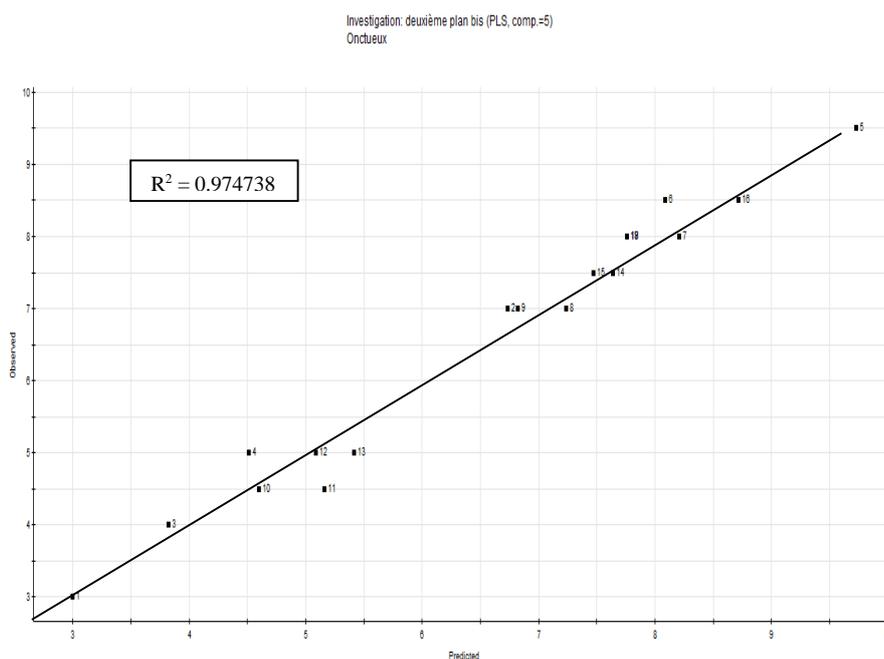


Figure 30 : Dispersion des résultats de mesure par rapport au modèle postulé concernant l'onctuosité

Une fois validés, ces modèles mathématiques sont ensuite représentés graphiquement par des courbes dites courbes d'iso-réponses. Le rôle de ces graphiques étant de représenter les différentes relations entre les facteurs composant un modèle mathématique prédictif dans les limites du domaine d'étude. Ils nous permettent ainsi de comparer plus efficacement les effets des facteurs et leurs impacts sur la réponse et de déceler ainsi le comportement du système étudié.

3-2-2-3. Influence des concentrations des facteurs sur les réponses:

La représentation du plan est faite par logiciel sous forme de simplexe à trois facteurs. Etant donné qu'on possède 4 facteurs dans notre étude, la représentation se fait de telle sorte à varier trois facteurs et fixer ainsi le dernier. On ne peut cependant représenter le facteur pectine au sein du simplexe en raison des trop faibles amplitudes de variation dans le domaine d'étude (entre 0 et 0.002). Il est toutefois utile d'utiliser un autre type de graphique simple faisant varier les réponses en fonction des différentes concentrations des facteurs et cela en vue de prédire leurs comportements au sein du mélange. Les différentes courbes établies sont illustrées dans les **Figures 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40**. Selon les graphiques obtenues, on peut noter que les caséinates de sodium accentuent de façon significative l'onctuosité ainsi que la consistance. En ce qui concerne l'amidon et la pectine, il semblerait qu'ils agissent pratiquement de la même manière. En effet, on remarque un accroissement de la granulosité ainsi que de la consistance pour des concentrations élevées de l'un ou de l'autre (amidon ou pectine). Concernant l'eau par contre, on peut noter que ce facteur a un effet négatif global pour les trois réponses. Ces résultats prélevés sont confirmés par les courbes d'iso réponses illustrées dans les **Figures 41, 42, 43**.

Les axes tracés sur les simplexes montrent en fait la direction pour laquelle la concentration du facteur évolue. Lors de la comparaison on tient compte de la perpendicularité de ces axes sur le réseau des courbes d'iso réponses. Ces courbes représentent en fait les niveaux que peut atteindre la réponse dans le domaine d'étude. On peut noter que l'augmentation graduelle de la concentration en caséinates de sodium accroît de façon spectaculaire l'onctuosité jusqu'à atteindre des valeurs maximales. Par contre lorsque le volume en eau est maximal, l'onctuosité décroît considérablement. (**Figure 41**). Selon la **Figure 43**, on peut confirmer l'influence positive qu'exerce l'amidon sur la réponse "consistance". En effet, on peut remarquer l'évolution et l'augmentation graduelle des niveaux des courbes au fur et à mesure que les concentrations en amidon augmentent. Par contre, on peut prélever clairement la décroissance de ces niveaux avec l'augmentation progressive du volume d'eau. Concernant l'attribut granuleux, on peut réaffirmer la grande influence que peut exercer l'amidon sur la réponse. Le facteur eau semble avoir l'effet contraire sur la réponse.

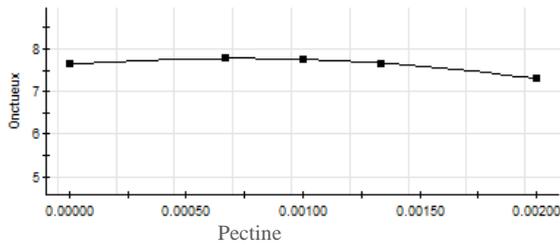


Figure 14 : Effet de la pectine sur l'onctuosité

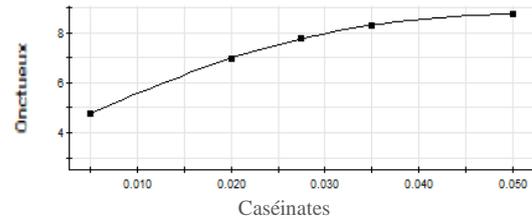


Figure 20 : Effet des caséinates sur l'onctuosité

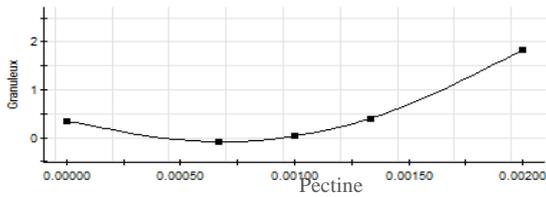


Figure 31 : Effet de la pectine sur la granulosité

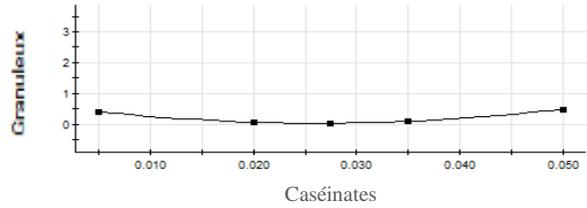


Figure 36 : Effet des caséinates sur la granulosité

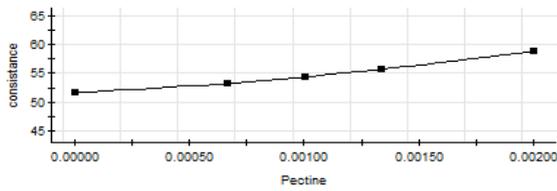


Figure 32 : Effet de la pectine sur la consistence

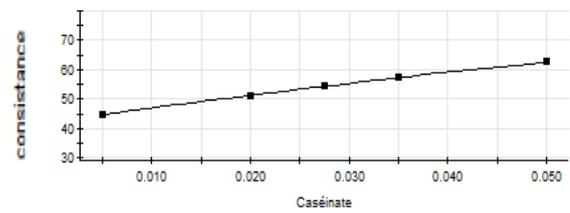


Figure 37 : Effet des caséinates sur la consistence

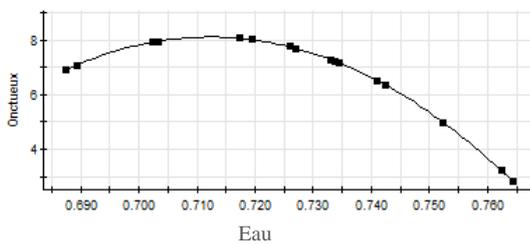


Figure 33 : Effet de l'eau sur l'onctuosité

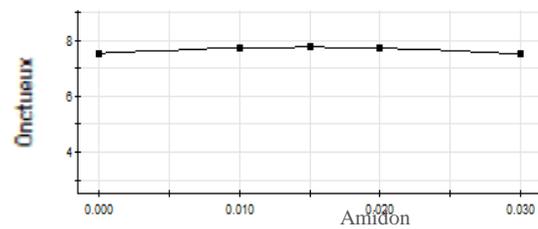


Figure 38 : Effet de l'amidon sur l'onctuosité

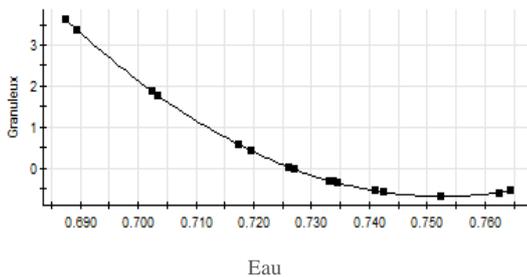


Figure 34 : Effet de l'eau sur la granulosité

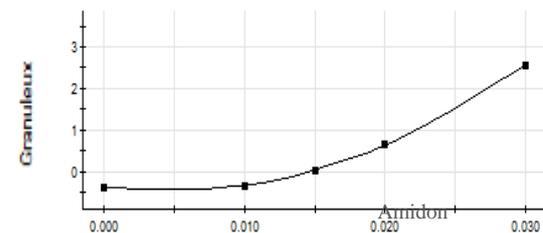


Figure 39 : Effet de l'amidon sur la granulosité

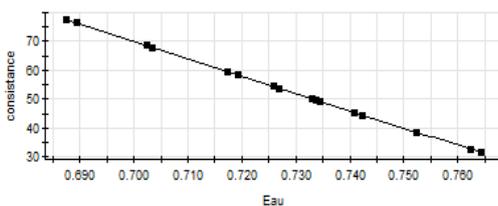


Figure 35 : Effet de l'eau sur la consistence

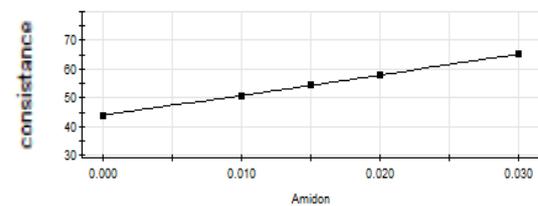


Figure 40 : Effet de l'amidon sur la consistence

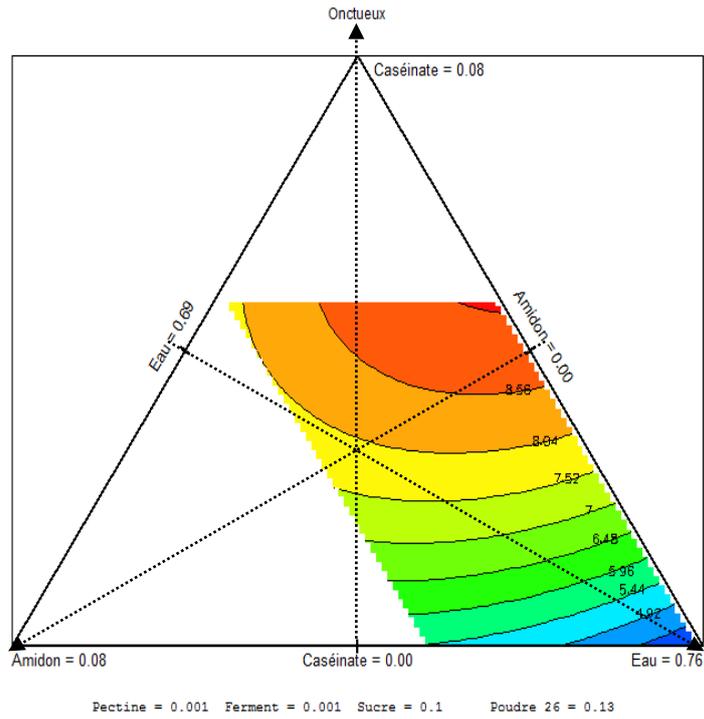


Figure 41 : Représentation graphique des courbes isoréponses au sein du domaine d'étude de la réponse onctuosité

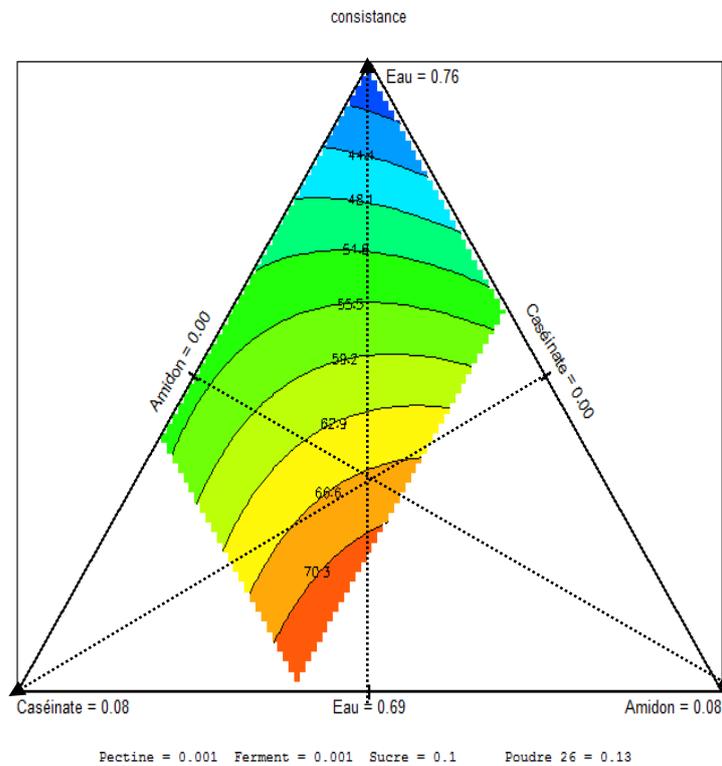


Figure 42 : Représentation graphique des courbes iso réponses au sein du domaine d'étude de la réponse consistance

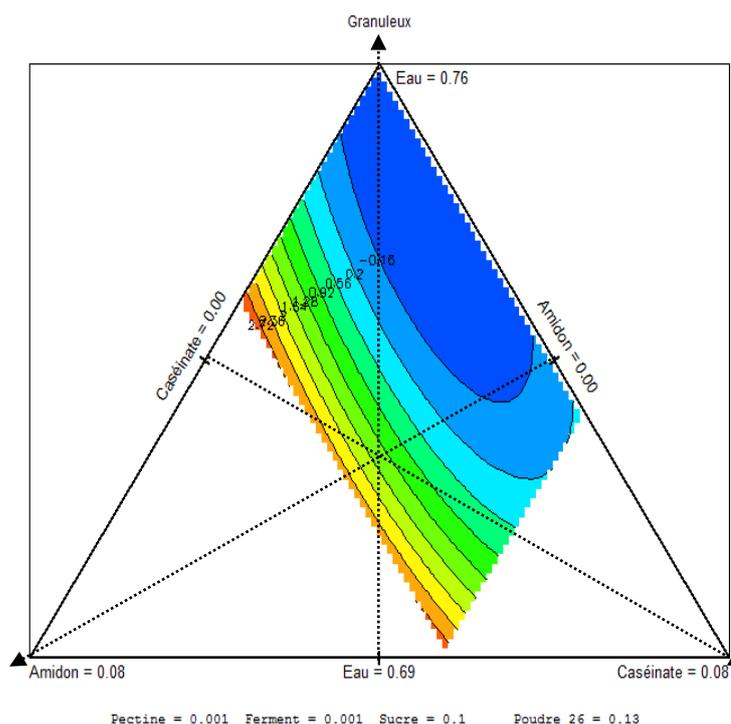


Figure 43 : *Représentation graphique des courbes iso réponses au sein du domaine d'étude de la réponse consistance*

3-2-2-4. Optimisation de la formule

Suivant les résultats prélevés, on peut déduire notre formule optimale. Pour trouver cette formule : il faut préciser ce qu'on désire maximiser ou alors minimiser comme réponse. Selon notre objectif, on cherche en fait à obtenir un produit onctueux, consistant et lisse. On choisit de ce fait : de maximiser la consistance et l'onctuosité et d'éliminer la granulosité. L'optimum se déduira par dérivation de l'équation du modèle pour trouver les valeurs x des niveaux des facteurs conduisant à l'extremum. Ainsi les résultats d'optimisation ont donné la formule suivante : Cette formule présente ainsi une consistance de 54.368 ainsi qu'une onctuosité de 7.316 (par 10) avec 0 % de granulosité.

Tableau 13 : *Représentant la formule optimale*

Facteurs	Teneurs
Eau	0.7358
Ferment	0.0006
Sucre	0.1
Pectine	0.0009
Amidon	0.009
Caséinates de sodium	0.0236
Poudre 26 % MG	0.13

3-2-2-5. Etude technico- économique

Une étude technico-économique a été réalisée en vue d'évaluer le coût de revient de la formule optimale. Les résultats prélevés sont représentés au niveau du **Tableau 14**. On constate qu'une préparation de 100 g (équivalent à un pot de yaourt) a un coût de revient d'environ 13 dinars (**Tableau 15**); ce qui est plus ou moins abordable.

Tableau 14 : Représentant le coût de revient de la matière première de 100 g de produit

100 g				
RECETTE	Quantité	Unité	Prix U	Prix par pot
Lait 26 %	0.0130	Kg	240.00	3.12
Sucre	0.009800	Kg	70.00	0.69
PECTINE	0.000090	kg	1,200.00	0.11
Amidon	0.000900	Kg	100.00	0.09
Caséinates	0.00236	kg	1,400.00	3.30
Ferment	0.0600	Unité	4.75	0.29
Coût matières				7.59

Tableau 15 : Coût de revient de 100 g de produit final

Charges	Coût de revient
Matière première	7.59
Autres Charges	1.5
Emballage	2.5
Marge bénéficiaire	1.5
Total	13.93

4. Conclusion

Ainsi on a pu obtenir un produit doté à la fois de toutes les vertus nutritionnelles que peut apporter un yaourt ordinaire, de plus sa richesse en protéines ainsi qu'en polysaccharides font de lui un aliment nutritionnel de choix. La supplémentation étant réalisée principalement avec des caséinates de sodium rend le produit idéal pour les régimes (perte de poids) mais aussi en tant que complément destiné aux sportifs. Cette formule optimale dont l'aspect et le goût sont très appréciables présente un coût plus ou moins abordable lui permettant ainsi d'atteindre un large public.

Références

- [1] - É. FREDOT, *Connaissance des aliments, bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique*, Lavoisier, (2005), 31-70.
- [2] - ONS, Office National des Statistiques, *Enquête sur les dépenses de consommation et le niveau de vie des ménages. Dépenses des ménages en alimentation et boissons. Collections Statistiques N° 195, Série S : Statistiques Sociales (Novembre 2015).*
- [3] - P. CAYOT, D. LORIENT, *Structures et technofonctions des protéines du lait*. Tec and Doc Lavoisier, Paris, (1998), 53-87.
- [4] - A. SAINT-EVE, A. JUTEAU, S. ATLAN, N. MARTIN, I. SOUCHON, *Complex viscosity induced by protein composition variation influences the aroma release of flavored. Stirred yogurt. Journal of Agricultural and Food Chemistry*, (2006), 54 : 3997-4004.
- [5] - F. GAUCHERON, *Minéraux et Produits Laitiers*. Lavoisier, (2004) 301- 467.
- [6] - P. SCHIMMERLING, J. C. SISSON, A. ZAIDI, *Pratique des plans d'expériences, Technique et documentation*, (1998).
- [7] - H. HANN, W. TINSSONI, *Plans d'expériences pour mélanges à deux niveaux. Journal de la Société Française de Statistique*, (2010).Vol. 151 No. 2
- [8] - L. KANGA, et al., *Design and Modeling Strategies for Mixture-of-Mixtures Experiments. Technometrics journal*, (2011). Volume 53.P125-136.
- [9] - J. A. Cornell, «*Experiment with Mixtures*», John Wiley and Sons, New-York. (1981).
- [10] - J. GOUPY, *Plans d'expériences : les mélanges*, DUNOD, (1999).
- [11] - C. BEAL, I. SODINI, *Fabrication des yaourts et des laits fermentés. Techniques de l'ingénieur, F-Article F6315*, (2003).
- [12] - J. GOUPY, *"Pratiquer les Plans d'Expériences"*, Dunod, Paris. 560 pages, (2005).
- [13] - J. GOUPY, *Plans d'expériences pour surface de réponse*, DUNOD, (1999).
- [14] - M. TENENHAUS, *"La régression PLS. Théorie et pratique"*, 254 pages (1998) Paris. ISBN 2-7108-0735.
- [15] - K. O. JIMOH, A. L. KOLAPO, *Effect of different stabilizers on acceptability and shelfstability of soy-yogurt. African Journal of Biotechnology*, Vol. 6(8), (2007), 1000-1003.
- [16] - A. B. NONGONIERMA, M. SPRINGETT, J. L. LE QUÉRÉ, P. CAYOT, A. VOILLEY, *Flavour release at gas/matrix interfaces of stirred yoghurt models. International Dairy Journal*, 16, (2006), 102-110.
- [17] - L. DE LORENZI, S. PRICL, G. TORRIANO, *Rheologie behaviour of low-fat and full-fat stirred yoghurt. International Dairy Journal*, (1995), 5, 661-671.
- [18] - G. COUARRAZE, J. L. GROSSIORD, *Initiation à la rhéologie (3e édition)*, Éditions Tec et Doc, collection Sciences et Techniques, (2000).
- [19] - L. DE LORENZI, S. PRICL, G. TORRIANO, *Rheologie behaviour of low-fat and full-fat stirred yoghurt. International Dairy Journal*, (1995), 5, 661-671.
- [20] - H. ROHM, A. KOVAC, *Effects of starters cultures on small deformation rheology of stirred yoghurt, Lebensmittelw. u.-Technologie*, (1995), 28, 19-322.
- [21] - R. HIRANO, M. HIRANO, M. OOOKA, K. HATANAKA, *Effects of lactoperoxidase on gelation properties of yogurt. Food Research International*, Volume, 31, (1998), N° 1, 1-9.
- [22] - A. SAUER, I. DOEHNER, and C. I. MORARU, *Steady shear rheological properties of micellar casein concentrates obtained by membrane filtration as a function of shear rate, concentration and temperature. J. Dairy Sci.* (2012), 95: 5569-5579.
- [23] - W. J. LEE and J. A. LUCEY, *Formation and physical properties of yogurt. Asian-australas. J. Anim. Sci.* (2010) 23: 1127-1136

- [24] - Algérie, Ministère du commerce, Arrêté interministériel relatifs aux spécifications techniques des yaourts et aux modalités de leur mise à la consommation, (Octobre 1998), 22-23.
- [25] - ISO 5492, Norme international ISO 5492, Analyse sensorielle, Vocabulaire, In Contrôle de la qualité des produits alimentaires, (1995), AFNOR, Paris.
- [26] - K. O. JIMOH, A. L. KOLAPO, Effect of different stabilizers on acceptability and shelfstability of soy-yogurt. African Journal of Biotechnology, Vol. 6(8), (2007), 1000-1003.
- [27] - A. M. FERNANDES, C. A. F. OLIVIERA, C. G. LIMA, Effects of somatic cell counts in milk on physical characteristics of yoghurt. International Dairy Journal, 17, (2007), 111-115.
- [28] - D. D. BONG, C. I. MORARU, Use of micellar casein concentrate for Greek-style yogurt manufacturing : Effects on processing and product properties. Journal of Dairy Science, V 97 , (2014), 1259-1269