

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المدرسة الوطنية العليا للفلاحة بالحرش

Ecole Nationale Supérieure Agronomique d'El Harrach

**THESE**

En vue de l'obtention du Diplôme de Doctorat en Sciences Agronomiques

**Spécialité : Sciences des Aliments**

Présentée et Soutenue Publiquement par :

**Mr ACEM KAMEL**

**Possibilités de valorisation des lactosérums  
modifiés et traités dans le domaine des émulsions**

Soutenue le : 28 Novembre 2013

**Devant le Jury composé de :**

<b>Présidente :</b>	Mme B.Doumandji-Mitiche	Professeur à l'ENSA d'Alger
<b>Directeur de thèse:</b>	Mr. A.Choukri	Professeur à l'université de Djelfa
<b>Examineur :</b>	Mr A. Ammouche	Professeur à l'ENSA d'Alger
<b>Examineur :</b>	Mr.M.Fodili	Professeur à l'université de Djelfa
<b>Examineur :</b>	Mr N.Moulai Mostefa	Professeur à l'université de Medea
<b>Examinatrice :</b>	Mme A.Doumandji	Maitre de conférences A à l'université de Blida

**Année Universitaire 2013-2014**

Remerciements	
Resumés	
Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des annexes	

## ***TABLE DES MATIERES***

---

### Introduction

### **Chapitre I : Synthèse Bibliographique**

I.1. Le lactosérum.....	03
I.2. Les émulsions .....	18

### **Chapitre II : Matériel et Méthodes**

II.1. Matériel .....	38
1.1. Matières premières utilisées.....	38
1.1.1. Poudre du lait .....	38
1.1.2. Huile d'amande douce .....	38
1.1.3. Stabilisant .....	38
1.1.4. Présure.....	38
1.1.5. Ferments lactiques .....	38
1.1.6. Résines et échangeuses d'ions.....	38
II. 2. Méthodes .....	38
2.1. Protocole expérimental .....	38
2.2. Préparation des lactosérums bruts.....	40
2.2. 1. Lactosérum acide .....	40
2.2. 2. Lactosérum doux.....	40
2.3. Préparation des lactosérums modifiés.....	40
2.3.1. Lactosérums déprotéinés.....	40
2.3.2. Lactosérums déminéralisés .....	40
2.3.3. Lactosérums délactosés.....	40
2. 4. Présure.....	43
2. 5. Caséinate du sodium .....	43
2. 6. Méthodes d'analyses physiques .....	43
2.6.1. Matière sèche .....	43
2.6.2. Cendres .....	43
2.6.3. Densité .....	44
2.6.4. Viscosité.....	44

2.6.5. Indice de réfraction .....	45
2.6.6. pH .....	46
2.6.7. Conductivité électrique .....	46
2.6.8. Tension superficielle .....	46
2.6.9. Tension interfaciale .....	46
2.7. Méthodes d'analyses chimiques.....	47
2.7.1. Indice d'acidité d'huile d'amande douce.....	47
2.7.2. Acidité titrable des lactosérums .....	47
2.7.3. Dosage du chlore.....	48
2.7.4. Dosage du phosphore .....	48
2.7.5. Dosage du sodium et potassium .....	48
2.7.6. Dosage du calcium .....	48
2.7.7. Dosage des protéines.....	49
2.7.8. Dosage du lactose.....	49
2.8. Méthodes d'analyses microbiologiques .....	49
2.8.1. Préparation des dilutions décimales .....	49
2.8.2. Recherche et dénombrement des germes aérobies mésophiles totaux.....	49
2.8.3. Recherche et dénombrement des coliformes.....	50
2.8.4. Recherche et dénombrement des Streptocoques et des Lactobacilles .....	50
2.9. Méthodes du traitement des lactosérums bruts et modifiés .....	50
2.10. Méthodes des analyses des émulsions .....	51
2.10.1. Préparation des émulsions .....	51
2.10. 2. Mesure de pouvoir émulsifiant .....	51
2.10. 2.1. Stabilité .....	51
2.10. 2.2. Index de stabilité .....	51
2.10. 2.3. Diamètre moyen de globules gras .....	52
2.10. 2.4. Nombre moyen de globules gras.....	52
2.10. 2.5. Surface interfaciale .....	53
2.11. Application dans le domaine cosmétique.....	53
2.11.1. Contrôle et optimisation des émulsions .....	53
2.11.2. Contrôle et optimisation des formules .....	54
2.11.2.1. Contrôle de la stabilité à la centrifugation .....	54
2.11.2.2. Contrôle de la stabilité aux différentes températures du stockage... 55	
2.11.2.3. Test d'étalement sur la peau .....	55
2.11.2.4. Contrôle microbiologique .....	55

2.11.2.5. Etude rhéologique .....	56
-----------------------------------	----

### **Chapitre III : Résultats et Discussions**

III.1. Lactosérums bruts et modifiés .....	57
1.1. Lactosérums bruts et déprotéinés .....	57
1.2. Lactosérums bruts et délactosés .....	58
1.3. Lactosérums bruts et déminéralisés .....	61
III.2. Huile d'amande douce .....	68
III.3. Emulsions à base des lactosérums bruts et modifiés traités par chauffage .....	69
3.1. Emulsions à base des lactosérums bruts traités par chauffage .....	69
3.1.1. Paramètres microscopiques .....	69
3.1.2. Paramètres spectrométriques .....	76
3.2. Emulsions à base des lactosérums déprotéinés traités par chauffage .....	80
3.2.1. Paramètres microscopiques .....	80
3.2.2. Paramètres spectrométriques .....	87
3.3. Emulsions à base des lactosérums délactosés traités par chauffage .....	91
3.3.1. Paramètres microscopiques .....	91
3.3.2. Paramètres spectrométriques .....	98
3.4. Emulsions à base des lactosérums déminéralisés en calcium et en phosphore traités par chauffage .....	102
3.4.1. Paramètres microscopiques .....	102
3.4.2. Paramètres spectrométriques .....	113
III.4. Emulsions à base des lactosérums bruts et modifiés traités par ultrasons .....	120
4.1. Emulsions à base des lactosérums bruts traités par ultrasons .....	120
4.1.1. Paramètres microscopiques .....	120
4.1.2. Paramètres spectrométriques .....	128
4.2. Emulsions à base des lactosérums déprotéinés traités par ultrasons .....	132
4.2.1. Paramètres microscopiques .....	132
4.2.2. Paramètres spectrométriques .....	139
4.3. Emulsions à base des lactosérums délactosés traités par ultrasons .....	143
4.3.1. Paramètres microscopiques .....	143
4.3.2. Paramètres spectrométriques .....	150
4.4. Emulsions à base des lactosérums déminéralisés en calcium et en phosphore traités par ultrasons .....	154
4.4.1. Paramètres microscopiques .....	154
4.4.2. Paramètres spectrométriques .....	165

III.5.Application dans le domaine cosmétique.....	173
5.1. Contrôle et optimisation des émulsions .....	173
5.2. Contrôle et optimisation des formules .....	175

Conclusion

Références Bibliographiques

Annexes

## امكانيات تامين الامصال الحليبية المعدلة والمعالجة في ميدان المستحلبات

### ملخص

تهدف الأطروحة إلى دراسة أثر التسخين بالحمام المائي (95 م°) والموجات فوق الصوتية (35KHz) على الخواص الاستحلابية للأمصال الحليبية الخامة و المعدلة. تم تعديل الأمصال الحليبية الخاصة بطرائق مختلفة، فإنتاج الأمصال الحليبية المنزوعة اللاكتوز تم باستعمال طريقة بيولوجية (استعمال سلالة لبنية محبة للحرارة)، في حين استخدام الطريقة الفيزيائية المتمثلة في التسخين أدى إلى إنتاج الأمصال الحليبية منزوعة البروتينات، و تطبيق تقنية التبادل الأيوني على الأمصال الحليبية الخامة أدى إلى إنتاج أمصال حليبية المنزوعة المعادن. أظهرت النتائج أن لزيوت اللوز الحلو خواص فزيوكيميائية مساعدة لعملية الاستحلاب و أن قيم الخواص الفزيوكيميائية لمصل الحليب الخام المعتدل أكبر مقارنة بالموجودة في مصل الحليب الخام الحامض كالبروتينات، اللاكتوز، الكثافة، واللزوجة، حيث أن المعايير المقاسة في الأمصال الحليبية المعدلة تختلف حسب طبيعة التقنية المتبعة في التعديل؛ سجلنا قيم منخفضة للشدة الداخلية بالنسبة للأمصال الحليبية المنزوعة المعادن. لم يتغير ال pH للأمصال الحليبية الخامة و المعدلة والمعالجة بالتسخين و الموجات فوق الصوتية إذ ارتفعت درجة الحرارة بشكل طفيف. تغيرت الخواص الاستحلابية للمستحلبات ذات النموذج H/E المشكلة بالامصال الحليبية الخامة و المعدلة غير المعالجة بالتسخين و الموجات فوق الصوتية حسب المحيط الفزيوكيميائي، البيوكيميائي للامصال وبمضور أو غياب المثبت، حيث حسنت المعالجة بالتسخين و الموجات فوق الصوتية للامصال الحليبية الخامة و المعدلة خلال 5، 1، 15 د السلوك الإستحلابي لبروتينات الامصال الحليبية المدروسة. وفي الاخير تميزت خواص التشكيلات التحميلية بالنظامية وفقا للمعايير.

### الكلمات الجوهرية:

أمصال حليبية خامة، أمصال حليبية معدلة، زيت اللوز الحلو، راتنج التبادل الأيوني، سلالة لبنية محبة للحرارة، موجات فوق صوتية، مستحلب، ثبات، بروتينات، تامين.

## **Valorization possibilities of modified and treated wheys in the emulsions field**

### **Abstract**

This thesis aims to study the effect of heating in a water bath at 95 °C and ultrasonic power set to 35KHz on the emulsifying properties of crude and modified whey. The changing of crude whey is performed by three different techniques: a biological method by thermophilic lactic strain which aims to produce delactozed, the other two are physical techniques, a so-called thermal coagulation used to generate through the heating deproteinized whey and the other is called the ion-exchange chromatography (ion exchange resin) whose goal is to produce demineralized whey. The results showed that the physicochemical parameters of sweet almond oil are suitable for emulsification; the values of the physicochemical parameters of the crud soft whey are higher than those found in crud acid whey including proteins, lactose, density and viscosity. Against by those obtained in the modified whey vary according to the nature of the techniques used; we record the values of the interfacial tension lower for demineralized whey compared to other serums changed. No change was observed for pH values of crude and modified whey sonicated for 5, 10, and 15min, their temperatures undergoes a slight increase. The properties of emulsions of O / W type prepared with crud and modified whey for non heat treated and ultrasound vary depending on the environment physicochemical, biochemical whey used and the presence or absence of sodium caseinate as a stabilizing agent, then the heating bath and the ultrasonic treatment of crud and modified whey (delactozed, demineralized and deproteinized) improved as the exposure time 5.10 et 15min, emulsifying behavior of whey proteins studied. Finally, the properties of cosmetic formulas proposed are acceptable and compliance to norms.

### **Keys words:**

Crud whey , modified whey , sweet almond oil, thermal coagulation, ion exchange resin, thermophilic strain lactic, ultrasound power, emulsion, stability, proteins, valorization.

## Résumé

Cette thèse vise à étudier l'effet du chauffage au bain marie à 95°C et des ultrasons de puissance fixés à 35KHz sur les propriétés émulsifiantes des lactosérums bruts et modifiés. La modification des lactosérums bruts est effectuée par trois techniques différentes ; une biologique par l'emploi d'une souche lactique thermophile qui a pour but de produire des lactosérums délactosés, les deux autres sont des techniques physiques ; une dite la thermocoagulation qui sert à générer par le biais du chauffage des lactosérums déprotéinés, et l'autre elle est nommée la chromatographie échangeuse d'ions (résine échangeuse d'ions) dont le but est de produire des lactosérums déminéralisés. Les résultats ont montré que les paramètres physicochimiques de l'huile d'amande douce sont convenables à l'émulsification, les valeurs des paramètres physicochimiques du lactosérum doux brut sont supérieures à celles trouvées dans le lactosérum acide brut notamment : protéines, lactose, densité et viscosité. Par contre celles obtenus dans les lactosérums modifiés sont variables selon la nature des techniques appliquées, nous enregistrons des valeurs de la tension interfaciale inférieure pour les lactosérums déminéralisés par rapport aux autres sérums modifiés. Aucune variation n'a été remarquée pour les valeurs du pH des lactosérums bruts et modifiés traités par ultrasons durant 5, 10, et 15 min or leurs températures ont subi une légère augmentation. Les propriétés des émulsions de type H/E préparées à base des lactosérums bruts et modifiés non traités par chauffage et ultrasons varient selon l'environnement physicochimique, biochimique des sérums utilisés et la présence ou l'absence de caséinates de sodium comme agent stabilisant, alors que le chauffage au bain marie et le traitement ultrasonore des lactosérums bruts et modifiés (lactosérums délactosés, déprotéinés et déminéralisés) ont amélioré selon le temps d'exposition 5, 10 et 15 min, le comportement émulsifiant des protéines des lactosérums étudiés. En fin, les propriétés des formules cosmétiques proposées sont acceptables et conformes aux normes.

## Mots clés :

Lactosérums bruts, lactosérums modifiés, huile d'amande douce, thermocoagulation, résine échangeuse d'ions, souche thermophile lactique, ultrasons de puissance, émulsion, stabilité, protéines, valorisation.