

Influence des facteurs de composition sur les propriétés texturales d'un fromage fondu de type requeijão

Antonio Belfort Dantas Cavalcante

▶ **To cite this version:**

Antonio Belfort Dantas Cavalcante. Influence des facteurs de composition sur les propriétés texturales d'un fromage fondu de type requeijão. Alimentation et Nutrition. Institut National Polytechnique de Lorraine, 1995. Français. NNT : 1995INPL134N . tel-01776437

HAL Id: tel-01776437

https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01776437

Submitted on 24 Apr 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

1360290005

YSINPL134N

[M]1995 DANTAS CAVALCANTE, A. B.

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE
Ecole Nationale Superieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires

THESE

présentée à
L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE
pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INPL
Spécialité : Biotechnologies et Industries Alimentaires

par

Antonio Belfort DANTAS CAVALCANTE

INFLUENCE DES FACTEURS DE COMPOSITION SUR LES PROPRIETES TEXTURALES D'UN FROMAGE FONDU DE "TYPE REQUEIJAO"

Soutenue publiquement le 31 Octobre 1995 devant la commission d'examen

JURY

Service Commun d[illegible]on
INPL
Nancy-Brabois

Président :	J. HARDY	Professeur à l'I.N.P.L.
Rapporteurs :	D. LORIENT	Professeur à l'ENSBANA
	J. KOROLCZUK	Directeur de recherche à l'I.N.R.A.
Examinateurs :	J. P. RAMET	Maître de Conférence à l'I.N.P.L.
	V. BUCUR	Chargé de recherche l'I.N.R.A.

"Il faut avoir une haute idée,
non pas de ce qu'on fait,
mais de ce qu'on pourrait faire
un jour ; sans quoi ce n'est
pas la peine de travailler".

Paul Valéry

AVANT PROPOS

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Physicochimie et Génie Alimentaires de l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires, sous la direction de Monsieur Jean Paul RAMET, Maître de conférences à l'Institut National Polytechnique de Lorraine. Je tiens à lui exprimer toute ma gratitude pour avoir accepté d'être mon directeur de thèse. Je le remercie aussi pour le soutien scientifique, les encouragements et la confiance totale qu'il m'a accordés tout au long de cette étude, mais aussi pour ses grandes qualités humaines.

Je tiens aussi à remercier particulièrement Monsieur le Professeur Joël Hardy, Directeur de l'ENSAIA et du Laboratoire de Physicochimie et Génie Alimentaires, de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire et d'avoir accepté de présider le jury de cette thèse.

Mes remerciments vont également aux membres de la commission d'examen qui ont accepté de lire et de juger ce travail malgré leur nombreuses occupations :

- Monsieur D. LORIENT, rapporteur de ce travail, Professeur à l'ENSBANA.

- Monsieur J. KOROLCZUK, rapporteur de ce travail, Directeur de recherche du Laboratoire de Génie Industriel Alimentaire de l'I.N.R.A. de Villeneuve d'Ascq.

- Mademoiselle V. BUCUR, chargée de recherches à l'I.N.R.A. de Champenoux pour avoir accepté de juger mon travail et pour m'avoir fait partager de son expérience scientifique dans le domaine des ultrasons.

Je voudrais remercier le Ministère des Science et Technologie du Brèsil et plus particulièrement la CAPES pour m'avoir accordé une bourse d'étude.

Je remercie aussi l'ensemble de mes collègues et dirigeants du NUTEC - Ceará-Brèsil.

Je voudrais remercier spécialement les Professeurs Adão PINHEIRO et Cristina MOSQUIM - UFV- Minas Gerais - Brésil pour m'avoir encouragé tout au long de ces dernières années.

Mes remerciements s'adressent aussi à Monsieur Gérard JANIN de la Station de Recherche sur la Qualité du Bois - Centre de Recherches Forestières, pour m'avoir guidé scientifiquement sur le sujet de la "couleur".

Je remercie très sincèrement Monsieur Bernard MARCHAL pour avoir participé à la correction grammaticale de ce manuscript, ainsi que Messieurs J. P. JACQOUT et Y. GILLET qui m'ont aidé à résoudre les problèmes technique que rencontrés.

Je voudrais aussi remercier ma famille et mes amis brésiliens de Nancy pour le soutien qu'ils m'ont apportés tout au long de ces quatre ans.

Enfin, c'est pour moi un plaisir d'associer dans une même pensée amicale toutes les personnes du Laboratoire et tous mes collègues qui m'ont aidé spontanément, ou simplement soutenu tout au long de mon travail expérimental. Je suis sûr qu'ils se reconnaîtront et m'excuseront de ne pas les avoir tous cités ici.

Le "Requeijão tradicional" est un fromage brésilien largement consommé dans la région Sud-Est. L'objectif de cette étude est de caractériser qualitativement le "Requeijão tradicional" et de le classer scientifiquement dans la catégorie des fromages fondus. La partie principale de cette thèse concerne l'étude de l'influence des paramètres de fabrication du "Requeijão tradicional" sur les propriétés rhéologiques et l'analyse de sa couleur. Les différentes corrélations existant entre ces propriétés et les paramètres de fabrication ont été aussi déterminées. A cet effet, des méthodes rhéologiques (compression et pénétration), des méthodes d'évaluation sensorielle (rapport de grandeur) et la colorimétrie quantitative (CIELAB) ont été utilisées. Le traitement statistique des données (régression multilinéaire) a permis de classer ces produits selon leurs propriétés texturales. L'extrait sec, la matière grasse et le taux en sel de fonte sont les principaux paramètres responsables de la variabilité des propriétés texturales du "Requeijão tradicional". Dans la seconde partie, une méthode ultrasonore a été utilisée dans le but d'étudier le comportement de trois fromages fondus différents, pendant le refroidissement. Cette méthode non destructive a permis de : (i) mettre en évidence les différents phases de structuration au cours du refroidissement du fromage fondu (ii) justifier le choix de la température de refroidissement du fromage fondu (4°C). Ces techniques (ultrasonos et colorimétrie quantitative), peu connues dans le domaine alimentaire, semblent cependant très prometteuses. Elles sont pratiques, non destructives, rapides et efficaces.

"Requeijão tradicional" is a cheese largely consumed in the South-East region of Brasil. The objective of this study is to characterize qualitatively the "Requeijão tradicional" and to classify it scientifically in the category of processed cheeses. The first part of this thesis, both the effects of processed cheese's manufacturing parameters on rheological properties and color analysis were studied. Correlation between these properties and manufacturing properties were calculated. Rheological methods (compression, penetrometry), sensory evaluation methods and quantitative colorimetry were used. Statistical analysis of data (multilinear regression) allowed products classification according to their textural properties. Dry matter, fats and rate of emulsifying salt were the main parameters responsibles of the "Requeijão tradicional" textural variations. In the second part, the behavior of three different processed cheeses, during cooling, was studied by an ultrasonic method. This method permitted: i) to underline the different structural phases during cooling. ii) to justify the choice of cooling temperature (4°C). Ultrasonics and quantitative colorimetry, which are not much known in food engineering, seems very encouraging. They are non-destructive, non-invasive, rapide and very efficient.

O Requeijão tradicional é um queijo brasileiro de grande consumo na régião sudeste do Brasil. O objetivo deste estudo é de caracterizar qualitativamente o Requeijão tradicional e de classificar-lhe na categoria de queijo fundido. A parte principal desta tese diz respeito ao estudo da influência dos parâmetros de fabricação do Requeijão tradicional sobre as propriedades reológicas e também a análide de sua cor. As diferentes correlações existentes entre estas propriedades e os parâmetros de fabricação foram determinadas. Deste modo, métodos reológicos (compressão e penetração), métodos de avaliação sensorial (relação de grandeza) e a colorimetria quantitativa (CIELAB) foram utilisadas. O tratamento estatístico dos dados (regressão multilinear) permitiu de classificar este produto segundo suas propriedades texturais. O extrato seco, a matéria graxa e a concentração em sal de fonte foram os principais parâmetros responsáveis da variabilidade das propriedades texturais du Requeijão tradicional. Numa segunda parte, um método ultrasonoro foi utilisado no sentido de estudar o comportamento de três queijos fundidos diferentes, durante o resfriamento. Este método não destrutivo permitiu: (i) colocar em evidência as diferentes fases de estruturação au curso do resfriamento do queijo fundido. (ii) justificar a escolha da temperatura de resfriamento do queijo fundido (4°C). Estas técnicas (ultrasonora e colorimetria quantitativa), pouco conhecidas no domínio dos alimentos, são promissoras. Elas são práticas, não destrutivas, rápidas e eficazes.

SOMMAIRE

ABREVIATIONS I

INTRODUCTION 2

I - LES FROMAGES FONDUS 6

1. Généralités sur les fromages fondus 6

2. Le processus de fonte 8
   2.1. Phase de dispersion 8
   2.2. Phase de structuration 8
   2.3. Phase de crémage ou cuisson 8

3. Les sels de fonte 9
   3.1. Interaction avec le calcium 10
   3.2. Les protéines émulsifiantes 10
   3.3. Le crémage 11

II - ETUDE DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES ET TEXTURALES DES FROMAGES 13

1. Etude des propriétés sensorielles des aliments 13
   1.1. La perception de la texture par les sens 13

2. Définition de la texture 15
   2.1. Classification des caractéristiques texturales 16

3. Analyse instrumentale 18

4. Analyse sensorielle 20

5. Propriétés rhéologiques et texturales des fromages fondus 23

III - METHODES NON DESTRUCTIVES ULTRASONORES POUR LA CARACTERISATION DU COMPORTEMENT DES ALIMENTS 27

1. Introduction 27

2. Considérations théoriques 29
   2.1. Propagation des ondes 29

3. Mesure des paramètres ultrasonores 31
   3.1. Mesure de la vitesse 33
   3.2. Mesure d'atténuation 34

4. Utilisation des ondes ultrasonores dans les aliments 34
   4.1. La viande 36
   4.2. Le lait 38
   4.3. Le fromage 39
   4.4. Autres produits 43

IV - COLORIMETRIE 47

1. Colorimétrie - Généralités....47
1.1. Mécanismes de la vision des couleurs....47
2. Définition d'un espace chromatique (valeurs X, Y et Z)....50
3. Mesure de la couleur....52

V - LES PLANS D'EXPERIENCES....54
1. Définition. Généralités....54
2. Introduction....54
3. Méthodologie de construction des plans d'expériences....56
3.1. Les plans factoriels complets à 2 niveau : 2k....56
3.1.1. Généralisation à k facteurs....59
3.2. Les plans factoriels fractionnaires à deux niveaux 2k-p....59

CHAPITRE II - MATERIELS ET METHODES.... 62

1. Introduction....62
2. Les plans d'expériences....62
3. Technique utilisée pour la fabrication du "Requeijão tradicional"....65
3.1. Préparation des échantillons....65
3.2. Fabrication du caillé....65
3.3. Fabrication du "Requeijão tradicional"....66
4. Méthodes instrumentales d'analyse des propriétés texturales du "Requeijão tradicional"....68
4.1. Le profil d'analyse de texture (TPA) par compression....68
4.2. Paramètres mesurés à partir de la courbe TPA....70
4.3. Le test de pénétration....70
5. Essais mécaniques non destructifs (Méthode ultrasonore)....71
5.1. Mesure de la vitesse de propagation des ultrasons sur le "Requeijão tradicional"....72
5.2. Étude de l'évolution du crémage au cours du refroidissement....73
6. Evaluation sensorielle de certaines propriétés du "Requeijão tradicional"....73
7. Méthodes d'analyses physicochimiques....76
7.1. Mesure du pH....76
7.2. Détermination de l'extrait sec total (EST)....76
7.3. Mesure de l'acidité du lactosérum....76
7.4. Mesure de la teneur en matière grasse....76

7.5. Dosage des différentes formes de l'azote 76
7.6. Dosage des métaux 77
8. Colorimétrie 77

CHAPITRE III - RESULTATS ET DISCUSSION 80

1. Influence de la composition chimique sur les propriétés texturales du "Requeijão tradicional" 80
1.1. Introduction 80
1.2. Influence des paramètres de fabrication sur les propriétés physiques du "Requeijão tradicional" 81
1.2.1. Courbes types obtenues sur le "Requeijão tradicional" 83
1.2.2. Influence de la composition sur la Force à 10mm de pénétration (F10) et la Fermeté-TPA 84
1.2.3. Influence de la composition sur la Cohésion - TPA 89
1.2.4. Influence de la composition sur l'Elasticité - TPA 91
1.2.5. Influence de la composition sur le caractère collant - TPA 93
1.2.6. Influence de la composition sur l'adhésivité-TPA 94
1.2.7. Influence de la composition sur la masticabilité-TPA 96
1.2.8. Influence de la composition sur la vitesse ultrasonore. 97
3. Corrélations entre les divers paramètres instrumentaux. 101
4. Composition chimique des Requeijões 105
4.1. Contributions des paramètres physicochimiques à la variation des propriétés texturales des fromages 106
5. Evaluation sensorielle de certaines propriétés du "Requeijão tradicional" 107
5.1. Corrélations entre les mesures instrumentales et les mesures sensorielles 108
6. Identification de la courbe typique du processus de crémage du fromage fondu par la méthode ultrasonore 113
7. Détermination de la couleur du "Requeijão tradicional" à travers plusieurs illuminants 116

CONCLUSION GENERALE 122

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 126

ANNEXES 140

ABREVIATIONS

ADHE : Adhésivité

NPN : Azote non protéique

ATT : Atténuation des ultrasons

C.I.E : Commission Internationale de l'Eclairage

COHE : Cohésion

COLL : Caractère collant

DUR : Dureté

ELST : Elasticité

EST : Extrait sec total

F10 : Force à 10 mm de pénétration relative (N)

F70 : Force à 70% de déformation relative (N)

G/S : Gras/sec

MAST : Masticabilité

MG : Matière grasse

MS : Matière sèche

NS : Azote soluble

NT : Azote total

PRG : Test de pénétration

PRO : Produit

SF : Sel de fonte

TPA : Profil d'analyse de texture (Texture Profile Analysis)

TT : Temps de traitement thermique

VIT : Vitesse ultrasonore (m/s)

X, Y, Z : Coordonnées chromatiques normalisées ou tristimulaires

INTRODUCTION

INTRODUCTION

L'histoire du "Requeijão" commence avec l'arrivée des français et des hollandais dans la région du nord-est brésilien. Les français ont debarqué en 1612 et ont fondé la "França Equinoxial", alors que les hollandais ont occupé la province de Pernambuco, de 1621 à 1661.

Sous la dénomination "Requeijão", on trouve différentes variétés : "Requeijão criolo", "Requeijão do norte ou du nordeste" ou "queijo de manteiga", "Requeijão tradicional" (qui fait objet de notre étude) et le "Requeijão cremoso".

D'après Munck et Campos (1984), le Requeijão est un produit originaire des anciennes régions productrices de la crème destinée à la fabrication du beurre. Le lait écrémé, considéré à l'époque comme un sous produit, a été utilisé pour la fabrication du Requeijão artisanal, uniquement dans les fermes.

Le Requeijão est un fromage du type fondu, typiquement brésilien, fabriqué à partir du lait écrémé, auquel on ajout de la crème fraîche ou du beurre, de fabrication régionale (Manteiga da terra), suivant le type de produit recherché.

En fait le Requeijão est le résultat de l'adaptation de plusieurs technologies, d'origine européenne (française, hollandaise et portugaise), africaine et brésilienne.

Le **Requeijão criolo** est fabriqué avec du beurre (manteiga da terra) chauffé jusqu'à l'obtention du "beurre-noir" ; cet ajout donne une couleur marron et un goût fort. Cette forme de fabrication provient d'une l'influence de l'afrique noire. Sa consommation est restreinte à l'Etat da Bahia.

Pour la fabrication du **Requeijão do nordeste** ou **Queijo de manteiga** on ajoute du beurre régional du type Ghee. C'est un produit de couleur jaune, de texture ferme ; les productions du type fermier n'ont

pas d'emballage. Ce fromage est consommé dans toute la région nord-est du Brésil.

La technologie du **Requeijão tradicional** est originaire de la technologie des autres produits cités ci-dessus. Pour ce produit on utilise de la crème fraîche (50-60% de matière grasse), au lieu du beurre. L'Etat de Minas Gerais est le plus grand producteur de ce fromage, mais sa consommation se fait dans toute la région sud-est du Brésil.

Traditionnellement, pour ces trois produits la coagulation du lait écrémé se fait naturellement, avec l'ajout de lactosérum de la fabrication du jour précèdent.

A l'origine, quand la production laitière du jour était peu importante, le caillé était salé pour une fabrication ultérieure (seulement deux ou trois jours après). En plus, le sel a été utilisé pour aider la fusion du caillé. D'où l'habitude de la population de la région nord-est-Brésil de manger le fromage bien salé.

Particulièrement le **Requeijão cremoso** est né lors de la création du l'Instituto de Laticínios Cândido Tostes à Minas Gerais. Pour ce produit, le caillé est obtenu par la coagulation de l'acide lactique. Le pH est compris entre 5,7 à 5,9. On utilise le verre comme emballage. Le **Requeijão cremoso** est le type le plus largement consommé et il est fabriqué sur tout le territoire brésilien. La composition du "Requeijão cremoso" est la suivant : 40% d'extrait sec total et 60% de matière grasse dans l'extrait sec.

La qualité du fromage proprement brésilien augmente de plus en plus. Avec la création de l'Instituto de Laticínios Cândido Tostes des experts de France, d'Italie et d'Allemagne occidentale en particulier, ont collaboré au développement des techniques de fabrication et à leur amélioration.

Au Brésil, la consommation de fromage se fait surtout le matin au petit déjeuner, au goûter, vers 15h30, suivi de gâteaux sucrés. Le soir au dîner, le fromage remplace souvent la viande.

L'objectif de cette étude est de dégager l'influence de certains paramètres et d'optimiser le procédé de fabrication du "Requeijão traditionnel". Dans ce but nous avons utilisé un plan expérimental qui a

permis de faire varier un seul paramètre à chaque expérience en fixant le niveau des autres facteurs.

La première étape de cette étude à été consacrée à l'influence de la composition physicochimique sur les propriétés texturales des fromages. Ensuite, nous avons tenté d'établir les correspondances éventuelles pouvant exister entre la rhéologie et l'analyse sensorielle. Dans la seconde partie, nous avons utilisé une méthode d'analyse ultrasonore qui nous permet de suivre le comportement du fromage fondu pendant le refroidissement. Enfin, nous avons tenté d'étudier l'influence de la composition physicochimique et du temps de traitement thermique sur la couleur du "Requeijão tradicional".

CHAPITRE I

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I - LES FROMAGES FONDUS

1. Généralités sur les fromages fondus

A la fin du siècle dernièr, les progrès considérables réalisés en technologie laitière ont largement contribué à l'expansion de la fromagerie en Europe, aux Etats Unis et en Australie.

A cette même époque, la solution au problème de conservation de fromages affinés était partiellement trouvée : un procédé de pasteurisation du fromage à pâte molle, le Camembert, a été développé par trois firmes allemandes, après mise en boite. En 1899 le Hollandais J. Hendrickzoon Eyssen traita thermiquement le fromage de Hollande. Mais ces techniques se sont avérées inutilisables pour les fromages à pâte pressée cuite, tel que l'Emmental, au désespoir des exportateurs suisses.

En 1911 seulement, la Société GERBER à Thun (Suisse) réussit la première fabrication du fromage fondu. La Société GERBER a utilisé du citrate de sodium comme sel de fonte, qu'elle produit elle-même, en mélangeant de l'acide citrique avec du carbonate de sodium ou du bicarbonate. L'acide ainsi que l'alcali étaient et sont encore aujourd'hui partiellement mis en solution, puis portés à ébullition, afin de permettre à l'acide carbonique de s'échapper. Ce procédé n'est plus utilisé aujourd'hui dans les pays fabriquant du fromage fondu à base d'Emmental (Berger, 1988).

Les fromages fondus sont des produits obtenus par la fonte d'un fromage ou d'un mélange de fromages. Eventuellement d'autres produits laitiers, comme le lait en poudre, crème, beurre, lactosérum sont additionnés.

L'addition d'eau a pour objectif l'ajustement de l'extrait sec ainsi que l'obtention d'une dispersion homogène des matières premières à froid et d'une émulsion à chaud.

Le fromage fondu est un système complexe composé de protéines, matière grasse, sels minéraux et d'autres ingrédients. Leurs propriétés

sont affectées par des variables comme la composition et la nature de la matière première, le type et la quantité des agents émulsifiants, le procédé de fabrication et d'autres facteurs supplémentaires (Caric et al. 1985).

En fait, il existe une grande variété de fromages fondus. Les pâtes dures, les fromages à tartiner, les fromages aux herbes, aux arômes, aux condiments, aux noix, au jambon, fromage fumé, etc... D'ailleurs, d'après Berger (1988), on ne doit retenir que 5 sortes différentes de fromage fondu, qui se distinguent fondamentalement par 5 différents types de structure.

1) Fromage fondu du type "bloc"
2) Fromage fondu en tranche
   a) avec un haut pouvoir de refonte
   b) tranche traditionnelle
3) Fromage fondu à la coupe
4) Fromage fondu à tartiner
   a) avec crémage : triangle ...
   b) sans crémage : verre, tube, barquette, ...
5) Fromage fondu stable à la chaleur.

Le fromage fondu en bloc doit avoir une concentration en matière sèche d'au moins 50% et dont le taux de matière grasse sur sec est au moins égal à 40%. Par ailleurs, la matière sèche pour le fromage à tartiner doit être comprise entre 44 et 50%, celui de la matière grasse rapportée à la matière sèche d'au moins 40%. Toutefois la législation française permet la fabrication de fromages fondus pour tartine contenant de 20 à 30% de matière grasse sur sec et 31% de matière sèche (Cogitore, 1981).

La matière grasse végétale peut être aussi substituée à la matière grasse butyrique (Meyer, 1973). Aux Etats Unis, ce type de produit est plus utilisé pour l'alimentation scolaire à cause de son prix bas. Il est utilisé également pour des raisons diététiques.

Cavalcante et al., (1992) ont utilisé une matière grasse végétale hydrogéné du type SPAT dans la fabrication du "Requeijão tradicional", en substitution partiel à la matière grasse laitière. D'après ces auteurs la

substitution de la matière grasse laitière en taux inférieur à 40% pour la matière grasse végétale ne provoque pas de changement de la couleur, du goût e du flaveur, perçue en analyse sensorielle.

2. Le processus de fonte

Sur le plan physicochimique, la fabrication du fromage fondu comporte trois phases fondamentales : la phase de dispersion, la phase de structuration et la phase de crémage ou cuisson.

2.1. Phase de dispersion

C'est la phase correspondant à l'homogénéisation de l'ensemble (fromage, eau, sel de fonte) à température ambiante sous l'effet de l'agitation mécanique.

2.2. Phase de structuration

Cette phase correspond à l'organisation moléculaire des différents composants sous l'action conjuguée de la température (65-70°C), de l'agitation mécanique et du réemploi.

- du réemploi : il s'agit de fromage fondu issu d'une fabrication antérieure, dont la présence permet d'obtenir la gélification de la pâte fondue.

Elle est appelée aussi phase de fusion. La phase de structuration commence au moment de l'étape de cuisson et se poursuit pendant l'étape de crémage

2.3. Phase de crémage ou cuisson

Le crémage nécessite des températures entre 70 et 90°C, cette dernière étant considérée comme la température optimale du crémage. Cette étape est l'opération clef au cours de laquelle le fromage acquiert sa consistance. De plus, elle assure la destruction thermique des microorganismes et des enzymes.

Le crémage ou hydratation de la protéine est obtenu par l'action associé de l'agitation, du traitement thermique, et par l'action dispersante des sels de fonte. L'association de ces trois facteurs font apparaître des zones hydrophiles à la surface de la caséine, qui facilitent la liaison des molécules d'eau. Ce cette l'eau lié qui fait augmenter la viscosité du fromage fondu.

3. Les sels de fonte

L'une des manières les plus efficaces de maîtriser les propriétés du fromage fondu est d'utiliser des sels émulsifiants. Les sels de fonte sont des agents chélatants du calcium qui possédent, en plus du pouvoir peptisant, un pouvoir émulsifiant de la matière grasse et favorisent la rétention de l'eau ; de ce fait ils affectent les propriétés chimiques, physiques et microbiologiques du fromage fondu. On emploie en général les sels alcalins d'acides ayant un pouvoir de chélation du calcium. Les plus anciens sont les tartrates et citrates de sodium.

Les polyphosphates et citrates forment la base des formules actuellement utilisées, sous forme de mélanges, dans des proportions qui dépendent de la nature des matières premières à fondre ainsi que des types de fromage (tartine, bloc) à fabriquer.

L'orthophosphate de sodium est employé surtout sous la forme trisubstitué, en mélange avec d'autres émulsifiants, pour élever le pH (Scharpf, 1971).

Les phosphates condensés ou polyphosphates sont très employés en Europe : la longueur de leur chaîne peut être égale à 2 molécules d'orthophosphate couplées (pyrophosphate) ou plus longue comme le sel de Graham. Les polyphophates cycliques ne sont pas utilisés.

Les polyphosphates ont une forte réaction de crémage tandis que le citrate et l'orthophosphate n'ont aucun effet sur le crémage.

Enfin, les sels émulsifiantes sont indispensables pour la fonte, sans eux, les différents composants (paracaseinate de calcium, matière grasse, eau) seraient séparés et à la place d'un produit homogène, une masse caoutchouteuse serait formée.

3.1. Interaction avec le calcium

Tous les sels ont une certaine tendance à se lier au calcium y compris le calcium contenu dans les fragments de protéine. Le calcium lié aux fragments de caséine diminue leur solubilité dans l'eau, qui à son tour, réduit leur pouvoir émulsifiant (Shimp, 1985).

Les sels de fonte déplacent le calcium du complexe paracaséine en échangeant par le sodium, ou en se liant à lui et dans ce cas il masque son effet. Le calcium conditionne la structure rigide du fromage (Habicht, 1934). Son élimination par liaison avec les sels de fonte est un point capital, comme cela apparaît dans divers travaux sur le rôle important du calcium (Mair-Waldburg, 1957 ; Kiermeier et Mohler, 1960 ; Albonico et Gianani, 1964).

Dans la fabrication du fromage fondu les sels émulsifiants de sodium sont utilisés pour ajuster le pH, pour faire la chelation du calcium et enlever les ions calcium des constituants de la protéine. Comme conséquence, ils dispersent, hydratent et solubilisent les constituants de la protéine, qui à son tour, augmentent l'émulsification et la stabilité de la matière gras. Une structure adéquate est ainsi obtenu aprés le refroidissement (Caric et al., 1985).

3.2. Les protéines émulsifiantes

Les protéines émulsifiantes et structurales importantes du fromage sont les caséines ou les fragments de caséines. Pour la plupart des fractions de caséines, une des régions terminales de la protéine caséine contient des groupes de phosphates de calcium et porte essentiellement toute la charge de la protéine. Tandis que l'autre région terminale est de nature organique et non polaire. La région terminale phosphate est soluble dans l'eau, tandis que la région terminale organique est soluble dans la matière grasse ; c'est ceci qui donne à ces protéines leur propriétés émulsifiantes (Ellinger, 1972).

D'après Shimp (1985), les protéines émulsifiantes peuvent être modifiées par plusieurs facteurs :

- La quantité de calcium dans la région terminale du phosphate de calcium.
- Le pH du fromage
- L'âge du fromage
- La température à laquelle le fromage est sujet au cours du procédé.

Le calcium affecte la solubilité. Plus de calcium est présent, moins soluble est la région terminale de la protéine compatible avec l'eau, et moins elle a de pouvoir émulsifiant.

Le pH du fromage affecte la configuration de la protéine ; à certains pH, les protéines tendent à se rétracter dans les sphères en minimisant leur interactions avec les phases qui les entourent.

Le vieillissement du fromage tend à fragmenter la protéine comme le fait une enzyme sur les protéines. Ceci peut ou ne peut pas aider l'émulsification. Le chauffage tend à dénaturer les protéines et diminue leur propriétés émulsifiantes.

Le fabricant de fromage à peu de contrôle sur certaines de ces variables. Le taux de chauffage nécessaire est largement dicté par le besoin de pasteuriser le fromage, et le degré de l'action du temps est déterminé par la flaveur désirée.

3.3. Le crémage

La rupture des ponts inter et intrachaînes, résultant de la capture du calcium, a pour conséquence la peptisation de la paracaséine.

Le crémage est, après la peptisation, l'épisode de la fonte qui détermine la qualité future du fromage fondu. Ce terme employé couramment en pratique signifie plus précisément gonflement et hydratation (Lee, 1981). La notion de gonflement peut s'appliquer à l'augmentation de viscosité pendant la fonte, à la fixation d'eau, ou à la transformation de la pâte d'un jeune fromage en une pâte crémeuse plus courte.

La région terminale phosphate de la caséine est soluble dans l'eau. En revanche, plus il y a de calcium présent dans la région terminale du

phosphate de calcium, moins soluble est la région terminale de la protéine compatible avec l'eau et moins elle a de pouvoir émulsifiant. Ceci peut être modifié avec le traitement thermique associé à l'agitation mécanique et l'action chélante des sels émulsifiants.

Au cours du processus de déstabilisation du fromage naturel, le déroulement des chaînes protéiques ainsi que l'augmentation du nombre de charges négatives résultant tous deux de la disparition de ponts calciques, augmentent les capacités d'interactions des groupements latéraux polaires des protéines avec les molécules d'eau (Paquet, 1988). En même temps que se déroule ce processus d'hydratation, le paracaséinate de sodium émulsifie la matière grasse libérée sous la forme de gros globules gras dans le mélange en cours de fonte. D'après Rayan, et al. (1980), l'homogénéisation provoquée par les effets simultanés des sels émulsifiants, du chauffage et de l'agitation, réduit la taille de ces globules gras et améliore ainsi la stabilité de l'émulsion.

La prolongation du crémage provoque un épuisement de la capacité d'hydratation des protéines, d'où le risque de voir de faibles perturbations du système (pH, température) entraîner l'effondrement de l'ensemble (Bonell, 1971).

La fin de l'épisode de crèmage est provoquée par le refroidissement (Lee, 1981). Au cours du refroidissement, il est probable que se produit une réorientation des protéines, de sorte que les forces structurantes interviennent à nouveau (Mair-Waldburg et Sturm, 1968).

II - ETUDE DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES ET TEXTURALES DES FROMAGES

1. Etude des propriétés sensorielles des aliments

1.1. La perception de la texture par les sens

L'appréciation de la texture avec les sens est une opération très active qui associe les interactions fines entre le système moteur, les sens de la mastication et du système nerveux central.

La base neurologique de la perception orale associe la stimulation de plusieurs systèmes sensoriels. Le stimulus de l'aliment par la bouche, le palais, la région du pharynx et la mastication à travers le mouvement de la mâchoire et de la langue est la cause de la sensation musculaire. La perception orale associe aussi les neurorecepteurs de l'olfaction, le goût et la douleur (Boyar et Kilcast, 1986).

D'après Drake (1974), dans le cas des attributs tactiles, il y a plus d'étapes à identifier entre la composition des produits et les préférences, que dans la vision et dans la perception de l'arôme et du goût.

La mastication consiste à broyer les aliments entre les dents supérieures et inférieures par le mouvement de mâchoire inférieure (mandibule) contre la mâchoire supérieure (maxillaire).

C'est à travers la mastication des aliments qu'on a la sensation du goût et l'accès aux constituants de la flaveur par les mécanorécepteurs du goût et du système olfactif. Le goût est essentiellement un phénomène chimiosensoriel tandis que la texture est principalement un attribut physique. Grosso modo, le goût et la texture des aliments peut être mutuellement interactive (Jowitt, 1974). Leur perception peut être affectée par des facteurs chimiques mais aussi par des facteurs psychologiques et culturels. La manipulation et la mastication sont essentielles pour avoir la sensation de la texture, et l'identifier.

La perception de la texture apparaît être un processus de discrimination durant l'acte dynamique de mastication dans lequel il y a un changement continu des propriétés physiques de l'aliment dû à la désintégration de la structure par des forces de mastication, de mouillage et de dilution par la salive (Boyar et Kilcast, 1986 ; Izutsu et Wani, 1985).

Ainsi, une bonne description des propriétés de texture sensorielle semble être le résultat d'une mélange complexe de phénomènes physiques qui se passent pendant la mastication.

Le processus physiologiques de la mastication a fait l'objet de plusieurs études (Doty et Bosma, 1956 ; Franks, 1957 ; Kawamura et Nobuhara, 1958 ; Kerr et al., 1960 ; Kawamura, 1963 ; Messerman, 1967) mais le déterminant majeur du modèle oral de la stimulation sensorielle a été peu étudié.

Pierson et Le Magnen (1970) se sont intéressés à l'étude de la texture des aliments en étudiant les mouvements de la mastication et de la déglutition. D'après ces auteurs, le modèle (taux, dureté et la force des mouvements de la mastication, et les conditions de déglutition) est directement impliqué dans la génération des stimuli sensoriels. Ce modèle permet de conclure que les caractéristiques des aliments modifient le modèle de la mastication-déglutition et représentent les dimensions les plus plausibles de la sensation.

Les mesures objectives de la mastication peuvent être facilitées par l'utilisation d'équipements de mesure de la texture tel que l'INSTRON. Ces équipements ne sont pas spécialement conçus pour reproduire l'action mimique de la bouche mais ils peuvent être ajustés pour opérer sous des conditions similaires à celles rencontrées pendant la manipulation "in vivo" des aliments.

La machine est un système intégré qui donne une réponse totale et est traitée comme ayant une sensibilité unique. Dans le système sensoriel, différents organes (notamment la langue et la mâchoire) ont de très grandes différences dans la sensibilité à stimulus mécaniques et dans chaque "sensor" : Ils ne sont pas distribués de la même manière (Peleg, 1983).

2. Définition de la texture

La notion de texture fait référence à un ensemble de réponses sensorielles qui permettent généralement de formuler des appréciations qualitatives sur la consistance d'un aliment liquide ou pâteux. Il est évident que ces caractéristiques sont fonction des propriétés rhéologiques des aliments.

Un grand nombre de publications décrivent le profil technique de la texture (Davis, 1937 ; Hall et Fryer, 1953 ; Martin, 1955 ; Isherwood, 1960 ; Potter, 1968 ; Sherman, 1970 ; Corey, 1970 ; DeMan, 1975 ; International Organization for Standardization-ISO, 1981 ; Bourne, 1982).

Une définition plus rigoureuse a été donnée par Szczesniak (1963) qui a défini la texture comme étant "la manifestation sensorielle de la structure de l'aliment et la manière dont cette structure réagit a l'application de forces. Les récepteurs sensoriels impliqués sont les récepteurs visuels, tactiles et auditifs" (modifié de Szczesniak, 1963). Cette définition reconnaît que la texture est une propriété sensorielle, qu'il s'agit d'un terme multidimensionnel qui a ses origines dans la structure de l'aliment (moléculaire, microscopique ou macroscopique). En plus des récepteurs tactiles, les aliments peuvent être évalués par des récepteurs visuels et auditifs (Szczesniak, 1991). Ce sont donc ces récepteurs qui vont permettre aux juges d'évaluer la texture des produits qui leur seront présentés. Il leur faudra alors décrire ce qu'ils perçoivent et le rôle de l'analyse est de leur fournir un schéma utilisable dont ils pourront ensuite tirer le meilleur parti.

Dans cette définition sont inclus les termes de "consistance" et "corps". Cette définition est rigoureuse car elle inclut la connaissance profonde des principes de base, spécialement ceux concernant les propriétés rhéologiques et mécaniques de l'aliment.

La définition de Szczesniak a donné lieu à des formes légèrement modifiées proposées par Sherman (1970), Jowitt (1974) et par l'Organisation Internationale pour la Standardisation - ISO (1981).

2.1. Classification des caractéristiques texturales

Les caractéristiques texturales ont reçu plusieurs classifications destinées, a être utilisées, soit comme mesure sensorielle, soit comme mesure instrumentale de la texture. Il est déjà reconnu que si les deux méthodes ont les mêmes définitions des termes, la corrélation peut être facilitée en termes de manipulation mathématique.

Szczesniak (1963) a groupé les caractéristiques texturales en trois classes principales :

- Caractéristiques mécaniques : Elles sont liées à la manifestation de l'aliment à une pression appliquée et sont mesurées par les sens kinesthésiques tel que la sensation, le mouvement qui sont perçus à travers les nerfs et les muscles, les tendons et les articulations.
- Caractéristiques géométriques : Elles sont liées aux arrangements des constituants physiques des aliments comme la taille, la forme, la présence de fibres, de morceaux mous ou de particules dures. Celles-ci sont perçues par le sens du toucher (tactile) sur la peau de la langue, cavité buccale et par la gorge.
- Autres caractéristiques - qui se rapportent surtout à l'humidité et à la matière grasse présente dans les aliments et la manière de leur libération. Celles-ci sont perçues par les nerfs tactiles dans la cavité buccale.

Les caractéristiques mécaniques sont déterminées par la manière avec laquelle l'aliment est manipulé et se comporte dans la bouche. Elles sont divisées en cinq propriétés primaires et trois propriétés secondaires. Les caractéristiques primaires sont la fermeté, la cohésion, la viscosité, l'élasticité et l'adhésivité. Les quatre premières sont liées aux forces d'attraction entre les particules d'aliment et les forces opposés à la désintégration, tandis que l'adhésivité est lié aux propriétés de surface.

Les caractéristiques secondaires sont la fracturabilité, la masticabilité et le caractère caoutchouteux.

Les caractéristiques géométriques peuvent être divisés en deux catégories majeures :

a) Celles liées à la taille et la forme des particules, tel que les caractères sablonneux et granuleux. Elles sont aperçues comme particules discrètes relativement plus dures que le milieu entourant ou porteur.

b) Celles liées à la forme et l'orientation des particules tels que les fibres et pâtes. Elles ont une structure hautement organisée, de différents arrangements géométriques à l'intérieur du produit.

Les autres caractéristiques sont celles liées à la perception de l'humidité et de la matière grasse.

a) L'humidité est évaluée non seulement par la quantité d'eau présente mais aussi par son taux de liaison.

b) La matière grasse est évaluée non seulement par la quantité présente mais aussi par le type et le taux de fusion.

Sherman (1969) a proposé une classification alternative pour les caractéristiques géométriques et rhéologiques définies par Szczesniak. D'après la proposition de Sherman les caractéristiques géométriques (forme, porosité, dimension des particules,...) définies par Szczesniak deviennent des caractéristiques primaires et les caractéristiques rhéologiques (viscosité, élasticité et adhésivité) deviennent des caractéristiques secondaires. Une catégorie tertiaire est constituée par tous les autres attributs.

D'ailleurs, Szczesniak (1975) a fait des remarques importantes sur la classification de Sherman, liés à l'évaluation sensorielle :

a) Cette classification n'a pas été suivie par un travail sur l'analyse sensorielle, qui rapporte le justificatif de l'échelle proposée

b) elle manque de corrélation entre l'évaluation sensorielle et la détermination instrumentale.

L'importance des travaux et définitions de la texture et des études psychorhéologiques sont bien reconnues. Plusieurs tentatives ont été faites pour donner des définitions précises pour les termes sensoriels et les spécifications détaillées des procédures de leurs analyses sensorielles (Jowitt, 1974 ; Civile et Liska, 1975).

Les définitions physiques et sensorielles des caractéristiques mécaniques (primaires et secondaires) ont été données en parallèle par Civile et Szczesniak (1973).

3. Analyse instrumentale

La texture concerne un des quatre facteurs de qualité des produits alimentaires (Bourne, 1982), les trois autres sont la flaveur, l'apparence et la nutrition.

La consistance des fromages est une propriété très importante. Elle affecte les aspects comme la qualité de coupe ; les propriétés fonctionnelles telles que la diminution de l'aptitude à la coupe, l'aptitude à la fusion lors du chauffage et la tartinabilité ; les propriétés de maniement tel que la rétention de la forme ; diminution de la fusion du caillé et la formation de la croûte ; et la formation de trous (Luyten et al., 1991a).

Szczesniak (1972) a indiqué que la texture est un spectre de paramètres et tous les instruments détectent seulement une partie de ce spectre, certains plus que les autres. Donc, les mesures rhéologiques et mécaniques, les mesures géométriques comme la taille et la distribution des particules (Izutsu et Wani, 1985) et le caractère rugueux, sont performants pour l'évaluation de la texture des aliments.

Les diverses composantes des propriétés physiques des aliments peuvent être évaluées directement par des mesures objectives ou par des analyses sensorielles. Cependant les mesures instrumentales sont préférables car elles sont plus faciles à étalonner et à reproduire ; en plus, elles demandent moins de gens qualifiés. Elles produisent des données rhéologiques absolues mais elles impliquent de comprendre les types de forces employées et l'efficacité obtenue (Green et al, 1986). En outre les mesures instrumentales permettent de connaître les caractéristiques structurales des aliments et de faire une corrélation avec certaines caractéristiques sensorielles.

Cependant, les propriétés texturales des aliments sont intrinsèquement liées à leur composition et donc, il faudrait qu'elles soient indépendantes des dimensions des échantillons. Pourtant, il y a un grand écart entre la géométrie des instruments et entre les conditions opérationnelles, la géométrie des échantillons qui sont déformés, la nature et le niveau de déformation et le taux de déformation.

Le comportement rhéologique des aliments a été discuté davantage au travers de paramètres arbitraires, déterminés avec les mesures instrumentales, en utilisant les équipements du type Brabender, Instron, Texturométre, etc..., plutôt qu'au travers de paramètres définis scientifiquement, comme l'élasticité et la viscosité (Shiinoki et Yano, 1986).

D'après Breene (1975), la texture est un groupe de propriétés qui ne peut être mesuré de façon satisfaisante sur un simple point. Tsuji (1982) a développé une méthode de multi-points pour mesurer les divers paramètres du Profil d'Analyse de Texture-TPA. Selon l'auteur, la méthode d'un simple point offre des renseignements insuffisants sur les propriétés texturales des aliments parce qu'il exprime seulement une facette de la texture.

Néanmoins, les mesures de TPA posent quelques problèmes tels que :

a) Les mesures instrumentales des aliments : Elles sont des propriétés physiques apparentes parce que les mesures changent lorsque les conditions expérimentales changent.

b) Le degré de compression de l'échantillon : Il est déterminé de façon arbitraire.

c) Certains paramètres de la texture changent visiblement quand le degré de compression est augmenté.

d) La géométrie (la forme et la taille) de l'instrument qui comprime l'aliment est arbitrairement choisie même si la géométrie peut avoir un effet dû à la forme de la courbe force-temps.

Depuis le travail pionnier de Szczesniak (1963), le Profil d'Analyse de Texture est très utilisé et la littérature scientifique contient de nombreuses publications sur leurs applications pour une grande variété d'aliments (Lee et al., 1978 ; Hayward et al., 1980 ; Yang et Taranto, 1982 ; Creamer et Olson, 1982). Les paramètres instrumentaux sont souvent rapportés en terme de propriétés sensorielles comme la dureté, masticabilité, élasticité. L'existence d'une corrélation entre les paramètres instrumentaux et sensoriels, pour certains aliments, ne permet pas une extrapolation ou interpolation pour des aliments non analysés,

essentiellement pour des aliments ayant des caractères texturaux différents (Peleg, 1983).

A condition qu'on puisse établir de bonnes relations avec l'analyse sensorielle, les mesures instrumentales des fromages ont des avantages. Elles sont plus faciles à exécuter, à étalonner, à reproduire.

Il semble logique d'attendre une très haute corrélation entre les mesures objectives et subjectives de la texture des aliments solides quand les vitesses de compression entre les mâchoires sont similaires aux vitesses du test de compression instrumentale (Voisey, 1975). Cependant, la sélection appropriée des conditions de mesure des aliments solides dans la bouche n'est pas aisée (Bourne, 1977). Des problèmes difficiles à maîtriser existent :

- La vitesse de compression des aliments solides dans la bouche varie largement.
- La vitesse du mouvement des mâchoires n'est pas linéaire.
- Les premières mastications des aliments sont fréquemment plus lentes que les mastications qui suivent.

L'importance de l'obtention d'un haut degré de corrélation entre la méthode instrumentale et l'évaluation sensorielle est évidente quand on peut remplacer complètement une méthode coûteuse (évaluation sensorielle) par une méthode conventionnelle (Gagula, 1971).

4. Analyse sensorielle

Basé sur la classification organisée des caractéristiques texturales (Szczesniak, 1963) et sur l'évolution des échelles standard (Szczesniak et al., 1963) le profil de la texture sensorielle a été développé (Brandt et al., 1963). Le profil de la texture sensorielle a été défini comme étant "l'analyse organoleptique de la texture complexe des aliments en terme de ses caractéristiques mécaniques, géométriques, du taux de matière grasse et humidité et le taux de la présence de chacun dans l'ordre où ils apparaissent lors de la première morsure jusqu'à mastication complète". Le procédé implique la caractérisation des notes, leurs intensités, la perception lors de la première morsure, la mastication et les phases résiduelles dans la bouche.

Les échelles standards ont été développées pour tous les paramètres mécaniques. Ces échelles incluent les variations d'intensité dans les aliments permettant l'extrapolation dans les régions d'intérêt spécifique.

L'évaluation des caractéristiques mécaniques de la texture peut être qualitative et quantitative. Ces paramètres sont évalués avec les échelles de classement stantard développé par Szczesniak (1963).

L'évaluation des caractéristiques géométriques de la texture est qualitative et semi-quantitative. Ces caractéristiques sont évaluées par rapport au type et aux quantités de matière grasse et humidité, présents dans les aliments, à un point spécifique, pendant la mastication. Les échelles d'intensité n'ont pas été développées pour les caractéristiques géométriques, comme elles ont été, au contraire, pour les caractéristiques mécaniques. Cependant, quand de grands discernements sont demandés, une échelle peut être établie pour une caractéristique spécifique (Civille et Szczesniak, 1973)

Les caractéristiques du contenu d'humidité et de matière grasse sont multidimensionnelles. On peut difficilement les introduire dans les échelles qui couvrent une distance entière, concernant ces caractéristiques dans les produits alimentaires. Le contenu en matière grasse peut être évalué non seulement par la concentration présente mais aussi en termes de temps de fusion, propriétés géométriques, couche en bouche, etc... En pratique, l'échelle doit être construite de manière spécifique pour le produit en question.

Tableau I.1
Technique pour l'évaluation sensorielle des caractéristiques mécaniques de la texture (D'après Civille et Szczesniak, 1973)

CARACTERISTIQUE	TECHNIQUE
Fermeté	Placer l'échantillon entre les molaires et mâcher régulièrement. Evaluer la force requise à comprimer l'aliment.
Cohésion	Placer l'échantillon entre les molaires et comprimer en évaluant la quantité de déformation avant la rupture.
Viscosité	Placer une cuillère avec l'échantillon directement devant la bouche et aspirer en buvant. Evaluer la force exigée pour aspirer le liquide à une vitesse constante.
Elasticité	Placer l'aliment entre les molaires (s'il est solide) ou entre la langue et le palais (s'il est semi-solide) et comprimer partiellement ; lâcher la force de compression et évaluer le degré et la vitesse de récupération de la compression.
Adhésion	Placer l'échantillon sur la langue, presser contre le palais et évaluer la force requise pour enlever l'aliment avec la langue.
Fracturabilité	Placer l'échantillon entre les molaires et mâcher régulièrement jusqu'à l'émiettement en évaluant la force avec laquelle l'aliment se détache des molaires
Masticabilité	Placer l'échantillon dans la bouche et effectuer une mastication par seconde et compter le nombre de mastications nécessaires pour réduire l'échantillon à un état prêt à être avalé.
Caractère caoutchouteux	Placer l'échantillon dans la bouche et manipuler avec la langue contre le palais et compter le nombre de manipulations nécessaires avant la désintégration de l'aliment.

5. Propriétés rhéologiques et texturales des fromages fondus

De nombreux travaux concernant les mesures des propriétés rhéologiques des fromages ont été réalisés. La technique la plus utilisée est celle de la compression uniaxiale de l'échantillon jusqu'à fracture.

Les propriétés rhéologiques et la fracture varient largement selon les types de fromage et elles peuvent changer visiblement pendant l'affinage. La consistance dépend de la composition, notamment du taux d'eau, de matière grasse et de sel ; Elle dépend aussi du pH, de la dégradation de la protéine et des facteurs de l'environnement comme la température (Walstra et Peleg, 1991).

Green et al., (1985) se sont intéressés aux relations psychophysiques dans l'évaluation de la texture. Ces auteurs ont montré que les jurys d'analyse sensorielle pouvaient distinguer des différences de texture à l'intérieur de deux variétés de fromages, mais que les mesures rhéologiques ne le pouvaient pas. Il a été suggéré que cela venait du fait que les mécanismes de fracture dans les systèmes étaient différents. L'observation des surfaces de fracture par microscopie électronique montre que la compression uniaxiale, opère la fracture les fromages autours des grains de caillé tandis que la mastication coupe à l'intérieur de la matrice. Dans ces cas l'état de la matière grasse est altérée ce qui suggèrent qu'elle joue un rôle déterminant pour la conduite de la fracture.

Stampanoni et Noble (1991a) ont utilisé huit fromages expérimentaux de type "fromage fondu" pour étudier les relations entre la composition (huile végétale, chlorure de sodium et acide lactique), et les propriétés rhéologiques ainsi que la texture perçue au niveau sensoriel. Les résultats ont montré que les paramètres de fermeté (instrumentale et sensorielle) ce sont augmenté avec l'augmentation des taux de sel et d'acide citrique, mais ont diminué lorsque le taux en matière grasse a augmenté. Dans une autre étude similaire, les auteurs (1991b) en utilisant douze fromages expérimentaux, ont étudié les attributs de texture tels que l'élasticité, la fermeté, la cohésion et l'adhérence. Ils ont observé que l'élasticité, la cohésion et l'adhérence diminuent avec les hauts taux en sel et en acide. Lorsque les concentrations en sel et en matière grasse, sont réduites, il en résulte un

produit plus élastique et moins cohésif ; la fermeté quant à elle, peut être davantage modifiée par des variations en acide lactique.

Marshall (1990a) a utilisé des fromages expérimentaux de type fromage fondu pour étudier les relations entre la composition, la structure microscopique et la texture au niveau sensoriel. Les analyses de régression multiple sur les facteurs de composition montrent que les propriétés rhéologiques obtenues par compression uniaxiale aux grandes déformations, et avec des vitesses de déformation modérées, sont mieux expliquées par des combinaisons linéaires de H_2O/ESD, protéines et matière grasse. L'auteur rapporte aussi que lorsque le rapport H_2O/ESD augmente, les paramètres rhéologiques tendent à diminuer.

D'ailleurs, d'après Marshall (1990a) la matière grasse ne contribue pas aux propriétés rhéologiques aux grandes déformations et aux vitesses de déformations relativement élevées. En fait, les mesures rhéologiques sont très dépendantes de la température qui affecte particulièrement l'état physique de la matière grasse. La matière grasse apparaît en faible quantité la où a lieu la fracture et lubrifie les surfaces.

L'humidité dans le réseau protéique agit comme un plastifiant abaissant les paramètres rhéologiques. La matière grasse a peu d'effet direct sur les caractéristiques rhéologiques dans ces conditions, mais aux petites déformations et aux vitesses de déformations faibles, celle-ci forme des inclusions élastiques qui contribuent aux propriétés rhéologiques. Ces résultats montrent que la contrainte maximale mesurée à des vitesses de déformation relativement élevées, donne des résultats meilleurs, que l'analyse sensorielle et décrit la fracture des fromages.

Gupta et Reuter (1993) ont étudié la fermeté de fromage fondu avec l'ajout de concentrés de protéine de lactosérum. Ces auteurs montrent que la fermeté du fromage fondu augmente considérablement lorsqu'une quantité croissante de concentrés de protéines de lactosérum et de citrate trisodique est ajoutée. Par ailleurs, la fermeté diminue avec l'augmentation de l'humidité sur une grande échelle. L'eau, par son effet plastifiant, confère au produit un caractère tartinable et une texture molle et lisse.

Fukui et al. (1971) ont utilisé le texturometre pour mesurer les propriétés physiques du fromage fondu fabriqué à partir du fromage

Cheddar. Ils montrent qu'une augmentation en eau dans le fromage diminue la fermeté rapidement, et de façon linéaire, tandis que l'adhésivité augmente et que la fermeté diminue légèrement avec l'augmentation du pH. Ces auteurs rapportent aussi, que lorsqu'on augmente le rapport fromage affiné/fromage jeune, la dureté décroît, mais la cohésion et l'élasticité augmentent linéairement.

Sone et al., (1970) ont utilisé le test de pénétration à cône pour le fromage fondu. Ils ont mesuré la profondeur de pénétration du cône à 30, 60 et 300 secondes et ont calculé les coefficients de corrélation entre la pénétration du cône et la dureté sensorielle. La dureté instrumentale a montré une étroite relation avec le test sensoriel quand on allonge les temps de pénétration : dans ce cas se produit une grande déformation. Les auteurs, concluent que les tests imitatifs et empiriques realisés dans conditions de déformations importantes sont appropriés, pour l'évaluation de la texture des aliments.

Les fromages fondus ont une distribution du temps de relaxation allant d'un temps long à un temps court : ce qui implique un affaiblissement de leur structure. Ainsi une dénaturation thermique des protéines rendra le fromage fondu moins cassant (Taneya, 1979).

Le taux de dépendance de la magnitude des propriétés mécaniques des aliments solides pose quelques problèmes d'interprétation des données sensorielles, car presque tous les aliments solides ont des comportements viscoélastiques.

Dans le cas du fromage, le comportement viscoélastique depend principalement des propriétés de la masse protéique. Le changement des facteurs de comportement de la masse protéique (tels que le pH, le taux de sel, le contenu en eau et la hydrolyse de la protéine) affecte visiblement le comportement viscoélastique (Luyten, 1988).

L'intérêt des mesures rhéologiques des fromages réside dans le fait de déterminer les qualités de corps et de texture de celles-ci. Les mesures rhéologiques sont aussi un moyen d'étudier leur structure en fonction de leurs compositions, des techniques de fabrications et des conditions de stockage.

D'ailleurs le test de compression présente quelques inconvénients :

- il est destructif
- il dépend de la forme et de la vitesse du mouvement appliqué
- les types de forces employés ne sont pas toujours bien définis
- les résultats dépendent d'un nombre de variables autres que le fromage : comme la température, la taille et la forme de l'échantillon.

III - METHODES NON DESTRUCTIVES ULTRASONORES POUR LA CARACTERISATION DU COMPORTEMENT DES ALIMENTS

1. Introduction

Le nom "ultrason" est donné aux vibrations ayant des fréquences plus hautes que celles pouvant être perçues par l'oreille humaine (> 20kHz).

Les méthodes d'essais non destructives utilisent les ultrasons de basse fréquence qui ne change pas les caractéristiques physiques du milieu dans lequel ils se propagent.

La technologie des ultrasons à été d'abord développée comme un moyen de détection des sous-marins lors de la première guerre mondiale (Kinsler et al. 1982).

C'est en 1930 que Herzfeld, propose que l'utilisation des ultrasons soit étendue aux études des substances solides, pour des particules en suspension et pour des mesures de la vitesse de propagation des ultrason dans les suspensions.

En 1969 les instruments de mesure de la vitesse ultrasonore font leur apparition dans les procédés chimiques à une échelle limitée. La majorité de ces appareils est employée pour des tests "en batch", tandis que quelques uns sont installés directement en lignes pour des suivis continus et des objectifs de contrôle.

Les recherches sur les effets des ultrasons à haute intensité ont culminé avec les ultrasons pour le nettoyage, pour réaliser des cellules de rupture ou de dislocation et pour les équipements d'émulsification qu'on trouve actuellement dans les laboratoires et aussi dans quelques usines. Ces applications de haute intensité sont caractérisées par des fréquences relativement basses, autour de 100 kHz, par des opérations en continu (distinctes des opérations pulsées) et par des niveaux de puissance au-dessus de $10kWm^{-2}$ (Povey et McClements, 1988).

Ces dernières années, plusieurs méthodes non destructives ont été développés pour évaluer de façon scientifique les propriétés des différents matériaux, ou des produits finis comme les aliments, tout en préservant leurs structures d'origine.

L'inspection ultrasonore injecte des vibrations de hautes fréquences (de 20kHz à plus de 100 MHz) dans les matériaux a tester. En traversant les matériaux les rayons ultrasonores sont sensibles à la densité et aux propriétés élastiques des ceux-ci. Les vibrations sont aussi atténuées en fonction des caractéristiques des matériaux. On constate que les ultrasons sont aussi sensibles aux propriétés visqueuses et de diffraction des matériaux (Samari, 1994). Ces phénomènes peuvent donc être utilisés pour détecter les imperfections et les hétérogénéités, des matériaux en mesurant la vitesse de propagation de l'impulsion et d'atténuation ultrasonore correspondante.

Les ondes ultrasonores produisent des vibrations complexes dans le milieu élastique et la transmission de ces ondes dépend essentiellement des vibrations des particules. Selon la théorie des ondes, tous les matériaux ayant propriétés élastiques peuvent supporter la propagation des ondes acoustiques. Si le mouvement de la particule est parallèle à la direction de propagation, l'onde est décrite comme longitudinale (Steele, 1974) ou onde de pression. Donc l'onde longitudinale est caractérisée comme ayant la direction de propagation parallèle à la direction de polarisation.

Dans les solides peuvent se propager aussi des ondes dites transversales ou de cisaillement. Ces ondes sont caractérisées par le fait que la direction de propagation est perpendiculaire à sa direction de polarisation.

Dans les corps solides, différents types d'ondes peuvent prendre naissance dont les propriétés dépendent en partie de la géométrie du solide : ondes de compression, de cisaillement, de torsion, quasi longitudinales de flexion, et de surface (Martin, 1992). Outre les ondes de volume, les ondes de surface peuvent aussi se propager dans diffèrents matériaux.

Dans les gaz et les liquides qui ne peuvent être soumis à des contraintes de cisaillement, seules les ondes de volume de compression longitudinales se propagent.

Par ailleurs les ultrasons qui se propagent dans n'importe quel milieu, conviennent bien pour déterminer les caractéristiques du milieu par la mesure de la vitesse de propagation de l'onde et de son atténuation.

La propagation des ondes peut être décrite comme une propagation de contraintes à l'intérieur de la matière. En mécanique théorique, on aborde ces questions au moyen de l'algèbre tensorielle, que nous ne développons pas ici. Nous ne ferons que présenter ci-dessous les relations finales pouvant être employées dans des situations simplifiées.

Les essais non destructifs de matériaux par ultrason sont caractérisées par l'utilisation des fréquences comprises entre 20kHz et 20 MHz, et à des niveaux de puissance faible ($\leq$ 100mW) ou à puissance élevée (Povey et McClements, 1988).

Pour les mesures en liquide pure ou solide, les applications sont relativement simples, mais sont difficiles pour les systèmes multiphases.

L'étude de la propagation des ultrasons dans les milieux macromoléculaires denses, comme les gels, est une technique rapide et non destructive d'investigation ; elle permet d'accéder à des grandeurs difficiles à déterminer par d'autres méthodes d'investigation comme la compressibilité ou la viscosité de volume (Emery, 1986).

D'après Beudon et al. (1994), l'énergie ainsi que l'amplitude, en fonction du temps, des ondes ultrasonores, dans un produit sur lequel on a engendré une vibration aux fréquences des ultrasons, en mode de vibration longitudinale, sont affectées de façon très importante, par la texture de ce produit.

L'utilisation de la technique ultrasonore en technologie alimentaire est similaire à celle rencontrée en médecine.

2. Considérations théoriques

2.1. Propagation des ondes

L'équation simplifiée de la propagation des ultrasons dans les milieux physiques est de la forme :

$$V = (C/\rho)^{1/2} \qquad \text{II.1}$$

où :

V est la vitesse de propagation des ultrasons

C est le constante élastique du milieu

ρ est la densité du milieu

Dans les solides isotropes les relations entre les constants élastiques et la vitesse de propagation des ondes ultrasonores longitudinales et de cisaillement, sont les suivants (Landau et Lifchitz, 1967) :

- Vitesse de l'onde longitudinale (c_l)

$$c_l = \sqrt{\frac{E(1-\sigma)}{\rho(1+\sigma)(1-2\sigma)}} \qquad \text{II.2}$$

- Vitesse de l'onde de cisaillement ou transversale (c_t)

$$ct = \sqrt{\frac{G}{2\rho(1+\sigma)}} \qquad \text{II.3}$$

où

E est le module d'Young

σ est le coefficient de Poisson

G est le module de cisaillemnt

ρ est la densité.

En général, dans les solides la vitesse des ondes longitudinales est plus grande que la vitesse des ondes transversales.

Dans un liquide, la vitesse des ultrasons est donnée par l'équation suivante :

$$V = (K/\rho)^{1/2} \qquad \text{II.4}$$

avec :

V est la vitesse de propagation des ultrasons

K est le module de compressibilité adiabatique du milieu

ρ est la densité du milieu

3. Mesure des paramètres ultrasonores

L'application de la technique de circuit électronique à pulse écho a permis le développement de l'equipement pour la mesure de la vitesse et de l'atténuation. (Pellan et Galt, 1946).

Le schéma de l'appareillage est donnée dans la figure I.1

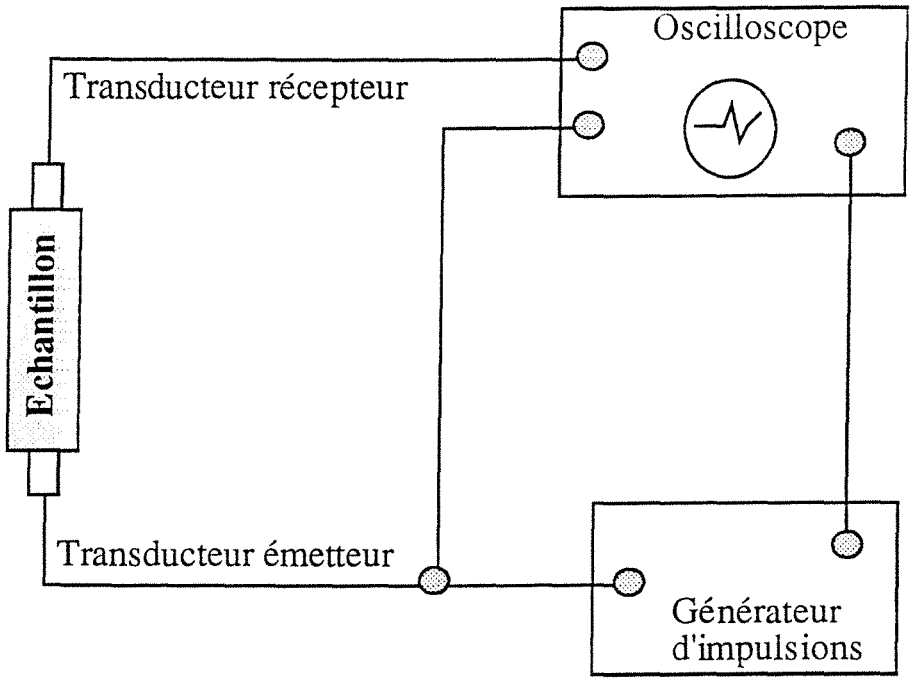


Figure I.1
Schéma du principe de mesure par ultrason

L'impulsion électronique est transmise par le générateur au transducteur émetteur. Celui transforme l'impulsion électronique en vibration mécanique et transfère celle-ci à l'échantillon. La vibration mécanique traverse l'échantillon et elle est ensuite récupérée par le récepteur. Le récepteur effectue l'opération inverse de celle de l'émetteur et transmet l'impulsion électrique à l'oscilloscope.

Les émetteurs et récepteurs ultrasoniques sont des transducteurs piézo-électriques (quartz, niobates de lithium, autres) qui transforment les signaux électriques de hautes fréquences en ondes mécaniques de même fréquence et inversement.

A partir du moment où les bases théoriques et les aspects expérimentaux de la mesure des paramètres (vitesse et atténuation) ont été précisées, plusieurs méthodes ont été développées.

- méthodes basées sur la mesure de la vitesse de propagation par transmission ou par écho.
- méthodes basées sur la mesure de l'atténuation en fonction de la fréquence.

3.1. Mesure de la vitesse

La méthode de la mesure de la vitesse de propagation des ultrasons a été le plus largement utilisée dans le domaine alimentaire.

Les résultats pour les mesures de la vitesse dans les aliments peuvent être obtenus à l'aide des équations suivant (Samari, 1994)

$$V = D/(T/2) \quad \text{pour pulse écho (résonance)} \qquad \text{II.5}$$

$$V = D/T \quad \text{pour la méthode à transmission} \qquad \text{II.6}$$

Avec :

V est la vitesse ultrasonore dans l'aliment

D est l'épaisseur d'échantillon

T est le temps de transit du signal mesuré par l'oscilloscope.

La vitesse peut être calculée simplement par les mesures du temps et de la distance parcourue. Elle est techniquement simple ; les données sont facilement interprétables et sa précision est plus grande que celle des mesures d'atténuation. Des appareils commerciaux sont, de plus disponibles.

La méthode est intéressante surtout parce qu'elle rend possible l'évaluation des changements des caractéristiques d'un matériau, selon plusieurs paramètres, tels que l'âge, la composition et le conditionnement.

Pour les mesures de la concentration en solides, la vitesse des ultrasons peut être mesurée avec une exactitude de ± 0,01% (± 0,15 m/s à 1,5 m/s). D'après Zacharias et Parnell (1972) une résolution de 0,001% est fréquente.

Aujourd'hui la mesure de la vitesse ultrasonore est déjà employée à une très large échelle et la liste des applications augmente sans cesse. Par exemple : le contrôle de la concentration en acide sulfurique, la détermination de la conversion de polystyrène, le contrôle de qualité de Nylon et les mesures des propriétés physiques et chimiques d'un grand nombre d'autres produits chimiques, etc... (Zacharias, 1970).

Encouragée par l'acceptation de la vitesse des ultrasons comme paramètre de contrôle dans les industries chimiques et pétrolières, les mesures de vitesse des ultrasons ont été utilisées sur les produits alimentaires pour démontrer qu'il existe une relation entre la vitesse et le contenu total solide dans les mélanges.

Connaissant cette relation, la qualité du produit alimentaire peut être suivie continuellement pendant la production, éliminant ainsi le temps d'utilisation des procédures d'évaporation qui sont normalement utilisés pour déterminer le pourcentage de solide.

Quand deux liquides, qui ne réagissent pas chimiquement entre eux sont mélangés et que leurs concentrations varient, la variation de la vitesse acoustique avec la concentration est linéaire (Steele, 1974).

3.2. Mesure d'atténuation

Pendant certaines étapes du processus de fabrication des aliments, la mesure de l'attenuation donne des meilleurs résultats que la mesure de la vitesse des ultrasons. Par exemple, à 0°C la dépendance de la vitesse ultrasonore avec le contenu solide/liquide de la viande est moins importante. En outre, la corrélation avec la formation de la glace, est plus difficile à réaliser. Dans ce cas, l'utilisation de la technique d'atténuation peut être un outil plus efficace.

Dans des produits alimentaires, la perte a lieu, soit parce que les particules alimentaires absorbent l'énergie ultrasonore, soit parce qu'elle diffracte le faisceau ultrasonore (Sarkar, 1983).

Les mesures d'atténuation sont plus difficiles d'interprétation, particulièrement en milieu hétérogène.

4. Utilisation des ondes ultrasonores dans les aliments

L'utilisation des ultrasons pour la technologie alimentaire représente une nouvelle aire d'applications, qui peut fournir à l'ingénieur une nouvelle source d'information sur les propriétés de matériaux qui sont fabriqués.

Les Tableaux I.2 et I.3 rendent compte de quelques unes de ces applications dans des produits alimentaires.

Tableau I.2
Applications des mesures de vitesse des ultrasons dans les aliments (d'après Javanaud, C. 1988).

Système	Propriétés	Référence
Bétail, porc et mouton	% graisse	Miles et al. (1984) ; Alliston et al. (1982) ; Bass et al. (1982)
Jus de fruit	% de chair ou sucre	Zacharias et Parnell (1972)
Café (dans l'eau)	% grain	Chouikhi et al. (1986)
Vin	% alcool et solide	Winder et al. (1970)
Lait	% mat. graisse et % solide	Kirking (1979)
Émulsions	% huile	Howe et al. (1986)
Huiles	% graisse solide	McClements et Povey (1987)
Yeast slurry	% solide	Feil et Zacharias (1971)
Glace	% Humidité	Steele (1964)
	Structure	Smith et Wittinger (1986)
Glace/mélange de l'eau dans la viande	% glace	Miles et Cutting (1974)
Fruits (divers)	Maturité	Hayes et Chignon (1982)
Oeufs (blanc et jaune)	Age	Mayer et al. (1959) ; Povey et al (1980)
Coquille d'oeuf	Épaisseur	Gould (1972) ; Voisey et al. (1976b)
Biscuits	Qualité croustillante	Povey et Harden (1981)
Fromage	Détection de fissure	Orlandini et Annibaldi (1983)
Fromage	Affinage	Maiorov et Ostroumov (1977)
Fromage	Défauts de structure	Orlandini et Annibaldi, (1983)
Lait	Coagulation	Bachman et al. (1978)

Tableau I.3
Applications des mesures d'atténuation des ultrasons dans les aliments (d'après Javanaud, C. 1988).

Système	Propriétés	Référence
Glace/mélange de l'eau dans la viande	% glace	Miles et Shore (1978)
Jus d'orange	Stabilité	Sarkar et Wolfe (1983)
Fruits (pommes et melon à côte rugueuse)	Maturité	Sarkar et Wolfe (1983)
Pommes de terre	Age	Sarkar et Wolfe (1983)
Oeufs blanc et jaune)	Age	Javanaud et al. (1984)

4.1. La viande

Miles et Fursey (1977), ont utilisé les ultrasons pour l'évaluation du contenu en matière grasse dans les carcasses de viande. Ils ont trouvé qu'à 37°C, il y a un rapport linéaire entre le contenu de la matière grasse et la vitesse ultrasonore, mesuré à 2,5 MHz.

Shore et Miles (1988) ont montré que l'atténuation dans un homogénat de muscle de carcasse bovine augmente en proportion du rapport entre la concentration protéine/tissu, et la concentration en protéine typique du muscle. La dépendance de la fréquence d'atténuation en homogénat de muscle n'est pas significativement différente de celle mesurée dans des fibres de muscle "post rigor" à 20°C. L'atténuation, en homogénat de muscle et dans des tissus intacts à un comportement similaire.

On peut aussi employer les ultrasons pour le contrôle de premier ordre, dans la phase de transition liquide-solide. Pendant la transition, la vitesse ultrasonore augmente considérablement et l'atténuation passe vers un maximum. Ce phénomène a été utilisé par Miles et Cutting (1974) pour suivre la congélation de la viande. La vitesse à travers la viande non congelée change légèrement (0,12%) avec des températures comprises entre 0-10°C, tandis qu'elle augmente brusquement et légèrement avec la

réduction de la température. Aux environs de -5°C, température où les aliments comme la viande sont généralement considérés comme étant réellement congelée, la vitesse des ultrasons augmente de près de 70%, par rapport à la valeur de la viande non congelée. À -20°C la vitesse est le double de la vitesse à 0°C.

Par analogie avec la viande, il est probable que le changement de la vitesse pourrait être utilisé pour la détermination de la cristallisation dans les graisses et huiles.

Park et al., (1994) se sont intéressés aux propriétés texturales de la viande et ont comparé les résultats obtenus à partir des méthodes ultrasonores et d'évaluation sensorielle afin de valider l'utilité des méthodes ultrasonores dans l'expression des paramètres texturaux.

Ces auteurs ont utilisé l'analyse spectrale d'ultrason avec des ondes longitudinales pour mesurer à partir des spectres, les paramètres suivants :

- tendreté totale (5MHz)
- tendreté des fibres des muscle (5MHz)
- caractère juteux (5MHz)
- Intensité de la saveur (1MHz) (Flavor)

Les auteurs ont trouvé de faibles corrélations entre les paramètres, probablement dûs à l'hétérogénéité des tissus biologiques qui peuvent retarder la propagation des ondes. La tendreté de la viande est un paramètre qui peut être lié à l'impédance acoustique des tissues. La différence de densité des tissus du muscle est exprimée aussi par l'impédance acoustique, car l'impédance est le produit entre la vitesse et la densité.

Panier (1957) a utilisé pour la première fois en France les ultrasons pour mesurer l'état d'engraissement des porcs sur pied. Les ultrasons offrent un avantage sur les méthodes traditionnelles puisqu'ils n'occasionnent aucune blessure au porc et sont encore plus précis que l'enfoncement d'une aiguille ou d'une réglette. En plus, les méthodes plus anciennes peuvent occasionner des déformations de la couenne ou de la surface musculaire sous-jacente à la graisse.

4.2. Le lait

Gunasekaran et Ay, (1994) ont comparé deux méthodes pour suivre la coagulation du lait de vache en trois températures différentes : La méthode de l'atténuation et celle de la vitesse de propagation, en utilisant une fréquence de 1MHz à différentes températures. La vitesse ultrasonore dans le lait addicioné de 90 ml de pressure et 15 ml de $CaCl_2$ a été aux environ de : 27°C = 1385m/s ; 32°C = 1415m/s et à 37°C = 1420m/s. Les auteurs ont conclu que la méthode de l'atténuation est plus performante, car l'atténuation diminue progressivement pendant la coagulation. Cela peut s'expliquer car la perte d'énergie est moins importante dans un milieu élastique. La diminution a été rapide pendant la phase initiale (phase enzymatique). D'ailleurs, les mesures de la vitesse présentent des résultats tout à fait différents car elle est dépendante de la densité du milieu. Pendant la coagulation la vitesse diminue d'abord et, ensuite augmente lentement, mais avec des fluctuations évidentes.

Les propriétés acoustiques du lait peuvent servir pour les mesures des solides non gras et de la matière grasse avec précision (Fitzgerald, et al., 1961). La vitesse ultrasonore augmente si la concentration des solides non gras augmente. Au-dessus d'une température caractéristique, la vitesse diminue si la concentration en matière grasse augmente. En dessous d'une température caractéristique, la vitesse augmente si la concentration en matière grasse augmente. Aux environs de cette température la vitesse dans le lait entier dépend seulement de la concentration des solides non gras et est indépendante de la concentration de la matière grasse. La pente de la courbe vitesse - température du lait entier dépend seulement de la concentration de la matière grasse et est indépendante de la concentration en solides non gras. Par conséquent à une température caractéristique (15°C), la vitesse des ultrasons peut être utilisée pour déterminer la concentration de solides non gras, et la pente pour déterminer la concentration en matière grasse.

Hustad et al., (1970), employant les techniques ultrasonores ont identifié la variation saisonnière de la composition du beurre en acides gras. Les études ont été poursuivies sur 126 échantillons de beurre pendant treize mois. Les résultats ont montré une fréquence totale d'une grandeur de 53 cycles par seconde (cps), environ. Avec des valeurs hautes pendant les mois d'été et de basse fréquence, pour les mois d'hiver. Ces

résultats sont prévisibles car la M.G.L.A. contient plus d'acide oléique pendant les mois d'été (Svensen et Ystgaard, 1966 ; Jensen, et al. 1962). De plus, plusieurs recherches ont montré que les rapports d'acide oléique sur palmitique et myristique et les rapports de stéarique sur palmitique et myristique sont beaucoup plus significatifs pendant les mois d'été, en opposition à ce que se passe pendant les mois d'hiver (Artamentova et Martynushkina, 1966 ; Jensen et al., 1962 ; Svensen et Ystgaard, 1966). La présence d'acides gras de chaîne longue et d'acides gras insaturés pendant l'été, peut expliquer l'augmentation des fréquences pour cette période.

Cette relation permettra l'utilisation des ultrasons pour l'identification des fraudes de la M.G.L.A. avec des autres graisses et huiles.

4.3. Le fromage

Lee et al., (1992) en utilisant la technique de transmission, ont étudié les propriétés rhéologiques de trois fromages ayant 45%, 50% et 55% d'extrait sec total. La densité des fromages, constante, a été respectivement $1,0*10^3$; $1,1*10^3$ et $1,4*10^3$ Kg/m^3.

Pour les calculs, les auteurs ont utilisé les équations suivantes, définies par Kono (1960, 1961).

- Module de conservation de cisaillement ou module élastique (G')

$$G' = \frac{\rho V_S^2 (1 - A_S^2 V_S^2 / \omega^2)}{(1 + A_S^2 V_S^2 / \omega^2)^2} \qquad \text{II.7}$$

- Module de perte ou module visqueux (G")

$$G'' = \frac{2\rho V_S^3 A_S^2 / \omega^2}{(1 + A_S^2 V_S^2 / \omega^2)^2} \qquad \text{II.8}$$

avec :

A_S est le coefficient d'atténuation de cisaillement (N_p/m)

V_S est la vitesse longitudinale

ρ est la densité (Kg/m3)

ω = $2\pi f$ (rad/s)

f est la fréquence (1/s)

G' est le module élastique (N/m^2)

G" est le module visqueux (N/m^2)

Les résultats obtenues par Lee et al., (1992) suggèrent qu'il y a une dépendance linéaire entre la vitesse des ultrasons et la fréquence des ultrasons.

Les figures I.2 et I.3 (Lee et al., 1992) montrent la dépendance du module élastique (G') et du module visqueux (G") - fréquence ultrasonore. Les propriétés rhéologiques des fromages augmentent avec l'augmentation des fréquences ultrasonores. De la même façon, les modules élastiques et visqueux des fromages, augmentent avec l'augmentation de l'extrait sec total.

Les figures I.4 et I.5 (Lee et al., 1992) montrent les résultats obtenus avec un viscosimètre à plaque parallèles à 5% de déformation. Les résultats montrent une variation presque proportionnelle pour les différents taux d'extrait sec (% Cheese) pour G' et G".

La dépendance de G' et G" avec les fréquences ultrasonores sont qualitativement comparables aux résultats obtenus avec le rhéomètre traditionnel. De plus, les deux équipements de mesures indiquent un bon accord qualitatif.

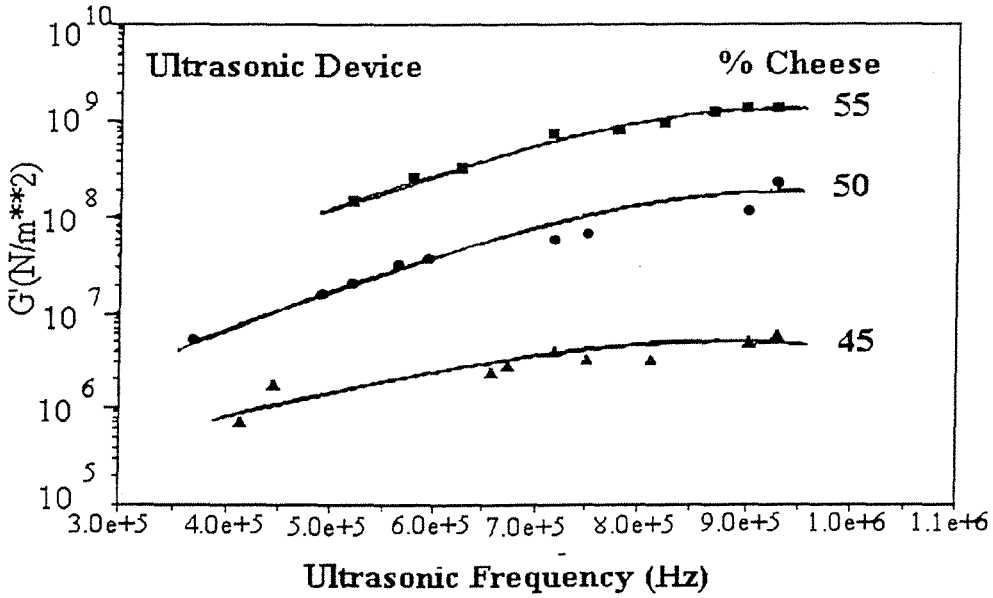


Figure I.2. Spectre de fréquence du module élastique (G') des fromages, utilisant un équipement d'ultrason (D'après Lee et al., 1992)

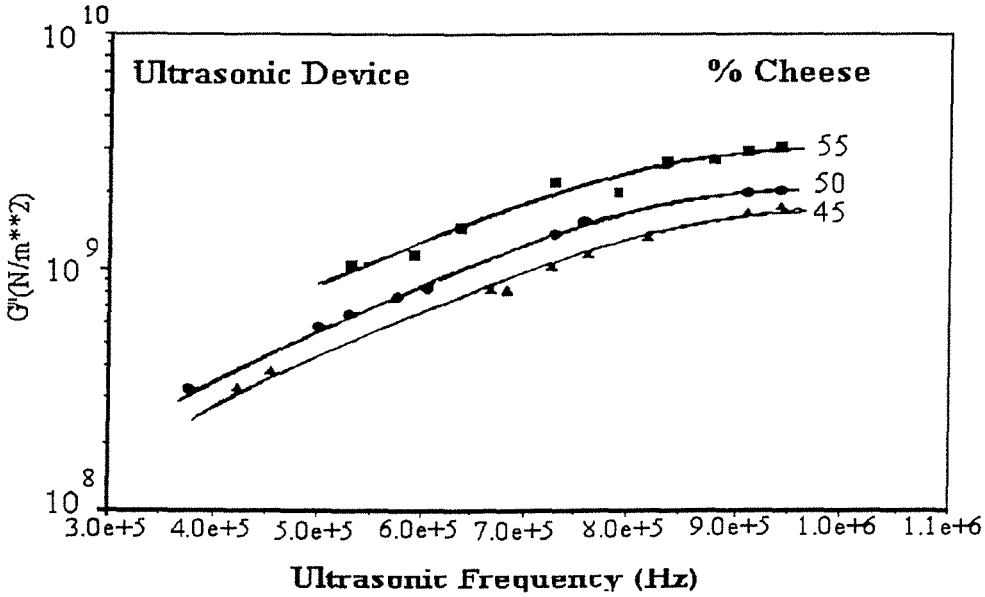


Figure I.3. Spectre de fréquence du module visqueux (G") des fromages, utilisant un équipement d'ultrason (D'après Lee et al., 1992)

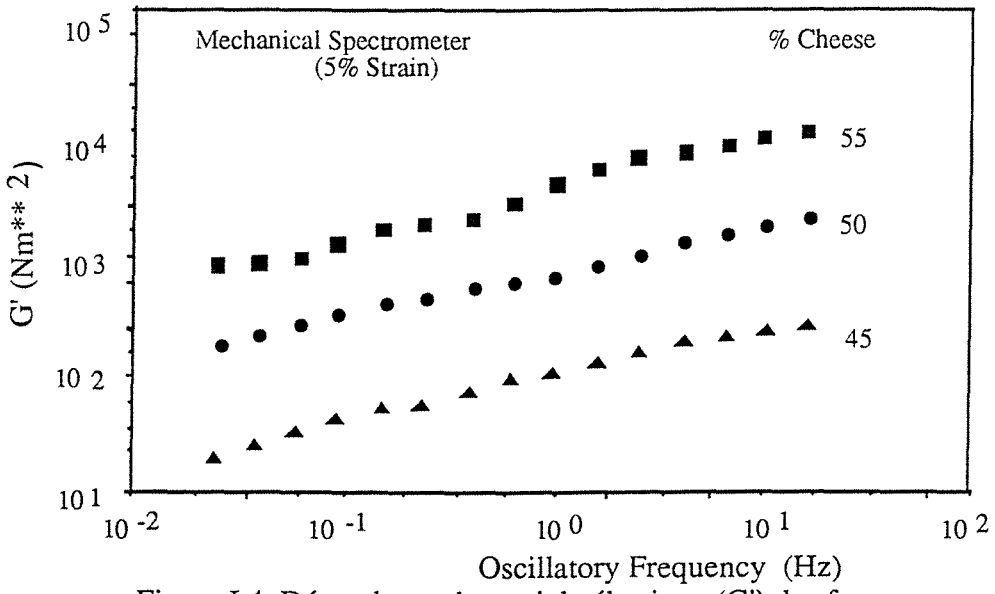


Figure I.4. Dépendance du module élastique (G') des fromages, utilisant un viscosimètre à plaque parallèles à 5% de déformation (D'après Lee et al., 1992)

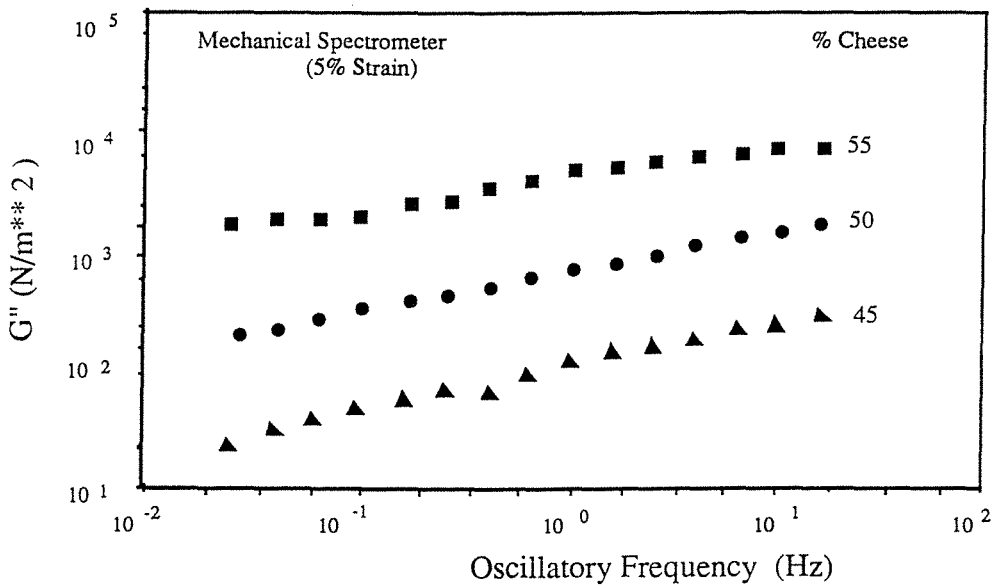


Figure I.5. Dépendance du module visqueux (G") des fromages, utilisant un viscosimètre à plaque parallèles à 5% de déformation (D'après Lee et al., 1992)

Ces auteurs montrent également l'évolution de la vitesse d'ondes ultrasonores dans des fromages et pâtes de boulangers, en fonction de la fréquence. C'est ainsi qui pour les fromages on peut tirer de leurs travaux la figure ci-dessous.

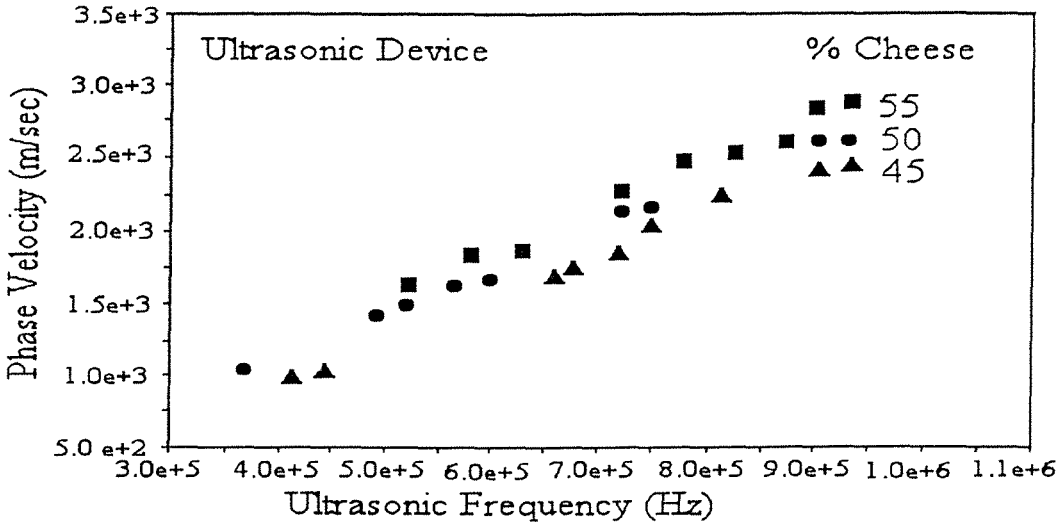


Figure I.6 Vitesse ultrasonore dans des fromages en fonction de la fréquence (D'après Lee et al., 1992)

Maiorov et Ostroumov (1977) ont développé une méthode ultrasonore (brevet) pour suivre l'affinage du fromage basée sur la configuration du graphique obtenu en utilisant des fréquences allant de 18-22 kHz et puissance de 2-8 W. D'ailleurs les auteurs ne présentent pas des résultats des mesures de la vitesse.

4.4. Autres produits

Steele (1974), utilisant un oscilloscope à 2MHz de fréquence, a mesuré la distance entre chaque pulse pour déterminer la concentration en eau des échantillons de crème glacé ayant entre 70-80% d'humidité. L'auteur a trouvé une relation linéaire entre la distance du pulse et l'humidité avec une fiabilité de ± 1% pour les mesures.

Pour prouver qu'il existe un rapport entre la vitesse ultrasone et le contenu total en solides dans des produits alimentaires, Zacharias et

Parnell (1972) ont réalisé des mesures de la vitesse à 25°C et fréquence de 3,5 MHz, sur 39 produits alimentaires d'origine végétale. Tableau I.4

Tableau I.4
Vitesse ultrasonore de divers produits alimentaires (d'après Zacharias et Parnell, 1972)

Produits	Vitesse ultrasonore (m/s)	
	Non dilué	Addition de 10% d'eau
Pruneau jus A	1575,1	1566,9
Pruneau jus B	1576,0	1567,4
Pruneau jus C	1573,7	1565,5
Tomate jus A	1526,4	1523,5
Tomate jus B	1530,9	1527,5
Tomate jus C	1526,3	1523,3
Mélange jus végétal	1528,9	1526,8
Jus pamplemousse	1531,0	1527,8
Jus d'orange	1538,7	1534,2
Jus d'ananas	1552,0	1546,6
Nectar de pomme	1552,0	1546,4
Nectar de pomme-poire	1549,7	1543,9
Nectar de banana-pomme	1548,8	1543,2
Jus de pomme	1543,7	1539,2
Mélange de jus A	1550,0	1544,2
Mélange de jus B	1549,5	1543,9
Jus de canneberge	1549,5	1543,9
Jus de citron	1523,5	1520,8
Jus d'abricot	1550,0	1544,8
Jus d'orange (grand volume)	1541,2	1536,6
Jus d'orange (grand volume) + 10% canne à sucre	1570,2	-
Jus de raisin	1563,0	1556,0
Sirop de chocolat	1900,0	1841,5
Sirop d'érable	1854,6	1802,0
Sirop de maïs (légère)	1957,0	1884,8
Sirop de maïs (noir)	1953,0	1879,7
Ketchup tomate A	1688,0	1668,5
Ketchup tomate B	1666,5	1650,0
Moutarde	1570,7	1564,1
Compote de pomme	1583,8	1570,6
Vinaigre(eau distillé)	1514,3	1512,8
Vinaigre de pomme cidre	1520,6	1518,6
Sauternes	1575,1	-
Xérès sec	1612,1	-
Eau distillée	1496,7	-
Huile d'olive	1447,6	-
Huile de maïs	1451,1	-
Huile d'arachide	1449,9	-
Huile végétale	1449,7	-

Les essais ont été également réalisés avec l'ultrason (fréquence = 3,5 MHz) pour déterminer la consistance du "yeast slurry" et le contenu de matière grasse dans des margarines (Feil et Zacharias, 1971).

Le tableau I.5 montre des corrélations entre la texture déterminée par les ondes ultrasonores longitudinales et le test obtenu par l'INSTRON, d'après Beudon et al., 1994. Les auteurs ne précisent pas quels ont été les produits utilisés pour cette analyse.

Tableau I.5
Coefficients de corrélation entre paramètres
(d'après Beudon et al., 1994)

	ND	ATT	DUR	COHE	COLL	ELST	MAST	PRG	G/S	MG
ND	1	0,93	0,74	0,85	0,94	0,74	0,95	0,71	–	–
ATT	0,93	1	0,70	–	–	–	0,97	–	–	–
DUR	0,74	0,70	1	–	–	–	–	0,76	–	–
COHE	0,85	–	–	1	–	–	–	–	–	–
COLL	0,94	–	–	–	1	–	–	–	–	–
ELST	0,74	–	–	–	–	1	–	–	–	–
MAST	0,95	0,97	–	–	–	–	1	–	–	–
PRG	0,71	–	0,76	–	–	–	–	1	0,25	0,65
G/S	–	–	–	–	–	–	–	0,25	1	–
MG	–	–	–	–	–	–	–	0,65	–	–

Test ISOTKON = test double cycle en compression uniaxiale à vitesse constante.

ND = Note Dosage (Humaine, visuelle) Note de texture
ATT = Atténuation des Ultrasons
DUR = Dureté INSTRON
COHE = Cohésion INSTRON
COLL = Collant INSTRON
ELST = Elasticité INSTRON
MAST = Masticabilité INSTRON
PRG = Test pénétration
G/S = Gras/sec
MG = Matière grasse

D'ailleurs, les auteurs ont élaboré un modèle linéaire de type $Y = Ax + B$ de la dureté en fonction de l'atténuation correspondant à

divers produits. Les valeurs expérimentales sont : A = 2,85 et B = -1,10, avec R^2 = 0,94. La figure I.7 montre ces valeurs expérimentales.

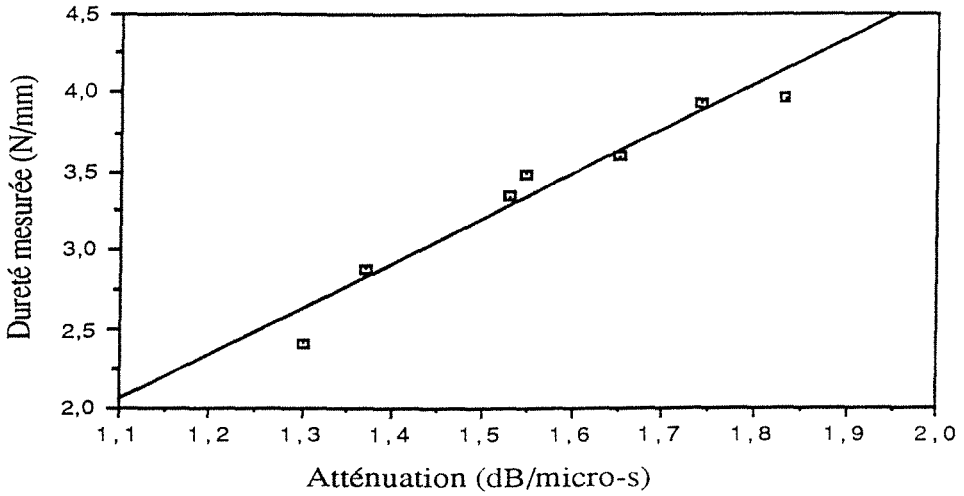


Figure I.7
Droite de la dureté modélisée en fonction de l'atténuation (d'après Beudon et al., 1994).

Martin (1992), en utilisant les fréquences comprises entre 500-1000kHz a mesuré la vitesse des ultrasons en différentes essences de bois, suivant le sens longitudinal et transversal. Le tableau ci-dessous montre les résultats.

Tableau I.6
Vitesse ultrasonore pour différents essences suivant les sens longitudinal (//) et transversal (⊥). (D'après Martin, 1992)

Essence	Vitesse ultrasonore (m/s)	
	Fibres (//)	Fibres (⊥)
sapin-épicéa	4790	1072
pin	4760	932
sapin	4890	1033
érable	3826	1194
hêtre	4638	1420
chêne	4304	1193
tilleul	3700	680

IV - COLORIMETRIE

1. Colorimétrie - Généralités

Les principes de base du phénomène visuel de la couleur repose sur les notions de fonctions psychophysiologiques et d'origine physique.

Pour interprétation psychophysiologiques de la perception visuelle, c'est le couple oeil-cerveau qui joue ce rôle. Les phénomènes physiques sont fondés sur la source lumineuse et l'objet (réflectance de la lumière par l'objet).

Pour définir une couleur et la quantifier, nous avons besoin d'associer ces quatre réalités (oeil-cerveau et source lumineuse-objet).

La perception de la couleur est réalisée sur la rétine de l'oeil et le cerveau interprète cette couleur.

1.1. Mécanismes de la vision des couleurs

Nous allons rappeler brièvement les éléments qui conduisent à la compréhension de la mesure de couleur.

L'oeil : C'est un capteur hautement spécialisé où la rétine est un organe qui comporte deux types principaux de cellules : les bâtonnets, sensibles à des différence d'intensité lumineuse et les cônes dont le fonctionnement est plus complexe et comportant trois types de sensibilité qui se situent à des longueurs d'ondes différent (dans le bleu λ= 447 nm, le jaune-vert λ = 547 nm et le rouge λ = 577 nm).

La sensibilité de ses trois centres d'excitation a été étudiée par la C.I.E (Commission Internationale de l'Eclairage) en 1931 à partir de l'observation de nombreux individus (observateurs de référence) et normalisée sous la forme de courbes de sensibilité en fonction de la longueur d'onde de l'observateur standard pour les angles de vision de (2°) et (10°) : z (λ) dans le bleu, y (λ) dans le jaune-vert, x (λ) dans le

rouge. Le schéma ci-dessous (figure I.8) représente le fonctionnement des échanges oeil-cerveau.

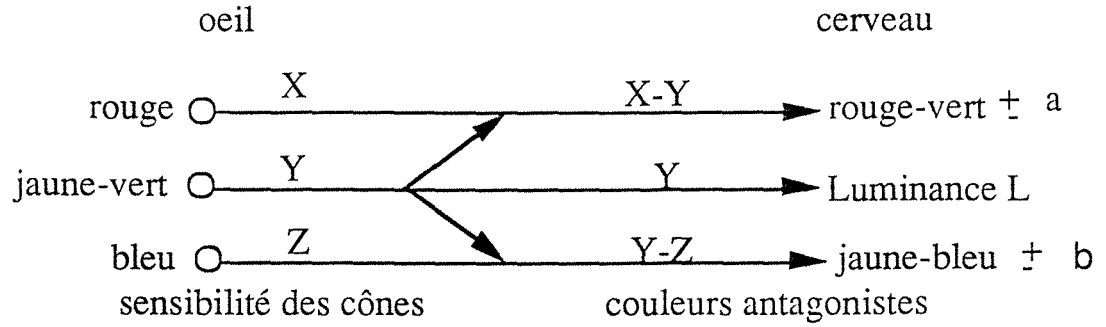


Figure I.8
Schéma de fonctionnement oeil-cerveau
(Janin, 1987)

La configuration y (λ) correspond exactement à la courbe de sensibilité de l'oeil humain (vers λ = 550 nm). Elle servira de base de comparaison avec les intensités lumineuses perçues dans le bleu et le rouge et tout au long du spectre visible (400 à 700 nm).

L'oeil travaille aussi comme un réducteur de données à partir de toutes les informations reçues dans le spectre visible, ce qui permet de recomposer entre les sensations des cônes à dominance rouge, bleu et jaune-vert qui sont les stimuli de base de la vision colorée et de les comparer entre elles. Il y a ainsi une interdépendance des différents domaines des couleurs rouge, jaune-vert et bleu dans les messages transmis au cerveau (paires de couleurs opposées) et qui permettront de repérer les couleurs.

Conformément à la sensibilité "d'observateur standard de référence", on enregistre et on évalue les parties réfléchies et transmises de la lumière. Les sommes des valeurs pour les excitations bleue, verte-jaune et rouge sont appelées coordonnées chromatiques normalisées ou tristimulaires X, Y et Z.

Le *cerveau* : il traduit les informations reçues qui en retour donnent la sensation colorée. La couleur n'est donc pas une propriété physique. Elle résulte d'une activité cérébrale.

Les *sources lumineuses* ou *illuminants* : peuvent conduire à l'obtention d'illuminants divers de réparation spectrales de différentes énergies. Ils sont caractérisés par l'énergie émise en fonction de la longueur d'onde il existe autant d'illuminants que de répartition de l'énergie spectrale pour chaque illuminant. Nous donnons ici, des exemples de trois illuminants (Figure I.9).

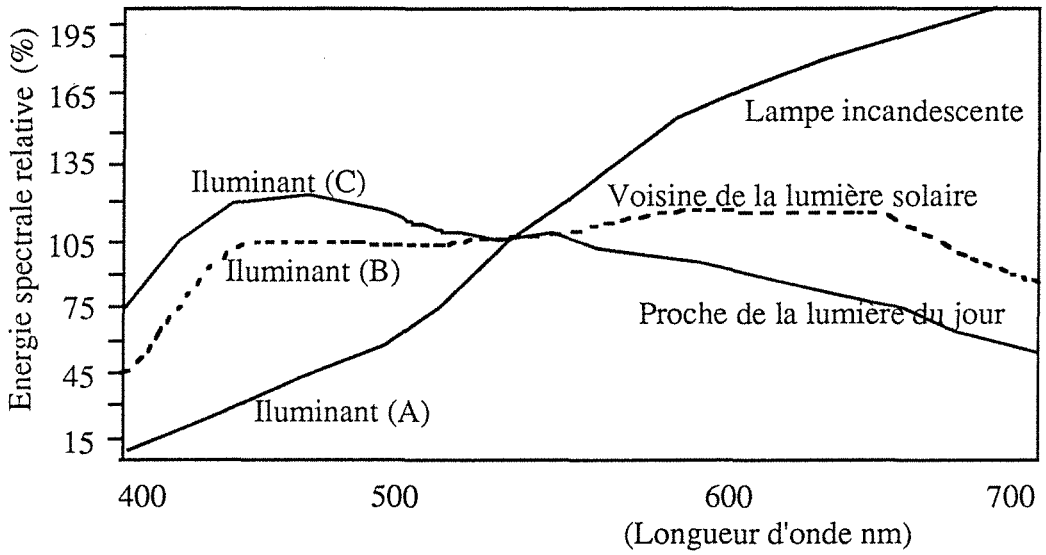


Figure I.9
Répartition spectrale des illuminants C.I.E (A,B,C)

Un illuminant est caractérisé par une courbe spectrale dont la répartition relative d'énergie est définie dans le domaine des longueurs d'ondes capable d'influencer la vision de la couleur des objets.

Les illuminants normalisés sont :

- Illuminant A - lumière artificielle
- Illuminant B - lumière directe du soleil
- Illuminant C - lumière moyenne du jour
- Illuminant D - lumière du jour

Le flux lumineux mesuré par photométrie et émis par ces sources va être plus ou moins important dans les domaines du bleu, jaune-vert et rouge, il dépend de l'efficacité lumineuse de l'oeil de chaque individu.

Les *objets* : la nature physique et la composition chimique de l'objet est responsable de la transmission, de la réflexion et de l'absorption des

flux lumineux venant des différents sources. Dans le cas d'objets réfléchissants, la réflectance de chaque objet est caractérisée par la courbe de réflectance qui permet aussi de calculer le flux réfléchi. La Figure I.10 montre un exemple de spéctre de réflectance de biscuit.

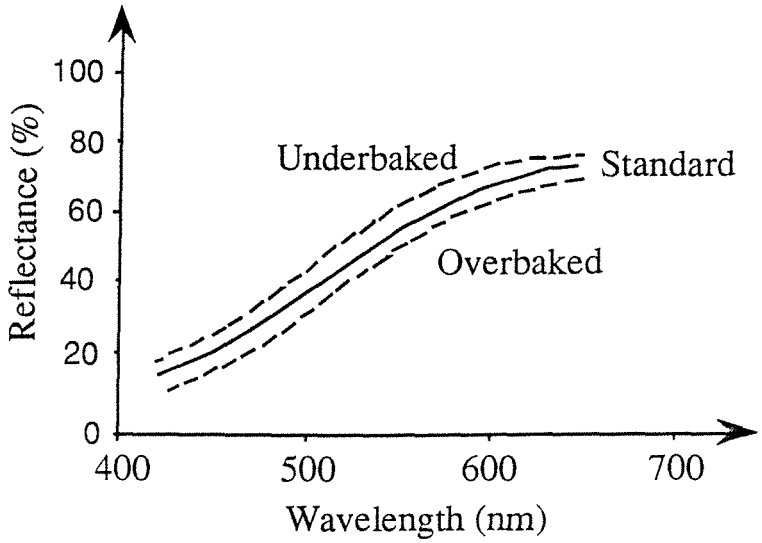


Figure I.10
Spéctre de réflectance des biscuits. D'après Steele et McFarlane (1981)

2. Définition d'un espace chromatique (valeurs X, Y et Z)

Lorsque, l'on détermine un spectre de réflectance en fontion de la longueur d'onde et quand on dispose pour la mesure d'un objet des valeurs : $R(\lambda)$: réflectance de l'objet; $E(\lambda)$: énergie lumineuse de l'illuminant; $x(\lambda)$, $y(\lambda)$, $z(\lambda)$: courbes de l'observateur standard; $y(\lambda)$: courbe d'efficacité lumineuse de l'oeil humain, on peut alors déterminer la luminosité de l'objet parfaitement réfléchissant sous l'illuminant E soit : $\int E(\lambda), y(\lambda), d(\lambda)$.

La couleur d'un objet peut être défini pour les valeurs tristimulaires que sont des coefficients spécifiques à appliquer à l'objet mesuré sous l'illuminant considéré. A l'aide de ces trois nombres, on peut obtenir dans le système C.I.E (Hunter, 1975 ; Kowaliski, 1978) : la clarté (Y) et les coordonnées chromatiques ($x = X / X + Y + Z$; $y = Y / X + Y + Z$;

z = 1 - (x +y)) ; la longueur d'onde dominante : λD sur le diagramme C.I.E. 1931 et la pureté de la teinte en %. La longueur d'onde dominante est la longueur d'onde de la radiation qui mélangée avec une quantité appropriée de blanc de référence permet d'obtenir la couleur mesurée. La pureté d'excitation mesure la quantité de blanc à ajouter. Ce diagramme permet une visualisation du point de couleur des coordonnées x + y, et est en rapport avec la psycho-sensibilté pour la définition des sources lumineuses. La notion de longueur d'onde dominante est utile par la définition des colorants.

En associant les courbes de sensibilité de l'observateur standard C.I.E. (2°) et (10°), la courbe de réflectance de l'objet et la courbe caractéristique de l'illuminant utilisé, nous pouvons calculer les composantes trichromatiques (X, Y, Z).

A partir des trois valeurs tristimulaires (composantes trichromatiques), d'autres systèmes de représentations des couleurs ont été crées, parmi lesquels on cite, le système CIELAB 1976, recommandé par la C. I. E. et qui est le plus utilisé pour le repérage des couleurs et leur quantification parce que le système CIELAB 1976, permet de fournir un espace de la couleur plus uniforme.

Les différences de couleur entre les objets peuvent être exprimées par des distances géométriques régulières entre les points repérés dans les trois axes rectangulaires : L*, a*, et b*.

Dans ce système , les paramètres peuvent être définis comme ci dessus :

L*, est la luminance ou la clarté qui varie de 0 (pour le noir absolu) à 100 (pour le blanc absolu).

Le paramètre **a***, positionne la couleur de l'objet sur l'axe vert-rouge. Si a* est négative, l'objet réfléchit dans le vert et le jaune-vert, dans le cas contraire (a* positif), l'objet réfléchi dans l'orange et le rouge.

Le paramètre **b***, décrit la couleur de l'objet sur l'axe jaune-bleu. Si b* est supérieur à zéro (b* +), cela signifie que la couleur se rapproche du jaune. Une valeur de **b*** inférieure à zéro (b* -), indique que la couleur se rapproche du bleu.

Le paramètre **c***, donne la valeur de la saturation de la couleur. Dans le cas où c* est nul, il indique une couleur qui se trouve sur l'axe Y et qui est décrit à l'aide de la seule valeur de L*, elle s'appellera couleur "gris". Une valeur de c* très élevée, exprime une couleur fortement saturée.

Le paramètre **h***, désigne l'angle de teinte. On relie des points de couleur dans l'espace CIELAB (1976) avec l'origine du système de coordonnées. L'angle constitué par cette droit et par l'axe a* est appelé h*.

Les relations entre les quantités L*, a*, b* et les valeurs tristimulaires X, Y, Z sont : la clarté d'un objet est donné par, $L^* = 116 (Y/Yn)^{1/3} - 16$; la coordonnée sur l'axe bleu-jaune, $a^* = (\pm) 500\{(X/Xn)^{1/3} - (Y/Yn)^{1/3}\}$; la coordonnée sur l'axe bleu-jaune, $b^* = (\pm) 200 \{(Y/Yn)^{1/3} - (Z/Zn)^{1/3}\}$; la chromaticité ou distance du point de la couleur à l'axe des clartés, $c^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$; l'angle de teint repère sur la cercle chromatique, $h^* = \arctan (b^*/a^*)$. Où Xn, Yn, Zn sont les valeurs tristimulaires de référence du blanc pour l'illuminant utilisé.

3. Mesure de la couleur

Les méthodes destinées à la mesure de la couleur peuvent être comparatives et quantitatives.

La méthode comparative a presque toujours comme base un atlas de couleur: Munsell, O.S.A., N.C.S., etc. En prenant comme exemple l'atlas Munsell (1972), il apport en comparaison la teinte, la saturation et la clarté permettant de définir un couleur. Cette méthode comparative est insuffisante lorsque les échantillons présentent des écarts colorimétriques voisins. Davis et Beals (1977), étudiant la couleur du bois de "Liquidambar", il a montré l'inefficacité de cette méthode. Les bois ne couvrent donc qu'un domaine très limité de l'atlas de référence des couleurs et il est difficile de comparer visuellement un étalon de couleur homogène et un échantillon de bois à l'aspect toujours très hétérogène.

La colorimétrie quantitative est une méthode objective, plus efficace pour la mesure de la couleur. Les techniques instrumentales quantitatives actuellement en vigueur simulent la vision humaine en prenant en compte

les mécanismes physiologiques de la perception visuelle. Ils sont tous basés sur les mêmes principes :

- standardisation de l'éclairage
- standardisation de l'objet
- mesure de l'intensité lumineuse réflechi
- analyse de la réflectance
- interpretation des luminances transmises (réflectances) pour chaque longueur d'onde en termes de composants lumineuses dans un espace chromatique tridimensionnel X. Y. Z ; L, a, b.

Cette couleur mesurée est définie par l'indication de l'illuminant de l'observateur standard, de la géométrie du dispositif de mesure et du tristimulus X, Y, Z.

V - LES PLANS D'EXPERIENCES

1. Définition. Généralités.

Le Petit Robert définit le mot "expérience" comme suit : "Élargissement ou enrichissement de la connaissance, du savoir, des aptitudes. Le fait de provoquer une observation dans l'intention d'étudier un phénomène, de contrôler ou de suggérer une idée, une hypothèse.

Une expérience est une intervention volontaire dans un système en fonction pour observer ou mesurer les effets de cette intervention. Dans "plan d'expériences", le mot plan est pris dans le sens de travail détaillé, de planning.

Les plans d'expériences constituent un outil de portée universelle. Quel que soit le secteur d'activité et quel que soit l'industriel, ce dernier est toujours amené à procéder à des essais.

La connaissance et le savoir faire dans l'entreprise sont les méthodes les plus utilisées. Mais elles peuvent se révéler insuffisantes, dans un monde de compétition croissante. L'utilisation d'une méthodologie appropriée aux problèmes d'optimisation est alors une aide déterminante.

Le plan d'expériences est, à l'heure actuelle, un moyen très utilisé pour développer la connaissance, mettre au point un procédé ou la formulation d'un produit précis.

Les plans d'expériences sont des constructions permettant d'analyser simultanément l'effet de plusieurs facteurs avec une bonne connaissance des avantages attendus et des risques encourus.

2. Introduction

Contrairement à la notion traditionnellement admise, la meilleure précision sur les résultats est obtenue lorsque tous les facteurs varient

dans chaque expérience. Ce qui nous l'intéresse, c'est de maîtriser simultanément un ensemble de caractéristiques.

Comme dans toute démarche scientifique, il est nécessaire de réaliser un certain nombre d'expériences, afin de découvrir des corrélations entre les variables prédictrices et le critère à prédire.

Dans toute expérimentation, un certain nombre de conditions est à respecter, si on veut obtenir, en un minimum d'expériences, le plus grand nombre possible d'informations valables, et dans le cas d'une amélioration de procédés, si on veut atteindre le plus rapidement possible les zones d'optima (Larpent-Gourgaud et Sanglier, 1992). Les conditions sont les suivants :

- Détermination des buts de l'essai
- Efficacité de l'expérimentation et réponses non faussées
- Détermination de la signification des résultats
- Confirmation.

La méthode des Plans d'Expériences permet de faire varier les niveaux de tous les facteurs à la fois, à chaque expérience, mais de façon programmée et raisonnée. Le fait de faire varier tous les facteurs à la fois n'est pas un inconvénient, mais au contraire offre de nombreux avantages parmi lesquels :

- diminution du nombre d'essais
- possibilité d'étudier un très grand nombre de facteurs
- détection des éventuelles interactions entre facteurs
- détection des optimaux
- meilleure précision sur les résultats
- détermination des résultats avec une bonne précision.

Seuls des plans, pour l'étude simultanée de plusieurs réponses, permettent d'obtenir des réponses exactes et d'atteindre certaines zones optimales. Seul l'examen simultané de plusieurs facteurs peut permettre la mise en évidence des interactions entre ces facteurs. Dans le cas où existe une interaction, il y a un facteur de multiplicité entre les facteurs expérimentaux (Larpent-Gourgaud et Sanglier, 1992).

Les plans d'expériences permettent l'étude de nombreux facteurs tout en maintenant le nombre des essais à des hauteurs raisonnables, c'est pourquoi une de leurs applications principales est la recherche des facteurs influents.

La recherche des facteurs influents consiste :

- à fixer deux valeurs seulement pour chaque facteur. Ces valeurs seront appelées niveaux.
- à étudier le plus grand nombre possible de facteurs, même ceux, qui semblent a priori ne jouer qu'un faible rôle.

Un facteur est une variable expérimentale, ou un état, qui agit sur le système étudié.

La réponse du système est la grandeur que l'on mesure pour connaître l'effet des facteurs sur le système. La réponse peut être de type quantitatif ou qualitatif.

Un facteur influent est un facteur qui, lorsqu'il est modifié, modifie la réponse du système.

3. Méthodologie de construction des plans d'expériences

3.1. Les plans factoriels complets à 2 niveau : 2^k

L'étude d'un plan complet consiste à étudier toutes les combinaisons possibles des facteurs pris en considération dans l'expérience.

Les plans factoriels à deux niveaux sont les plus simples, mais ils sont très utiles, car ils ont de nombreuses applications, soit sous forme de plans complets, soit sous forme de plans fractionnaires.

Le nombre d'expériences nécessaires pour l'ensemble des combinaisons est assez facile à calculer.

Par exemple :

1 - Pour 3 facteurs à 2 niveaux, le plan complet comporte $2 * 2 * 2 = 2^3 = 8$ expériences.

2 - Pour 2 facteurs à 4 niveaux, le plan complet comporte $4 * 4 = 4^2 = 16$ expériences.

Dans les plans factoriels à deux niveaux, deux niveaux codés -1 (niveau bas) et +1 (niveau haut) sont étudiés. Ce codage permet une simplification des évaluations et une comparaison normée.

Le fait d'attribuer la valeur -1 au niveau bas du facteur et +1 au niveau haut revient à réaliser un changement d'unité de mesure et un changement d'origine, qui permettent de traiter tous les facteurs de la même manière. Les variables sont alors dites réduites on codées.

Exemple de construction avec k=3

La matrice des essais comporte k colonnes et 2^k lignes.

- colonne du 1^{er} facteur : alternance de -1 et +1,
- colonne du 2^e facteur : alternance de -1 et +1 de 2 en 2,
- colonne du 3^e facteur : alternance de -1 et +1 de 4 en 4
- colonne du 4^e facteur : alternance de -1 et +1 de 8 en 8

La colonne "interaction" s'obtient en multipliant ligne à ligne les colonnes des deux facteurs. Exemple : facteur 1 et facteur 2 = interaction 1.2.

Pour chaque facteur il y a autant de signe -1 que de signe +1.

Tableau I.7
Matrice d'Expériences et des Effets

N°Essai	Moy	Fact 1	Fact 2	Fact 3	Inter.12	Inter 23	Inter 13	Réponse
1	+	-	-	-	+	+	+	Y1
2	+	+	-	-	-	+	-	Y2
3	+	-	+	-	-	-	+	Y3
4	+	+	+	-	+	-	-	Y4
5	+	-	-	+	+	-	-	Y5
6	+	+	-	+	-	-	+	Y6
7	+	-	+	+	-	+	-	Y7
8	+	+	+	+	+	+	+	Y8
Effets	Em	E1	E2	E3	E12	E23	E13	
Diviseur	8	8	8	8	8	8	8	

Pour calculer l'effet moyen de chaque facteur, on utilise le tableau des essais (Tableau I.7). Pour un facteur donné, chaque valeur de la réponse est affectée du signe correspondant dans la colonne de ce facteur ; la somme algébrique obtenue est divisée par le nombre des essais.

E.M. = (Y1+Y2+Y3+Y4+Y5+Y6+Y7+Y8)/8

E1 = (-Y1+Y2-Y3+Y4-Y5+Y6-Y7+Y8)/8

E2 = (-Y1-Y2+Y3+Y4-Y5-Y6+Y7+Y8)/8

I12 = (12) = (Y1-Y2-Y3+Y4+Y5-Y6-Y7+Y8)/8

L'effet d'un facteur sur une variable réponse est le changement qui se produit dans la réponse lorsque le facteur passe de son niveau bas à son niveau haut.

Effet négatif ne signifie pas effet néfaste. L'effet est négatif quand la réponse diminue lorsque le facteur correspondant passe du niveau -1 au niveau. +1. Il est naturellement dit positif, quand la réponse augmente. lorsque que le facteur correspondant passe du niveau -1 au niveau +1.

3.1.1. Généralisation à k facteurs.

Le plan comporte $N = 2^k$ expériences qui permettent d'obtenir les 2^k informations suivants :

- la moyenne,
- les k effets des facteurs,
- $\binom{2}{k}$ interaction du 1er ordre,
- $\binom{3}{k}$ interactions du 2ème ordre,
- . . .
- l'interaction des k facteurs entre eux.

La matrice des expériences et la matrice des effets se construisent selon les règles énoncées. Le calcul des k effets principaux et des 2^{k-k-1} interactions s'effectue également de la même manière. Il n'y a donc pas de limite théorique au nombre k de facteurs étudiés ; seul le nombre d'essais devient vite très grand lorsque k augmente.

3.2. Les plans factoriels fractionnaires à deux niveaux 2^{k-p}

Les plans fractionnaires sont des plans optimaux. L'étude de ces plans est capitale car c'est grâce à ces plans que l'on diminue considérablement le nombre des expériences, en focalisant l'attention sur les effets les plus intéressants.

En effet, pour construire un plan fractionnaire, on choisit un plan d'expérience complet dont on écrit la matrice des effets. Puis on sélectionne une interaction d'ordre plus élevé possible pour qu'elle ait le plus de chance d'être faible. On utilise les signes - et + de cette interaction pour étudier un facteur supplémentaire. Par exemple pour un plan 2^{4-1}, le plan de base est un plan 2^3 et le facteur 4 est étudié avec interaction 123 par exemple.

Tous les plans fractionnaires posent le même problème d'interprétation des résultats. Les hypothèses de travail que l'on retient en général sont les suivants :

* les interactions du 3ème ou d'ordre plus élevé sont considérées comme négligeables.
* Si un contraste est nul, cela peut signifier :
  - que les effets aliasés sont tous nuls, cas le plus probable,
  - que les effets aliasés se compensent, cas rare à ne pas considérer dans une première approche;
* si deux effets sont faibles, on supposera que leur interaction l'est aussi,
* si deux effets sont forts, on se méfiera de leur interaction qui peut également être forte.

Pour interpréter les résultats d'un plan fractionnaire, il est donc essentiel de savoir comment sont aliasés les effets et les interactions. En effet, dans le cas précédent, le calcul des effets serait le suivant :

$h1 = A + B.C.D. \approx A$

$h2 = B + A.C.D. \approx B$

$h3 = C + A.B.D. \approx C$

$h4 = D + A.B.C. \approx D$

$h5 = A.B + C.D.$

$h6 = B.C. + A.D.$

$h7 = A.C. + B.D.$

$h8 = M + A.B.C.D.$

Pour que les résultats d'un plan fractionnaire puissent être interprétés, il faut que les effets intéressants soient aliasés avec des interactions négligeables. Tout repose sur le choix de l'aliase initiale.

Les méthodes présentées ici ne se veulent pas limitatives. Nous avons présenté uniquement les méthodes qui présentent un intérêt pour notre cas d'étude et plus particulièrement celles que nous avons utilisées pour décrire notre méthodologie.

CHAPITRE II
MATERIELS ET METHODES

CHAPITRE II - MATERIELS ET METHODES

1. Introduction

Le fromage "Requeijão" est un produit typiquement brésilien, dont la technologie est apparentée à la fabrication des fromages fondus. Une des caractéristiques essentielles du produit concerne l'obtention d'une texture onctueuse ; quantifier et paramétrer les différents facteurs qui influent sur cette propriété permet de mieux maîtriser la production de ce fromage.

L'objectif de notre travail est d'étudier les propriétés physico-chimiques et organoleptiques de fromage du type "Requeijão" en fonction de différentes paramètres de fabrication et de composition.

2. Les plans d'expériences

Pour mieux maîtriser les paramètres de fabrication nous avons utilisé une méthodologie d'étude des paramètres, par plans d'expériences, selon le modèle du tableau II.1.

La composition des produits a été la suivante :

- EST : 40 ; 45 et 50%
- G/S : 45 ; 55 et 65%
- SF : 0,5 ; 2,95 et 4%
- Temps de traitement thermique : 2 ; 9 et 16mn

La concentration en sel de fonte est en rapport avec la quantité de caillé de chaque fabrication.

Tableau II.1
Matrice des effets d'un plan 2^{k-p}

N° Essai	F 1	F 2	F 3	F 4	I 12	I 13	I 14	I 23	I 24	I 34	Y
1	40	45	2	0,5	+	+	+	+	+	+	Y1
2	50	45	2	4,0	-	-	+	+	-	-	Y2
3	40	65	2	4,0	-	+	-	-	+	-	Y3
4	50	65	2	0,5	+	-	-	-	-	+	Y4
5	40	45	16	4,0	+	-	-	-	-	+	Y5
6	50	45	16	0,5	-	+	-	-	+	-	Y6
7	40	65	16	0,5	-	-	+	+	-	-	Y7
8	50	65	16	4,0	+	+	+	+	+	+	Y8
9	45	55	9	2,95	0	0	0	0	0	0	Y9
NIV. -	40	45	2	0,5							
NIV. +	50	65	16	4,0							

- F 1 ⇒Extrait Sec Total (%) - EST
- F 2 ⇒Matière Grasse dans l'Extrait Sec (%) - G/S
- F 3 ⇒Temps de Traitement Thermique (mn)
- F 4 ⇒Concentration (%) en Sel de Fonte, S 4
- Y ⇒Réponse

Ce plan fractionnaire nous a permis de faire une comparaison avec les résultats de l'analyse sensorielle. Chaque essai a été réalise trois fois.

Un deuxième plan d'expérience, complet, a été proposé pour étudier les effets des paramètres de composition sur les propriétés texturales et physicochimiques des produits (tableau II.2).

Tableau II.2
Matrice des effets d'un plan 2^4

N° Essai	F 1	F 2	F 3	F 4	I 12	I 13	I 14	I 23	I 24	I 34	Y
1	40	45	2	0,5	+	+	+	+	+	+	y1
2	50	45	2	0,5	-	-	-	+	+	+	y2
3	40	65	2	0,5	-	+	+	-	-	+	y3
4	50	65	2	0,5	+	-	-	-	-	+	y4
5	40	45	16	0,5	+	-	+	-	+	-	y5
6	50	45	16	0,5	-	+	-	-	+	-	y6
7	40	65	16	0,5	-	-	+	+	-	-	y7
8	50	65	16	0,5	+	+	-	+	-	-	y8
9	40	45	2	4	+	+	-	+	-	-	y9
10	50	45	2	4	-	-	+	+	-	-	y10
11	40	65	2	4	-	+	-	-	+	-	y11
12	50	65	2	4	+	-	+	-	+	-	y12
13	40	45	16	4	+	-	-	-	-	+	y13
14	50	45	16	4	-	+	+	-	-	+	y14
15	40	65	16	4	-	-	-	+	+	+	y15
16	50	65	16	4	+	+	+	+	+	+	y16
17	45	55	9	2,95	0	0	0	0	0	0	y17
18	45	5	9	2,95	0	0	0	0	0	0	y18
19	45	55	9	2,95	0	0	0	0	0	0	y19
NIV. -	40	45	2	0,5							
NIV. +	50	65	16	4							

- F 1 ⇒Extrait Sec Total (%) - EST
- F 2 ⇒Matière Grasse dans l'Extrait Sec (%) - G/S
- F 3 ⇒Temps de Traitement Thermique (mn)
- F 4 ⇒Concentration (%) en Sel de Fonte (3/4 S 9 + 1/4 S 10)
- Y ⇒Réponse

La composition des produits a été la suivante :

- Extrait sec total : 40 ; 45 et 50%
- Matière grasse dans l'extrait sec : 45 ; 55 et 65%
- Sel de fonte : 0,5 ; 2,95 et 4%
- Temps de traitement thermique : 2 ; 9 et 16mn

L'analyse de régression multilinéaire des résultats expérimentaux a été faite à l'aide du logiciel NEMROD.

3. Technique utilisée pour la fabrication du "Requeijão tradicional"

Notre travail a été réalisé au Laboratoire de Physico-chimie et Génie Alimentaire de l'École Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires de l'Institut National Polytechnique de Lorraine - Nancy - France.

3.1. Préparation des échantillons

Les produits expérimentaux ont été fabriqués sur une installation expérimentale (Stephan UMC 5 electronic) à partir du lait écrémé caillé, de crème fraîche, de ferments lactiques, de sels de fonte et de chlorure de sodium.

Les compositions et les paramètres de fabrication ont été définis précédemment (Tableau II.1 et II.2)

3.2. Fabrication du caillé

Le lait cru écrémé (800 litres) a été ensemencé en ferments lactiques mésophiles a 2% ; suit le chauffage à 32°C et maintenu en repos pendant environ 20 heures : temps suffisant pour la coagulation acide de la caséine. Le caillé (pH 4,6) subit une agitation lente avec montée de la température jusqu'à 55°C. Ensuite, après la montée de la température, le caillé est égoutté et lavé trois à quatre fois avec de l'eau froide (20 - 30°C). L'acidité du jus du dernier lavage doit être comprise entre 4 -

5°D. Les volumes de l'eau, pour chaque lavage, doivent correspondre a 50% du lactosérum obtenu. Le schéma de fabrication du caillé est montré ci-dessous.

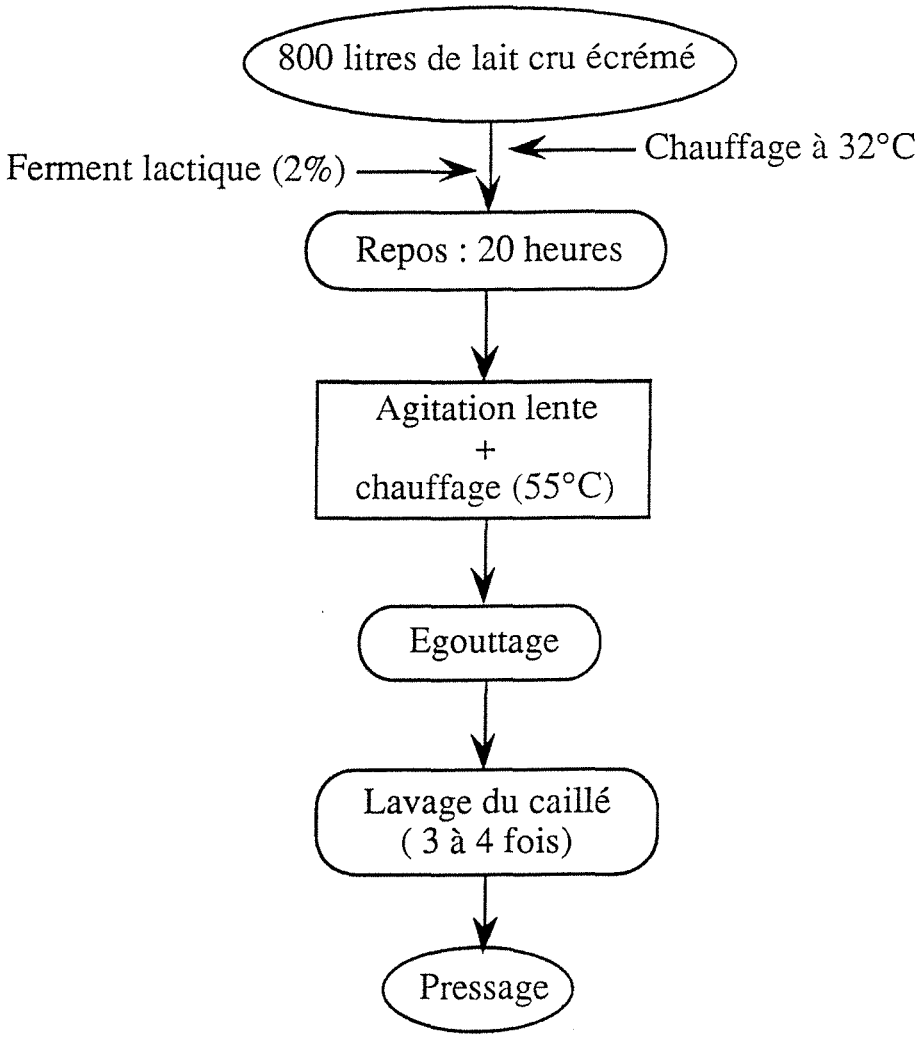


Figure II.1
Schéma de fabrication du caillé

3.3. Fabrication du "Requeijão tradicional"

Le caillé enrichi de sel de fonte JOHA et de chlorure de sodium (1%) est broyé à température ambiante. Le produit est ensuite fondu à 75°C ; l'addition de crème est alors réalisée après fusion en deux étapes successives. Le mélange est cuit finalement à 84°C, en maintenant le brassage.

Le "Requeijão" obtenu est conditionné en pots de 250 grammes et entreposé à 4°C pendant cinq jours avant les analyses.

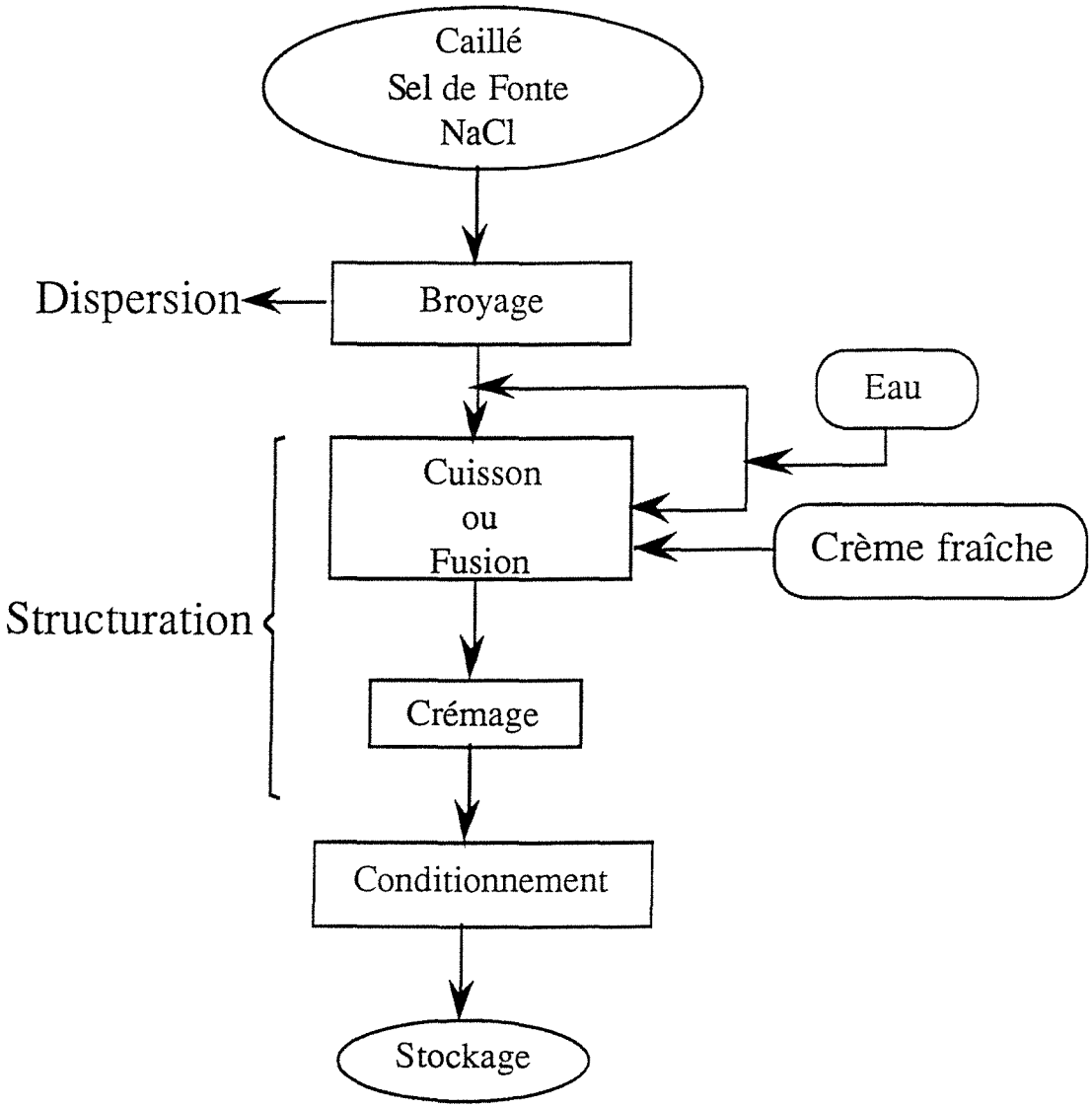


Figure II.2
Schéma de fabrication du "Requeijão tradicional"

4. Méthodes instrumentales d'analyse des propriétés texturales du "Requeijão tradicional"

Les tests mécaniques ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai universelle INSTRON UTM modèle 1122. La température a été ajustée à 15°C.

4.1. Le profil d'analyse de texture (TPA) par compression

Les propriétés rhéologiques des aliments sont essentielles pour la production de produits de haute qualité et sont aussi la clef du succès du processus d'opération.

La plupart des méthodes instrumentales de l'évaluation de la texture est basée sur la déformation des échantillons. Les résultats de ces tests dépendent naturellement de la géométrie, des taux et du niveau de déformation, de la vitesse d'application, des propriétés rhéologiques intrinsèques du matériel et quelquefois de facteurs, comme la friction (Bourne 1976 ; Voisey et deMan 1976a ; Shama et Sherman 1973 ; Bagley et al., 1985b).

Les échantillons sont découpés en formes cylindriques à l'aide d'un emporte pièce, ayant les dimensions suivants : 17 mm de longueur et 16 mm de diamètre.

Les échantillons sont comprimés entre deux plaques d'acier inoxydable poli, de 5 cm de diamètre. Figure II.3. Nous avons fixé la vitesse de déplacement de la traverse à 10 mm/mn et un taux de déformation relative de 70%. Les plaques de compression n'ont pas été lubrifiées, puisque l'eau et la matière grasse exsudées, suffisent pour la friction (Masi et Addeo, 1986).

La figure II.4 montre une coube type du profil d'analyse de texture (TPA), obtenue sur le "Requeijão tradicional".

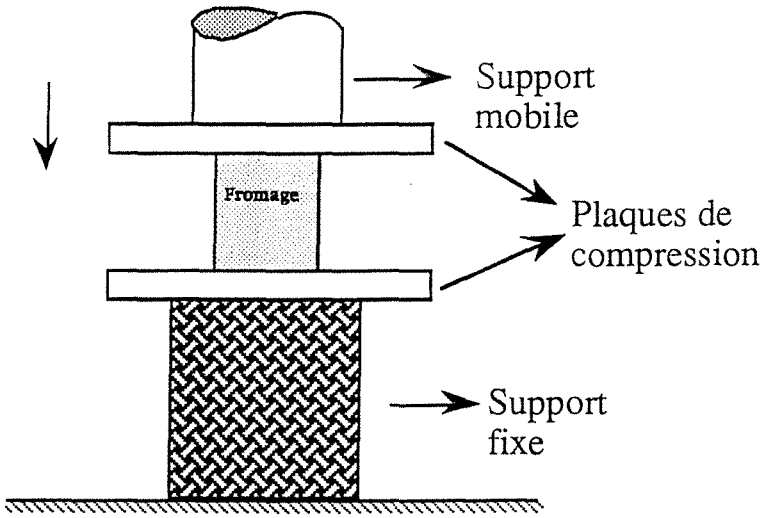


Figure II.3
Schéma du système expérimental pour étudier le comportement rhéologique par compression du fromage

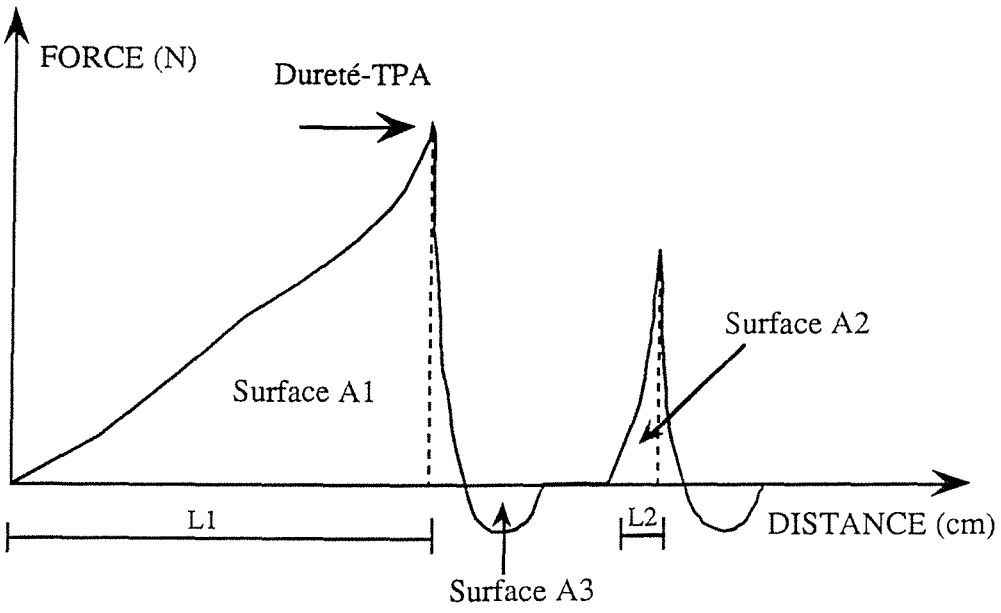


Figure II.4
Profil type d'analyse de texture (TPA) obtenu sur le "Requeijão tradicional"

4.2. Paramètres mesurés à partir de la courbe TPA

Afin qu'il n'y ait pas d'ambiguïté sur les termes employer, nous allons préciser qu'il, s'agit de paramètres issus du Profil d'Analyse de Texture - TPA (recommandations FIL, 1991).

La Dureté - TPA (TPA Hardness) (N) est mesurée par le sommet du pic au cours de la première morsure.

La Cohésion - TPA (TPA Cohesiveness) est obtenue en divisant les deux surfaces à forces positives, obtenues à partir des deux morsures (A_2/A_1).

L'Elasticité - TPA (TPA Springiness) est obtenue en divisant les deux distances, correspondant aux deux phases de compression soit L_2/L_1.

L'Adhésivité - TPA (TPA Adhesiviness) a été évaluée à partir de l'aire délimité par la courbe négative, soit la surface A_3.

Caractère Collant - TPA (TPA Gumminess) (N) c'est le produit des paramètres dureté par cohésion.

Masticabilité - TPA (TPA Chewiness) (N) est le produit des paramètres caractère collant par l'élasticité = dureté * cohésion * élasticité

4.3. Le test de pénétration

Le test de pénétration consiste à mesurer la force nécessaire pour faire pénétrer une sonde dans un aliment à une profondeur de pénétration constante. La sonde provoque une déformation dans l'aliment.

Pour tous les essais, la vitesse de déplacement de la traverse, a été fixée à 10 mm/mn pour minimiser l'influence de la vitesse d'application de la contrainte.

Les tests de pénétration ont été réalisés à l'aide d'une tige cylindrique de 10 mm de diamètre adaptée sur la machine d'essai

universelle INSTRON. La valeur de la force a été enregistrée pour une profondeur de pénétration fixée à 10 mm.

L'extrapolation des deux tangentes aux courbes, permet d'obtenir un point d'intersection qui a été utilisé pour la détermination du point de fracture. La figure II.5 montre un exemple de quatre types de courbes forces-profondeur ou forces-temps en pénétration, d'après Bourne (1979).

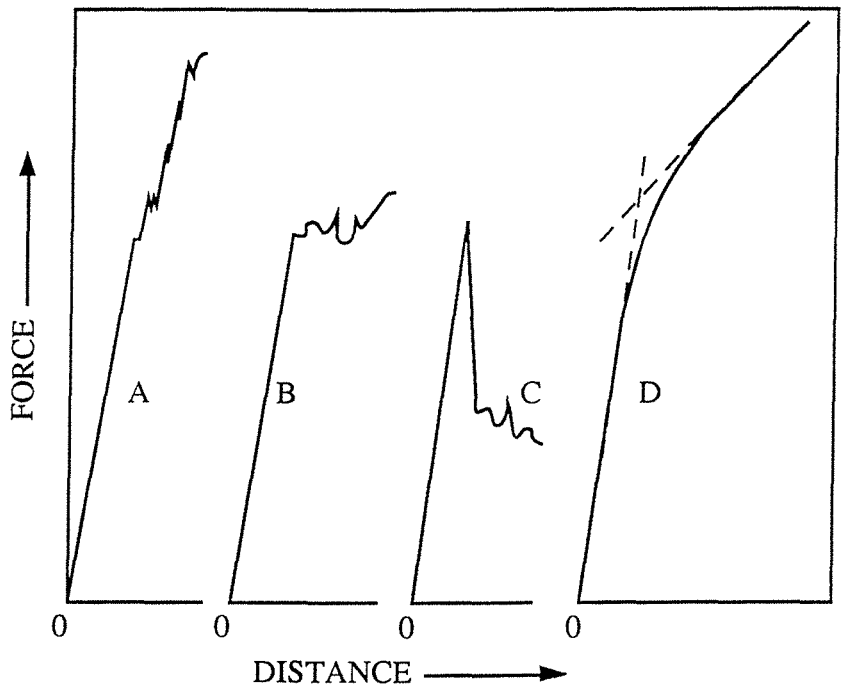


Figure II.5
Représentation schématique des quatre différents types de courbes force-distance obtenues dans les tests de pénétration (d'après Bourne 1979)

5. Essais mécaniques non destructifs (Méthode ultrasonore).

Pour mesurer les différents vitesses de propagation des ultrasons, nous avons utilisé l'appareil d'auscultation dynamique AU80 (SATEC) à ultrasons, de fréquence 1 MHz.

Il s'agit d'une technique classique de transmission du signal ultrasonore par contact entre les transducteurs (récepteur et émetteur) piézo-électriques et l'échantillon.

5.1. Mesure de la vitesse de propagation des ultrasons sur le "Requeijão tradicional".

La technique décrite selon Bucur (1984) est la suivante : le générateur délivre des impulsions périodiques sous forme de créneau. Le signal électrique est converti en onde élastique par la céramique piézo-électrique du transducteur émetteur ; les vibrations mécaniques sont transmises par l'émetteur à l'échantillon. Ainsi, les ondes élastiques se déplacent de quelques millimètres, en une microseconde, dans le matériau qui retarde le signal émis par le générateur. Le signal retardé est récupéré par le transducteur récepteur. La mesure entre le signal émis et reçu, sert à déterminer le temps de propagation de l'impulsion dans le matériau à tester.

Un oscilloscope permet la lecture du temps de retard du signal, traversant l'échantillon par rapport au signal de référence issu du générateur d'impulsion. Il est nécessaire d'étalonner l'appareil en mesurant le temps de propagation de l'onde, lorsque l'émetteur et le récepteur sont mis en contact direct. Cette valeur, de l'ordre de $7\mu s$, doit être soustraite du temps de propagation sur les échantillons.

La vitesse de propagation (m/s) est obtenue en divisant la distance traversée par l'onde par le temps de propagation corrigé.

La méthode a été mise en oeuvre sur des échantillons de "Requeijão" tronconiques ayant 80mm de longueur, 60mm de diamètre supérieur et 53mm de diamètre inférieur.

Les essais ont été realisé à l'aide d'un appareil AU 80 SATEC à 1MHz de fréquence.

Le but principal de ces essais non destructifs a été d'établir une corrélation entre la vitesse de propagation des ondes et les caractéristiques texturales des produits étudiés.

Ces mesures ont été effectuées sous la responsabilité de Mme. V. BUCUR à la Station de Recherche sur la Qualité des Bois / INRA. 54280-Champenoux, France.

5.2. Étude de l'évolution du crémage au cours du refroidissement.

Pour cela nous avons fabriqués trois produits différents mais ayant la même composition globale à savoir :

- 40% EST
- 65% G/S
- 1% de sel de fonte S_9
- 3% de sel de fonte S_{10}
- Temps de temps de traitement thermique = 8mn / 84°C

Afin de vérifier le rôle eventuel de l'état physique de la matière grasse, nous avons choisi de realiser 3 produits différents.

- Produit 1 → "Requeijão tradicional" : caillé maigre + crème fraîche
- Produit 2 → Requeijão "végétal" : caillé maigre + huile d'arachide.
- Produit 3 → Emmental fondu

Tout de suite après la fabrication, les fromages ont été mis à refroidir pour obtenir des cinétiques de refroidissements différents. Deux températures ont été retenues dans des salles de stockage : 20 et 4°C. Les mesures de la vitesse ultasonore ont été réalisées pendant le refroidissement, à intervalles réguliers, chaque fois que la température a baissé de 3°C.

6. Evaluation sensorielle de certaines propriétés du "Requeijão tradicional"

Un jury de quinze personnes (dont 11 femmes et 4 hommes) a été constitué pour l'évaluation des propriétés texturales du Requeijão. Ce jury

a été choisi dans un groupe de 80 personnes volontaires; composé d'étudiants et de personnel enseignants de l'ENSAIA. Ce jury a été choisi en fonction de sa capacité à différencier plusieurs propriétés texturales dans les aliments.

Avant la sélection préliminaire, une discussion avec plusieurs groupes a eu lieu pour apprendre la manière la plus correcte d'évaluer les échantillons.

Après la sélection préliminaire, une discussion générale avec le jury a été amenée afin de définir les termes nécessaires pour la description des caractéristiques texturales et leurs définitions et pour s'accorder sur la terminologie.

L'entraînement du jury a eu lieu pendant dix séances d'une heure à raison d'une heure par semaine. Chacun des paramétres tels qu'ils ont été définis par Civille et Szszesniak (1973) a été décrit aux membres du jury à chaque test.

L'entraînement du jury a eu par objectif:

- familiariser le sujet au vocabulaire textural.
- apprendre à évaluer la texture en bouche, visuellement et tactilement.
- Utiliser des échelles descriptives.
- Mettre au point des profils sensoriels (profil monodique) :
  - générer le vocabulaire
  - mettre au point les définitions.
- Définir des références pour chaque descripteur textural.

Les caractères sensoriels définis par le jury ont été les suivants : la fermeté, la cohésion, l'élasticité et le caractère collant.

Les définitions des paramètres sensoriels définis par le jury s'accordent avec celles définies par Civille et Szczesniak (1973), comme montre le tableau II. 3.

Les échantillons ont été decoupé en cubes d'environ 10g et placés à température ambiante pendant 30-60 mn avant d'être présentés au jury.

Les échelles de grandeur en rapport avec la rhéologie instrumentale ont été utilisée pour l'analyse sensorielle (fermeté 1 à 20 ; cohésion 0 à 5 ; élasticité 0 à 10 ; caractère collant 0 à 10).

Tableau II.3
Définitions des caractéristiques texturales
(D'après Civille et Szczesniak, 1973)

PROPRIETES	DEFINITION PHYSIQUE *	DEFINITION SENSORIELLE
PRIMAIRES :		
Dureté (Hardness)	Force nécessaire pour atteindre une déformation.	Force nécessaire pour comprimer une substance entre les molaires (dans le cas de solides) ou entre la langue et le palais (pour les semi-solides).
Cohésion (Cohesiviness)	Limite jusqu'où un matériau peut être déforme avant sa rupture.	Degré jusqu'où une substance peut être comprimée entre les dents avant sa rupture.
Viscosité (Viscosity)	Taux d'écoulement par unité de force.	Force nécessaire pour aspirer un liquide d'une cuillère sur la langue.
Elasticité (Springiness)	Vitesse à laquelle un produit retrouve sa dimension initiale après la disparition de la force déformante.	Valeur à laquelle un produit retrouve sa forme initiale après compression entre les dents.
Adhésivité (Adhesiviness)	Travail nécessaire pour vaincre les forces attractives entre la surface d'un aliment et le matériau avec lequel il est en contact.	Force requise pour décoller le matériau qui adhère au palais durant la mastication.
SECONDAIRES		
Fracturabilité (Fracturability)	Force à laquelle un produit se casse.	Force avec laquelle un échantillon s'effrite, se fend ou se brise.
Masticabilité (Chewiness)	Energie exigée pour mâcher un produit alimentaire solide jusqu'à ce qu'il soit prêt a être avalé.	Durée (en secondes) nécessaire pour mastiquer un produit avec une force d'application constante jusqu'à obtention d'une consistance appropriée pour la déglutition.
Caractère caoutchouteux (Gumminess)	Energie exigée pour désintègre un aliment semi-solide jusqu'à un stade approprié pour la déglutition.	Densité qui persiste pendant la mastication.

*Szczesniak (1963)

7. Méthodes d'analyses physicochimiques

7.1. Mesure du pH

Le pH des produits a été déterminé à l'aide d'une électrode de verre combinée, plongée directement dans la pâte du fromage en 3 points différents. La lecture est effectuée après stabilisation de la valeur affichée et le résultat correspond à la moyenne des 3 mesures.

7.2. Détermination de l'extrait sec total (EST)

L'extrait sec a été déterminé par évaporation, d'un poids connu de fromage broyé avec du sable de Fontainebleau, à l'étuve à 102°C ± 1°C jusqu'à poids constant (Norme F.I.L., 1958).

7.3. Mesure de l'acidité du lactosérum

L'acidité a été mesurée par titration avec la soude N/9 en présence de phénol-phtaléine. Elle est exprimée en degrés Dornic (1°D correspond à 0,1 g d'acide lactique/l).

7.4. Mesure de la teneur en matière grasse

Le taux de matière grasse a été déterminé par la méthode acido-butyrométrique de Van Gulik (Contôle de la qualité des produits laitiers, 1973).

7.5. Dosage des différentes formes de l'azote

Les différentes formes de l'azote ont été mesurées par la méthode micro-Kjeldahl. La teneur en azote total (NT) est mesurée directement sur une portion aliquote d'une suspension citratée. La teneur en azote

soluble (NS) est déterminée sur un filtrat obtenu après précipitation de la caséine par acidification à pH 4,6 avec l'acide chlorhydrique 1N. L'azote non protéique (NPN) est mesuré sur un filtrat de la suspension citratée après addition de TCA à 24% et filtration.

7.6. Dosage des métaux

La dosage des métaux (Ca, K, et Na) a été faite par spectrométrie d'absorption atomique sur les cendres obtenues après minéralisation à 520°C. Les cendres sont ensuite remises en solution, en présence de chlorure de Lanthane ($LaCl_3$) avant dosage.

Tableau II.4
Gammes étalons pour le dosage des métaux

Métaux	Solutions mères (g/l)	Etendue (mg/l)
Ca	4,99 $CaCO_3$	9,6 - 14,4
K	8,90 K_2SO_4	4,8 - 7,2
Na	2,54 NaCl	1,2 - 1,8

8. Colorimétrie

L'appareil utilisé pour la mesure de la couleur est un spectrophotomètre "Colorquest version 2" de HUNTERLAB, couplé à un ordinateur PC IBM. Les échantillons sont éclairés en direct et la lumière spéculaire est exclue.

L'appareil de mesure est équipé d'une sphère d'intégration à éclairements diffus, avec une source de lumière reproduisant les illuminants définis par la C.I.E. Dans notre travail, les illuminants utilisés sont : A (lumière artificielle), C (lumière moyenne du jour), D65 (lumière du jour), D55, D75 (proches du bleu), Fcw (fluorescence froid blanc), ULT (ultra lumière), TL84.

La source de lumière est émise dans la sphère d'intégration qui produira un rayonnement diffus. Cette lumière peut être réfléchie ou

transmise à travers le système optique dans la chambre du monochromateur. Un réseau optique de diffraction holographique concave dirige l'énergie lumineuse provenant de l'objet à travers une fenêtre de mesure vers une barrette de 32 détecteurs au silicium. Chacun de ces détecteurs capte l'énergie lumineuse d'une largeur de bande de 10 nm. Les 32 longueurs d'onde, réparties de 10 en 10 nm sur une plage de 400 à 710 nm (correspondant au domaine de sensibilité de l'oeil) permettent la mesure d'énergie lumineuse. A partir de ce spectre de réflectance, le logiciel d'exploitation calcule les divers paramètres de couleur pour le système et pour l'illuminant choisi.

L'appareil doit être calibré avant les mesures avec un blanc étalon dont les caractéristiques sont stockées en mémoire. Le calcul des valeurs de réflectance est effectué par comparaison entre les énergies mesurées pour l'échantillon et pour le blanc étalon. Pour assurer une précision importante à la mesure, l'opération est effectuée quatre à six fois. Le temps de mesure est de 0,2 seconde. Les mesures peuvent être soit imprimées soit stockées sur disquette.

Nous avons utilisé pour notre travail une ouverture de la fenêtre de 18 mm de diamètre. L'angle choisi (10°), correspond à la courbe de l'observateur standard de la Commission Internationale d'Eclairage : c'est l'angle sous lequel l'observateur voit l'objet le plus nettement au centre de la rétine de l'oeil. Les mesures ont été faites en réflexion spéculaire : la part de lumière réfléchie par l'objet sans être modifiée est comprise dans la mesure de réflectance.

Les paramètres mesurés de la couleur sont : la clarté (L*), la coordonnée a* (coordonné rouge-vert), la coordonnée b* (coordonnée bleu-jaune), la saturation (c*) et l'angle de teinte (h*). Le calcul des paramètres mis au point par Flot (1988) a été réalisé selon le système CIELAB, 1976.

Ces mesures ont été effectuées sous la responsabilité de M. JANIN à la Station de Recherche sur la Qualité des Bois / INRA - unité "Couleur"- 54280 - Champenoux, France.

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE III - RESULTATS ET DISCUSSION

1. Influence de la composition chimique sur les propriétés texturales du "Requeijão tradicional"

1.1. Introduction

Pour cette étude nous avons utilisé un plan d'expérience du type 2^4 (4 facteurs à 2 niveau). Les facteurs et leurs valeurs dans le produit final ont été les suivants : a) la teneur en matière sèche (40 et 50%), b) la teneur en matière grasse rapportée à la matière sèche (45 et 65%), c) le temps de traitement thermique à 84°C (2 et 16 mn) et d) la teneur en sel de fonte (0,50 et 4,0 p/p). Le sel de fonte à été reparti comme suit : 3/4 sel de fonte S10 et 1/4 sel de fonte S9.

Le plan a permis la fabrication de 19 produits différents car nous avons fabriqué un produit correspondant au centre du domaine, en trois répétitions.

Nous avons attribué la valeur -1 au niveau bas du facteur et +1 au niveau haut. Ceci permet de traiter les facteurs de la même manière. Le tableau III.1 montre la matrice d'expérience utilisée avec les variables codées ou centrées réduites.

Tableau III.1
Matrice du plan d'expérience complet 2^4

Produit	MS	G/S	TT	SF
1	-1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1	-1
3	-1	1	-1	-1
4	1	1	-1	-1
5	-1	-1	1	-1
6	1	-1	1	-1
7	-1	1	1	-1
8	1	1	1	-1
9	-1	-1	-1	1
10	1	-1	-1	1
11	-1	1	-1	1
12	1	1	-1	1
13	-1	-1	1	1
14	1	-1	1	1
15	-1	1	1	1
16	1	1	1	1
17	0	0	0	0
18	0	0	0	0
19	0	0	0	0

1.2. Influence des paramètres de fabrication sur les propriétés physiques du "Requeijão tradicional"

Au tableau III.2 sont présentées les résultats expérimentaux obtenus. Ces résultats sont les moyennes de cinq mesures. Le coefficient de variation n'excède pas 10% pour les paramètres texturaux.

Tableau III.2
Résultats expérimentaux sur 19 produits concernant l'analyse de la texture et la vitesse des ultrasons

PRO (N°)	MS (%)	G/S (%)	TT (mn)	SF (%)	F10 (N)	F70 (N)	COHE	ELST	COLL (N)	MAST (N.)	ADHE (N.cm)	VIT (m/s)
1	40	45	2	0,5	3,81	7,88	0,20	0,16	1,18	0,19	0,28	1564
2	50	45	2	0,5	9,39	14,64	0,14	0,14	1,96	0,28	0,13	1520
3	40	65	2	0,5	1,37	3,33	0,22	0,27	0,72	0,19	0,23	1423
4	50	65	2	0,5	4,11	6,00	0,19	0,14	1,12	0,16	0,30	1537
5	40	45	16	0,5	3,19	4,65	0,18	0,13	0,83	0,11	0,12	1557
6	50	45	16	0,5	5,10	17,90	0,12	0,11	2,52	0,27	0,22	1522
7	40	65	16	0,5	1,10	3,40	0,27	0,28	0,91	0,26	0,32	1619
8	50	65	16	0,5	3,04	8,51	0,16	0,15	1,29	0,19	0,32	1870
9	40	45	2	4,0	0,81	4,32	0,42	0,36	2,11	0,75	0,16	400
10	50	45	2	4,0	7,33	21,13	0,25	0,39	5,23	2,07	0,07	329
11	40	65	2	4,0	0,14	0,87	0,92	0,98	0,82	0,79	0,26	392
12	50	65	2	4,0	0,66	5,70	0,43	0,40	2,45	0,95	0,39	433
13	40	45	16	4,0	3,32	10,21	0,34	0,35	3,49	1,24	0,10	416
14	50	45	16	4,0	10,0	21,36	0,15	0,24	3,27	0,77	0,05	368
15	40	65	16	4,0	0,04	0,30	1,28	1,10	0,38	0,42	0,10	308
16	50	65	16	4,0	5,55	9,30	0,39	0,25	3,47	0,84	0,14	422
17	45	55	9	2,25	2,95	7,65	0,18	0,19	1,41	0,30	0,09	402
18	45	55	9	2,25	2,90	7,57	0,19	0,19	1,43	0,28	0,10	404
19	45	55	9	2,25	3,00	7,58	0,17	0,21	1,31	0,30	0,10	404

Etant donné la complexité du plan expérimental l'interprétation des résultats va être faite plus loin à l'aide de l'analyse multilinéaire.

Nous notons que la vitesse de propagation des ultrasons est comprise entre 1423 à 1870 m/s pour la concentration en sel de fonte de 0,5%.

Pour une concentration supérieure, en sel de fonte, la vitesse des ultrasons se propageant dans les fromages diminue beaucoup (308 à 433 m/s).

1.2.1. Courbes types obtenues sur le "Requeijão tradicional"

La figure II.3 (Cf. chapitre II) montre la courbe TPA obtenue sur les fromages au cours des analyses. L'allure générale ne presente pas le point de fracture (fragilité-TPA), bien marqué sur le fromage Coulommiers, demontré par Hennequin et Hardy (1993).

Le profil obtenu à l'aide du test de pénétration (figure III.1) n'apparaît pas au point de fracture et s'identifie au quatrième type de courbe (type D) défini par Bourne (1979), obtenue sur les pâtes d'amidon et les desserts.

La courbe obtenue à l'aide du test de pénétration confirme celle obtenue pour le test de compression - TPA au ce qui concerne l'absence de point de fracture, pour tout les produits.

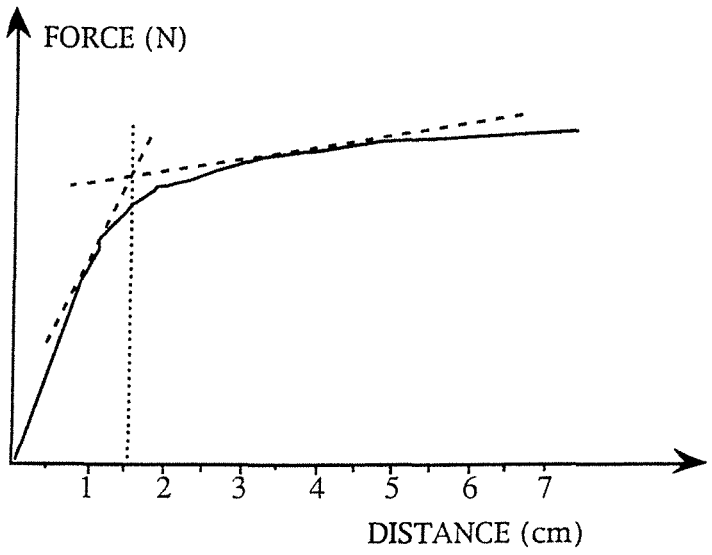


Figure III.1
Profil type obtenu sur le "Requeijão" dans les tests de pénétration par tige

Gupta et al. (1984), dans une étude sur l'influence du sel de fonte sur les propriétés mécaniques du fromage fondu ont trouvé plusieurs types de courbes, suivant le type et la concentration en sel de fonte utilisée. Les courbes types obtenues lorsqu'ils utilisent le citrate trisodique et le tartrate de sodium et potassium ne présentent pas le point de fracture, tandis que, en utilisant le citrate monopotassique, l'hexametaphosphate de sodium et le phosphate disodique, les courbes présentent le point de fracture très net.

1.2.2. Influence de la composition sur la Force à 10mm de pénétration (F10) et la Fermeté-TPA

Pour mieux comprendre, l'influence des facteurs de composition sur les propriétés rhéologiques et texturales des fromages nous avons recours à l'analyse de régression multiple, où le paramètre rhéologique ou textural constitue la variable dépendante tandis que les caractéristiques de compositions sont considérées comme les variables indépendantes.

Le tableau III.3 illustre les résultats de l'analyse de variance de la force à 10 mm de pénétration (F10) et la Fermeté - TPA à 70% de compression (F70). Les valeurs numériques des effets correspondent aux variables codées, dont les valeurs sont ramenés dans l'intervalle [-1, +1].

Tableau III.3
Analyse de régression multilinéaire avec les effets obtenus pour F10 et F70

	Force à 10 mm de pénétration (F10)		Fermeté - TPA (F 70)	
Variables	Effets	Degré de Signification.	Effets	Degré de Signification.
Moyenne	3,57		8,79	
1 = MS (%)	1,96	***	4,55	***
2 = G/S (%)	-1,68	***	-4,34	***
3 = TT (mn)	0,23	**	0,94	***
4 = SF (%)	-0,20	**	0,23	**
12	-0,62	***	-1,85	***
13	0,04	7,5%	0,76	***
14	0,44	***	0,58	***
23	0,20	**	-0,23	**
24	-0,20	**	-0,86	***
34	1,01	***	0,11	**

** P > 99% ; *** P > 99,99%

Nous ne représentons ici que des interactions du premier ordre, tandis que les autres interactions ont été significativement importantes.

Pour ces mêmes variables réponse nous représentons la table d'analyse de variance (Tableau III.4), qui permet d'évaluer la qualité du modèle obtenu.

Tableau III.4
Analyse de variance pour le modèle présenté au Tableau III.3

	Sources de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Signification.
FORCE	Regression	1,09	4	***
	Residu	4,04	14	
	Total	1,49	18	
FERMETE	Regression	6,48	4	***
	Residu	1,18	14	
	Total	7,65	18	

*** P > 99,99%

Ce tableau montre la réalité expérimentale de façon satisfaisante (p > 99,99%). Le taux de signification étant calculé par rapport à l'erreur totale.

Le R^2 (coefficient de détermination) de la régression multilinéaire des effets est égal à 0,73 .

Une équation à été calculée à partir des résultats de la régression multilinéaire présentée plus haut. Dans cette équation nous représentons seulement les interactions de premier ordre.

(**1**) F10 (N) = 3,57 + 1,96 MS - 1,68 G/S + 0,23 TT - 0,20 SF - 0,62 MS*G/S + 0,04 MS*TT + 0,44 MS*SF + 0,20 G/S*TT - 0,20 G/S*SF + 1,01 TT*SF

(**2**) F70 (N) = 8,79 + 4,55 MS - 4,34 G/S + 0,94 TT + 0,23 SF - 1,85MS*G/S + 0,76 MS*TT + 0,58 MS*SF - 0,23 G/S*TT - 0,86 G/S*SF +0,11TT*SF

L'influence de la teneur en eau agissant d'une façon négative sur les forces obtenues par pénétration et par compression du Requeijão à été mentionnée à maintes reprises pour certains fromages (Olson et Price, 1961 ; Marshall, 1990a ; Stampanoni et Noble, 1991a ; Gupta et Reuter, 1993 et Hennequin et Hardy, 1993).

Dans notre cas nous avons étudié l'influence de la matière sèche sur les propriétés texturales du "Requeijão tradicional". C'est pourquoi nous avons trouvé une influence positive (P > 99,99%) par rapport à la fermeté (F10 et F70).

Les équations (**(1)** et **(2)**) montrent que une augmentation du taux de matière sèche entraîne une augmentation de la fermeté (F10 et F70) alors que la diminution du taux en matière grasse dans l'extrait sec provoque son augmentation. En conséquence, la valeur de la fermeté (F10 et F70), dépend de l'importance relative de ces deux paramètres. Les résultats s'accordent avec ceux de Stampanoni et Noble (1991a) et Chen et al., (1979).

Il est à noter qu'une augmentation du taux de sel de fonte entraîne une augmentation de la fermeté-TPA, tandis que un effet contraire est observé sur la force à 10 mm de pénétration.

Le temps de traitement thermique, lui aussi, présent une influence importante sur la fermeté du "Requeijão tradicional".

A exception de l'interaction matière sèche/ temps de traitement thermique (MS*TT), pour la force à 10 mm de pénétration, toute les autres interactions ont une importance significative soit positive, soit négative, sur la fermeté du "Requeijão.

La pénétration et la compression uniaxiale ont servi pour l'évaluation de la réponse mécanique du fromage. Il est à noter que ces paramètres rhéologiques donnent une estimation générale et globale de la texture du produit.

Gupta et al., (1990) ont trouvé le même taux de signification pour le fromage *Khoa*, par compression uniaxiale.

Fukui et al., (1971) ont rapporté une diminution rapide de la fermeté du fromage fondu avec l'augmentation de l'humidité de 40 à

50%. Olson et Price (1961) ont aussi constaté une diminution de la fermeté sur le fromage fondu, avec l'augmentation de l'humidité.

Tunik et al., (1993) rapportent une diminution de la fermeté du fromage Mozzarella avec l'augmentation du rapport H_2O/ESD. Les fromages ayant un haut taux de matière grasse présentent une fermeté plus importante que ceux ayant un taux bas en matière grasse.

D'après Gupta et Reuter (1993) les fromages fondus du NDRI Expérimentale et Amul Dairy (l'Inde) ont des valeurs de pénétration variables. Ceci, peut être dû à une grande différence du lait cru utilisé pour leur fabrication. D'ailleurs, la fermeté excessive du fromage Amul est probablement dûe au fait que le fromage Cheddar a été fabriqué à partir de lait de buffle et à l'aide de citrate trisodique au taux de 4%.

L'influence de la teneur en matière grasse sur la texture des fromages a été étudiée par Emmos et al. (1980). Ces auteurs ont montré qu'un fromage possédant une teneur en matière grasse réduite est plus ferme que celui ayant un taux élevé. Le type de la matière grasse, la taille et la tension interfaciale des globules gras, ont aussi une importance sur la texture des fromages (Luyten et al.,1991b).

D'autres auteurs ont rapporté l'importance de la matière grasse dans les caractéristiques texturales du fromage (Laurence et Gilles, 1987 ; Eymery et Pangborn, 1988 ; Tunick et al., 1993 ; Marshall, 1990b).

L'extrait sec et la matière grasse sont les facteurs dominants sur les caractéristiques texturales du Requeijão. Ces variables explicatives ont la même importance dans notre travail, alors que l'extrait sec est généralement considéré comme le facteur dominant de la texture des fromages (Ruegg et al., 1980).

Marshall (1990b), a observé que la matière grasse seule, aux grandes déformations, à peu d'effet direct sur les caractéristiques rhéologiques du fromage; mais, aux petites déformations, elle forme des inclusions élastiques qui contribuent aux propriétés rhéologiques.

En regardant les équations nous pouvons observer les interactions entre les variables. Ces résultats s'accordent avec ceux obtenus par Marshall (1990b). L'auteur à trouvé que la corrélation entre H_2O/ESD est inversement corrèlée et agit de manière opposée sur les paramètres

rhéologiques. D'après l'auteur, lorsque le rapport H_2O/ESD augmente, les paramètres rhéologiques tendent à diminuer.

Gupta et al., (1984) ont trouvé des corrélations significatives entre les sels émulsifiants et la fermeté (Instron) pour les fromages fondus expérimentaux. Par contre, pour les fromages fondus commerciaux cette corrélation n'existe pas. Les auteurs suggèrent que certains ingrédients non contrôlables peuvent avoir une influence dans les fromages commerciaux, tandis que dans les fromages expérimentaux tous les ingrédients peuvent être maîtrisés.

Cavalier-Salou et Cheftel (1991), en utilisant le caseinate de calcium comme matière première pour la fabrication des fromages expérimentaux, du type fondu, ont trouvé des influences des sels de fonte sur ces fromages. D'abord, la fermeté augmente lorsqu'on fait varier la concentration en sel de fonte de 0 à 0,5%, excepté pour le citrate de sodium, et ensuite elle diminue pour les concentrations allant de 1 à 3%.

1.2.3. Influence de la composition sur la Cohésion - TPA

La matière grasse dans l'extrait sec et le sel de fonte provoquent un effet positif ($P > 99,99\%$) sur la cohésion-TPA du Requeijão, c'est-à-dire que, lorsqu'on augmente la concentration d'un de ces deux paramètres, on observe une augmentation de la cohésion-TPA.

La matière sèche s'est avérée aussi importante ($P > 99,99\%$) par rapport la cohésion-TPA : par contre, ce paramètre agit de façon différente. Une diminution en extrait sec fait augmenter la cohésion - TPA. Les résultats qui se rapportent à la matière sèche s'accordent avec ceux de Stampanoni et Noble (1991a) et Gupta et al., (1990).

Le temps de traitement thermique et leur interaction avec le taux de sel de fonte ne présent pas d'effet sur la cohésion-TPA du "Requeijão tradicional". Les autres interactions sont significativement importantes. L'analyse de regression des résultats est montré dans le tableau III.5.

L'influence de la teneur en matière grasse sur la texture de fromages à pâte molle a été étudiée par Hennequin et Hardy (1993). Ces auteurs ont montré que dans cette catégorie de fromage, la cohésion-TPA

est expliquée par le taux de calcium le teneur en matière grasse avec des corrélations positives et négatives respectivement.

Tableau III.5
Analyse de régression multilinéaire avec les effets obtenus pour la cohésion-TPA.

Variables	Effets	Degré de signification
Moyenne	0,33	
1 = MS (%)	-0,125	***
2 = G/S (%)	0,129	***
3 = TT (mn)	0,007	9,5%
4 = SF (%)	0,169	***
12	-0,065	***
13	-0,031	**
14	-0,093	***
23	0,035	**
24	0,104	***
34	0,010	5,5%

* P > 95% ; ** P > 99% ; *** P > 99,99%

Le taux de signification calculé par rapport l'erreur total est aussi significatif (P > 99%).

Cohésion = 0,33 - 0,125 MS + 0,129 G/S + 0,007 TT + 0,169 SF -0,065 MS*G/S - 0,031 MS*TT - 0,093 MS*SF + 0,035 G/S*TT + 0,104 G/S*SF + 0,010 TT*SF

1.2.4. Influence de la composition sur l'Elasticité - TPA

Le tableau III.6 montre comme les paramètres de fabrication agissent par rapport l'élasticité-TPA : le sel de fonte (P > 99,99%), l'extrait sec (P > 99,99%) et la matière grasse (P > 99,99%). A l'exception du temps de traitement thermique (P > 95%), ces paramètres agissent sur l'élasticité-TPA de la même manière que pour la cohésion-TPA.

Tableau III.6
Analyse de régression multilinéaire avec les effets obtenus pour l'élasticité -TPA.

Variables	Effets	Degré de Signification.
Moyenne	0,318	
1 = MS (%)	-0,113	***
2 = G/S (%)	0,106	***
3 = TT (mn)	-0,014	*
4 = SF (%)	0,168	***
12	-0,098	***
13	-0,026	**
14	-0,076	***
23	0,013	*
24	0,068	**
34	-0,009	8,2%

* P > 95% ; ** P > 99% ; *** P > 99,99%

Le taux de signification calculé par rapport à l'erreur totale est aussi significatif (P > 99%).

Le coefficient de détermination de la régression multilinéaire des coefficient est : $R^2 = 0,64$

L'équation du modèle ci-dessous montre comment chaque paramètre affecte le comportement élastique du Requeijão. Le sel de fonte agit de façon positive. Une maximalisation de l'élasticité-TPA est obtenue lorsqu'on augmente la concentration en sel de fonte (SF), tandis qu'une diminution du taux de matière sèche et du temps de traitement thermique, chacun à la fois, fait augmenter l'élasticité-TPA. L'influence taux de matière grasse est identique à celle du sel de fonte. Il est à remarquer que l'interaction du temps de traitement thermique avec le taux de sel de fonte n'a pas d'effet sur l'élasticité-TPA.

Elasticité = 0,32 - 0,113 MS + 0,106 G/S - 0,014 TT + 0,168 SF -0,098 MS*G/S - 0,026 MS*TT - 0,076 MS*SF + 0,013 G/S*TT + 0,068 G/S*SF - 0,009 TT*SF

Fukui et al., (1971) ont observé le même phenomène par rapport à l'augmentation du taux d'humidité, pour le fromage fondu. Ces auteurs ont trouvé une relation quasi linéaire de l'élasticité-TPA avec la concentration en eau du fromage. D'ailleurs Gupta et al. (1990), n'ont pas trouvé de corrélations entre les variables de composition et l'élasticité.

Emmos et al., (1980) en étudiant l'influence de la teneur en matière grasse sur la texture des fromages, ont montré qu'un fromage possédant une teneur en matière grasse réduite est plus élastique que celui ayant une teneur plus élevée.

Tunick et al., (1993) en étudiant la texture du Mozzarella par voie instrumentale ont trouvé une diminution de l'élasticité avec l'augmentation de la concentration en matière grasse, mais avec l'augmentation du rapport H_2O/ESD, ils ont observé une diminution de l'élasticité-TPA.

Ces auteurs ont observé un changement de la cohésion et de l'élasticité par rapport au degré d'affinage du fromage, matière première.

D'après ces auteurs, lorsque le taux d'affinage du fromage augmente, la cohésion et l'élasticité diminuent.

1.2.5. Influence de la composition sur le caractère collant - TPA

La matière grasse agit négativement sur le caractère collant-TPA. Une diminution en matière grasse, dans la composition du fromage, fait augmenter cette caractéristique. L'extrait sec et le sel de fonte agissent de la même façon (P > 99,99%), c'est-à-dire que, lorsqu'on veut augmenter le caractère collant, il faut augmenter la concentration en sel de fonte et en extrait sec, chacun à la fois, ou les deux au même temps car leur interaction, elle aussi, est significative (P > 99%). Le Tableau III.7 montre l'importance de ces paramètres.

Tableau III.7
Analyse de régression multilinéaire avec les effets obtenus pour le caractère collant-TPA

Variables	Effets	Degré de Signification.
Moyenne	1,889	
1 = MS (%)	0,679	***
2 = G/S (%)	-0,589	***
3 = TT (mn)	0,036	15,8%
4 = SF (%)	0,668	***
12	0,008	66,1%
13	-0,062	5,9%
14	0,273	**
23	0,082	*
24	-0,283	**
34	-0,036	15,8%

* P > 95% ; ** P > 99% ; *** P > 99,99%

Le temps de traitement thermique et leurs interactions avec l'extrait sec et le taux de sel de fonte n'ont pas d'influence sur le caractère collant-TPA. Bien que l'extrait sec et le taux de matière grasse ont une influence importante sur le caractère collant, leur interaction, elle même n'a aucun effet sur ce paramètre. Cela peut-être expliquer par le fait que ces paramètres agissent de façon contraire sur le caractère collant.

Il est à remarquer que le caractère collant est un caractéristique très recherchée par les consommateurs et surtout par des fabricants de sandwiches en l'Amérique du Sud et du Nort.

L'équation ci-dessous représente le modèle obtenu.

Caractère collant (N)= 0,89 + 0,67 MS - 0,59 G/S + 0,04 TT + 0,67 SF + 0,098 MS*G/S - 0,062 MS*TT + 0,27 MS*SF + 0,08 G/S*TT - 0,28 G/S*SF - 0,04 TT*SF

1.2.6. Influence de la composition sur l'adhésivité-TPA.

Parmi les facteurs de fabrication étudiés seule la matière sèche n'exerce aucune influence sur l'adhésivité-TPA du "Requeijão tradicional" (Tableau III.8). Le temps de traitement thermique et le taux de sel de fonte ont une influence négative, tandis que la matière grasse influe de façon positive l'adhésivité-TPA. Le tableau III.8 montre aussi que les interactions entre la matière sèche et le taux en sel de fonte et l'interaction entre la matière grasse et le taux en sel de fonte, n'ont pas d'effet significatif sur l'adhésivité-TPA du Requeijão.

L'équation du modèle est présentée ci-dessous.

Adhésivité (N.cm) = 0,183 + 0,003 MS + 0,058 G/S - 0,028 TT - 0,041 SF + 0,027 MS*G/S + 0,008 MS*TT + 0,001 MS*SF - 0,009 G/S*TT + 0,006 G/S*SF - 0,033 TT*SF

Tableau III.8
Analyse de régression multilineaire avec les effets obtenus pour l'adhésivité-TPA.

Variables	Effets	Degré de Signification.
Moyenne	0,183	
1 = MS (%)	0,003	16,3%
2 = G/S (%)	0,058	***
3 = TT (mn)	-0,028	**
4 = SF (%)	-0,041	***
12	0,027	**
13	0,008	*
14	0,001	70,3%
23	-0,009	*
24	0,006	5,8%
34	-0,033	**

* P > 95% ; ** P > 99% ; *** P > 99,99%

Le coefficient de détermination de la régression multilinéaire des coefficient est : $R^2 = 0,49$

Ces résultats s'accordent à ceux rapportés par Fukui et al., (1971) lorsqu'ils se réfèrent à l'adhésivité. Ces auteurs ont trouvé que l'adhésivité augmente avec la teneur en eau et qu'un degré d'affinage

élevé du fromage fait diminuer l'adhésivité. D'ailleurs, Gupta et al., (1990 n'ont pas trouvé de corrélations significatives entre les facteurs de composition du fromage *Khoa* et l'adhésivité, mais ils ont montré que les effets combinés de l'extrait sec et de l'eau, dispersés dans la protéine, sont significatifs (P > 95%).

1.2.7. Influence de la composition sur la masticabilité-TPA.

Parmi les facteurs étudiés, la matière sèche et le taux sel de fonte exercent une influence significative (P > 99,99%) sur la masticabilité-TPA du Requeijão (Tableau III.9). Cette influence est positive car une augmentation d'un de ces facteurs de composition provoque une augmentation sur la masticabilité-TPA du produit. D'ailleurs, l'adhésivité-TPA est influencé de façon négative par le taux de matière grasse dans l'extrait sec et le temps de traitement thermique. Il est à remarquer que toutes les interactions, du premier ordre, entre les facteurs de composition exercent une influence, soit positive soit négative, sur la masticabilité-TPA du "Requeijão tradicional".

Gupta et al. (1990), en étudiant les caractéristiques texturales du fromage Khoa, par rapport à leur composition, ont trouvé qu'une augmentation en extrait sec est suivie d'une augmentation importante de la masticabilité-TPA.

Le coefficient de détermination de la régression multilinéaire des coefficients est : $R^2 = 0,66$.

L'équation ci-dessous représente le modèle obtenu sur la masticabilité-TPA.

Masticabilité (N)= 0,545 + 0,099 MS - 0,118 G/S - 0,080 TT + 0,386 SF - 0,039 MS*G/S - 0,094 MS*TT + 0,080 MS*SF + 0,033 G/S*TT - 0,11 G/S*SF - 0,081 TT*SF

Tableau III.9.
Analyse de régression multilinéaire avec les effets obtenus pour la masticabilité-TPA.

Variables	Effets	Degré de Signification.
Moyenne	0,545	
1 = MS (%)	0,099	***
2 = G/S (%)	-0,118	***
3 = TT (mn)	-0,080	***
4 = SF (%)	0,386	***
12	-0,039	**
13	-0,094	***
14	0,080	***
23	0,033	**
24	-0,111	***
34	-0,081	***

** P > 99% ; *** P > 99,99%

1.2.8. Influence de la composition sur la vitesse ultrasonore.

Le sel de fonte agit négativement sur la vitesse ultrasonore dans le Requeijão. Lorsqu'on augmente la concentration en sel de fonte, la vitesse ultrasonore diminue.

Ceci peut être expliqué par le fait que l'utilisation des sels de fonte confère une structure homogène au fromage fondu pendant le processus de fusion. De plus les sels de fonte dispersent, hydratent et solubilisent les constituants de la protéine ; à son tour cette évolution augmente

l'émulsification de la matière grasse et stabilise l'émulsion (Caric et al., 1985).

La contribution de l'extrait sec, de la matière grasse dans l'extrait sec et du temps de traitement thermique pour expliquer ces effets, est importante car ces facteurs influent positivement la vitesse ultrasonore à P > 99,99% (Tableau III.10). De plus toutes les interactions du premier et du deuxième ordre, sont aussi significatives.

Tableau III.10
Analyse de régression multilinéaire avec les effets obtenus pour la vitesse ultrasonore.

Variables	Effets	Degré de Signification.
Moyenne	888,94	
1 = MS (%)	20,13	***
2 = G/S (%)	20,50	***
3 = TT (mn)	30,25	***
4 = SF (%)	-596,50	***
12	44,88	***
13	15,13	***
14	-15,63	***
23	24,00	***
24	-15,25	***
34	-35,25	***

*** P > 99,99%

Le coefficient de détermination de la régression multilinéaire des coefficients est : $R^2 = 0,86$.

Le modèle obtenu est representé par l'équation ci-dessous.

Vitesse (m/s)= 888,94 + 20,13 MS + 20,50 G/S + 30,25 TT - 596,50 SF + 44,88 MS*G/S + 15,13 MS*TT - 15,63 MS*SF + 24,00 G/S*TT -15,25 G/S*SF - 35,25 TT*SF

Le Tableau III. 11 montre une récapitulation de l'analyse de variance avec les effets obtenus par l'analyse de régression multilinéaire pour chaque paramètre rhéologique.

L'analyse de variance a permis de déterminer les principaux effets responsables de la variation des différents paramètres rhéologiques ainsi que leurs tendances.

Le paramètre force à 10 mm de pénétration (F10) est significativement lié à la matière sèche (P > 99,99%) et à la matière grasse dans l'extrait sec (P > 99,99%). La force F10 est liée aussi au taux de sel de fonte et au temps de traitement thermique à P > 99%. Bien que le taux de matière grasse et le temps de traitement thermique sont importantes pour la force F10, leur interaction n'est pas d'influence sur ce paramètre.

La fermeté-TPA, elle aussi est significativement liée à la matière sèche (P > 99,99%), à la matière grasse dans l'extrait sec (P > 99,99%), au temps de traitement thermique (P > 99,99%) et au taux de sel de fonte à P > 99%. Toutes les interactions du premier ordre sont influentes sur la fermeté - TPA.

Les paramètres cohésion-TPA et élasticité-TPA ont les mêmes comportements vis-à-vis du taux de matière sèche et du taux de matière grasse (P > 99,99%). Ils sont liés à la concentration en sel de fonte, mais le temps de traitement thermique n'a pas d'effet sur la cohésion - TPA.

Le caractère collant est influencé par la taux de matière sèche et le taux de matière grasse (P > 9999%), tandis que l'adhésivité-TPA est lié significativement (99,99%) au taux de matière grasse et au taux de sel de fonte. L'adhesivité n'est pas liée à la matière sèche.

La masticabilité et la vitesse ultrasonore ont le même comportement par rapport aux paramètres de fabrication du "Requeijão tradicional". La masticabilité et la vitesse ultrasonore sont liées à tous les facteurs de fabrication à P > 99,99%.

Tableau III.11
Tableau récapitulatif de la régression multilinéaire reliant les divers paramètres de fabrication aux paramètres rhéologiques.

Paramètre mesuré	MS (1)	G/S (2)	TT (3)	SF (4)	1*2	1*3	1*4	2*3	2*4	3*4
Force	***	***	**	**	***	n.s.	***	**	**	**
Fermeté	***	***	***	**	***	***	***	**	***	***
Cohésion	***	***	n.s.	***	***	**	***	**	***	n.s.
Elasticité	***	***	*	***	***	**	***	*	**	n.s.
Caractère Collant	***	***	n.s.	***	n.s.	n.s.	**	*	**	n.s.
Adhésivité	n.s.	***	**	***	**	*	n.s.	*	n.s.	**
Masticabilité	***	***	***	***	**	***	***	**	***	***
Vitesse Ultrasonore	***	***	***	***	***	***	***	***	***	***

MS, G/S, TT et SF expriment respectivement la matière sèche, la matière gras dans l'extrait sec, le temps de traitement thermique et la concentration en sel de fonte.

*P > 95% ; ** P > 99% ; *** P > 99,99% n.s. = non significatif

L'impact significatif des variables de composition sur les paramètres texturaux du Requeijão, montré ci-dessus, donne une indication de l'importance de ces facteurs sur la détermination de la texture de ce produit.

3. Corrélations entre les divers paramètres instrumentaux.

La matrice de corrélations (Tableau III. 12), obtenue pour les 17 produits, fait apparaître une corrélation élevée, positive, entre les forces mesurées par compression (F70) et par pénétration (F10) (Figure III.2). Cette corrélation élevée est une caractéristique qui révèle que les forces mesurées par compression et par pénétration sont liées et sont semblables, en ce qui concerne la fermeté. Ceci, montre bien, que la compression et pénétration peuvent être utilisées indistinctement pour évaluer la fermeté instrumentale des fromages.

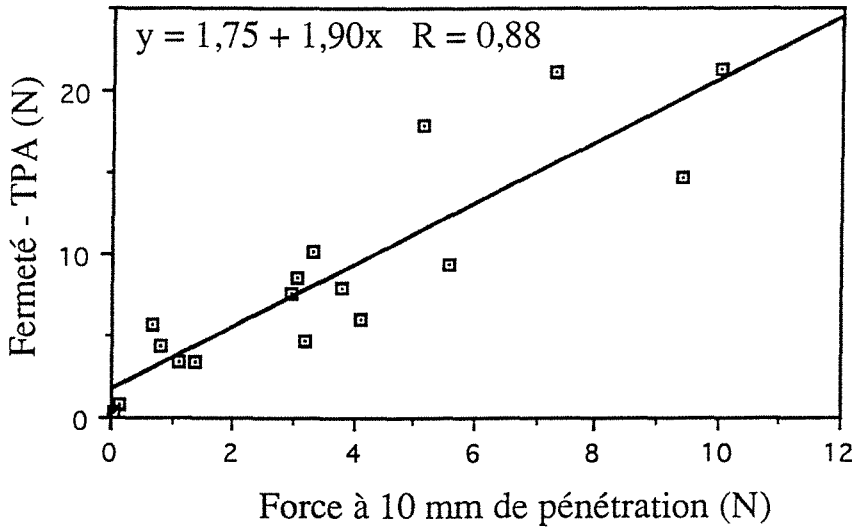


Figure III.2
Fermeté-TPA en fonction de la force à 10 mm de pénétration

On remarque aussi qu'il existe une bonne corrélation entre la fermeté-TPA et le caractère collant-TPA (Figure III.3) et une très forte corrélation entre l'elasticité-TPA et la Cohésion-TPA (Figure III. 4).

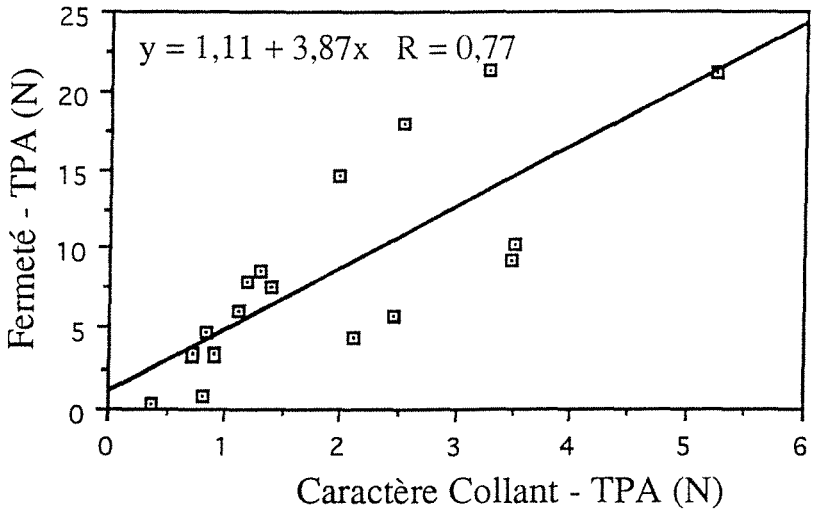


Figure III.3
Fermeté-TPA en fonction du caractère collant-TPA

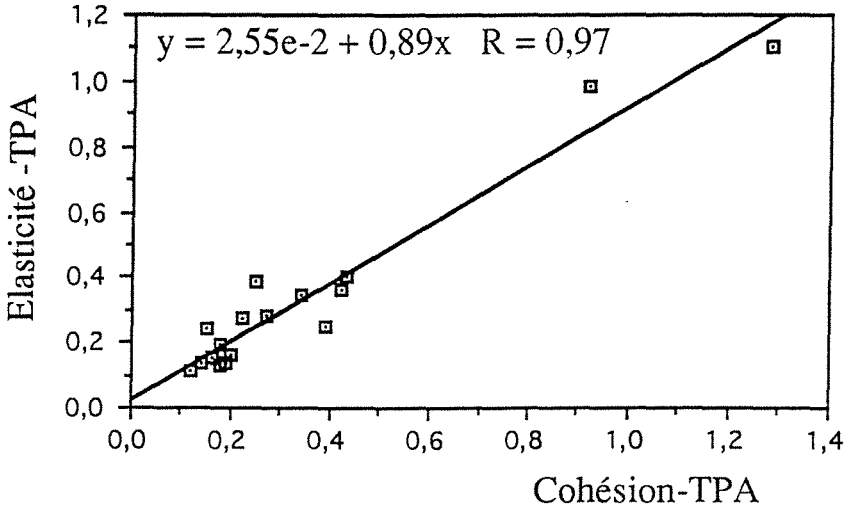


Figure III.4
Elasticité-TPA en fonction de la cohésion-TPA

Hennequin et Hardy (1993), ont trouvé de fortes corrélations entre l'élasticité-TPA et la cohésion-TPA au bord et au centre des fromages à pâte molle et les auteurs suggèrent que ces deux paramètres correspondent peut-être à la mesure instrumentale d'une même grandeur sensorielle.

La corrélation négative observée entre les forces mesurées par compression (F70) et par pénétration (F10) et la cohésion-TPA indique qu'une augmentation des forces provoque une diminution de la cohésion. D'ailleurs, le caractère collant-TPA présente une relation opposée avec les forces F70 et F10.

La vitesse des ultrasons ne présente pas de corrélation avec les forces mesurées par compression (F70) et par pénétration (F10). D'ailleurs, des corrélations négatives ont été observées entre la vitesse des ultrasons et la masticabilité-TPA, l'élasticité-TPA, la cohésion-TPA et le caractère collant-TPA. Une corrélation positive est observée entre la vitesse ultrasonore et l'adhésivité-TPA.

Les hautes corrélations observées entre le caractère collant et la masticabilité et l'élasticité et la cohésion indiquent qu'on peut representer l'un ou l'autre indistinctement, comme un moyen de simplifier le contrôle de qualité du Requeijão.

Tableau III.12
Matrice de corrélations des divers paramètres instrumentaux.

	F10	F70	Vit.	Cohe.	Mast.	Coll.	Adhe.	Elst.
F10	1,00							
F70	0,88***	1,00						
Vit.	0,04 n.s	0,06 n.s	1,00					
Cohe.	0,55*	- 0,54*	-0,51*	1,00				
Mast.	0,21 n.s	0,43 n.s	-0,70***	0,15 n.s	1,00			
Coll.	0,59**	0,78***	-0,46*	0,29 n.s	0,84***	1,00		
Adhe.	- 0,49*	0,43 n.s	0,49*	0,06 n.s	0,35 n.s	0,42 n.s	1,00	
Elst.	- 0,50*	0,45 n.s	-0,57*	0,97***	0,27 n.s	0,21 n.s	0,08 n.s	1,00

* P > 95% ; ** P > 99% ; *** P > 99,99% ; n.s. = non significatif.

Le signe négatif indique une corrélation négative.

Les valeurs du coefficient de détermination pour toutes corrélations significatives à 5 et 1% montrent que, malgré l'existence d'une relation assez étroite entre les deux variables, la prévision qu'on pourrait faire pour l'une d'entre elles, en fonction de l'autre, serait peu précise.

4. Composition chimique des Requeijões.

Le Tableau III.13 montre la composition chimique des produits obtenus lors de l'utilisation du plan d'expérience.

Tableau III.13
Composition chimique des Requeijões.

PRODUITS	NT (%)	NS (%)	NPN (%)	EST (%)	MG (%)	pH	Ca (ppm)	Na (ppm)	K (ppm)
1	2,98	0,17	0,08	40,35	18,50	5,16	342	886	502
2	3,62	0,25	0,03	49,00	22,00	5,03	510	808	723
3	1,95	0,07	0,03	41,00	27,00	4,91	289	777	503
4	2,61	0,22	0,11	50,22	32,00	4,90	290	850	555
5	2,99	0,39	0,07	39,61	18,50	5,08	268	992	565
6	3,51	0,26	0,06	49,00	22,00	5,01	465	780	638
7	2,08	0,17	0,04	39,75	25,50	4,92	269	1057	766
8	2,06	0,13	0,03	49,77	33,00	4,93	246	1123	579
9	2,29	0,16	0,03	40,26	18,50	5,72	335	2200	588
10	3,02	0,21	0,04	48,80	21,50	5,65	518	1942	235
11	1,64	0,20	0,04	40,29	25,50	5,58	249	1624	603
12	1,78	0,17	0,03	48,85	32,00	5,59	307	1630	505
13	2,88	0,21	0,06	41,05	18,00	5,56	232	1878	485
14	3,29	0,24	0,10	49,00	22,00	5,56	465	2130	243
15	1,45	0,09	0,01	41,03	26,50	5,69	274	1542	582
16	1,82	0,30	0,07	51,16	33,00	5,54	233	1948	569
Int	2,35	0,15	0,03	45,48	25,00	5,48	347	760	635

Le pH des fromages a varié de 4,90 à 5,72, la teneur en eau de 48,84 à 60,39%. Les fromages fondus à tartiner sont généralement caractérisés par une teneur en eau 44 à 60% alors que leur pH est

habituellement compris entre 5,0 et 6,5 (Shimp, 1985). D'après Kombila-Moundounga et Lacroix (1991), les effet lineaires et quadratiques de NaCl expliquent plus de 87% de la variation totale du pH entre les fromages expérimentaux. Le NaCl provoquerait un échange d'ions Na^+ avec H^+ des groupements NH_2^+ des protéines du lait, entraînant une libération d'ions H^+ dans le milieu et une baisse du pH (Abd-El-Salam et al., 1987).

4.1. Contributions des paramètres physicochimiques à la variation des propriétés texturales des fromages

Une analyse de régression multiple a été pratiquée sur l'ensemble des fromages afin de déterminer les contributions des variables physicochimiques sur les propriétés texturales (Tableau III. 14).

Tableau III.14
Contribution texturale des variables physicochimiques.

Paramètres texturaux	Paramètres physicochimiques introduits par l'analyse	
F10	(+) NT *** (0,74)	(+) Ca *** (0,73)
F70	(+) NT *** (0,76)	(+) Ca *** (0,81)
Elasticité-TPA	(-) NT ** (0,61)	(+) pH * (0,58)
Cohésion-TPA	(-) NT ** (0,66)	(+) pH * (0,55)
Masticabilité-TPA	(+) pH ** (0,66)	(+) Na *** (0,75)
Vitesse ultrasonore	(-) pH *** (0,96)	(-) Na *** (0,78)
Caractère collant-TPA	(+) Ca * (0,49)	(+)Na * (0,60)
* P > 95% ; ** P > 99% ; *** P > 99,99%		

N.B. Le signe effecté à chaque paramètre correspond à une corrèlation positive ou négative.

Nous pouvons constater que la teneur en azote total, la teneur en calcium et le pH sont les trois principales variables explicatives des propriétés texturales du Requeijão.

Les teneurs en azote total et en calcium interviennent sur la fermeté évaluée par pénétrométrie (F10) et par compression (F70) par des corrélations positives, alors que la teneur en azote total agit sur la cohésion et l'élasticité par des corrélations négatives. L'influence de l'azote total sur la fermeté du fromage fondu a déjà été observée par Younis, et al. (1991) lors d'une étude sur la comparaison de trois méthodes de mesures de la texture du fromage fondu. Ces auteurs rapportent aussi une corrélation négative de la teneur en azote total et la cohésion et une absence de corrélation avec l'adhésivité et l'élasticité.

5. Evaluation sensorielle de certaines propriétés du "Requeijão tradicional"

Le Tableau III.15 présente les valeurs des forces obtenues en pénétration et en compression sur 9 fromages ainsi que les mesures obtenues par l'évaluation sensorielle.

Les produits font partie d'un plan d'expériences fractionnaire en trois répétitions (Cf. Tableau II.1) et les valeurs sont les moyennes de trois mesures. Le coefficient de variation n'excède pas 10% pour chaque paramètre textural. Les valeurs des mesures sensorielles sont les moyennes obtenues avec les 15 membres du jury.

Tableau III.15
Mesures instrumentales et sensorielles du Requeijão.

Produits	F10 (N)	F70 (N)	Fermeté sensorielle	Cohésion sensorielle	Elasticité sensorielle	C. collant sensorielle
1	0,35	0,59	8,44	3,67	5,35	7,06
2	0,13	1,29	8,36	3,98	6,33	6,57
3	2,17	5,55	6,36	2,99	5,33	6,59
4	0,55	5,82	7,92	2,72	5,83	4,78
5	2,41	4,66	10,47	2,27	5,03	4,67
6	4,12	11,74	16,87	2,39	3,21	2,00
7	4,29	9,57	18,20	1,20	1,13	1,93
8	0,64	4,36	6,75	2,99	6,60	5,60
9	2,93	7,58	10,80	2,54	4,83	4,77

5.1. Corrélations entre les mesures instrumentales et les mesures sensorielles

Les coefficients de corrélation ont été calculés entre les deux types de mesures (sensorielle et instrumentale) ayant pour objectif d'évaluer quel type de mesure rhéologique est la plus convenable pour l'évaluation des caractéristiques texturales du Requeijão. Les coefficients de corrélation et leurs niveaux de signification sont indiqués dans le Tableau III.16.

La force à 10 mm de pénétration est corrélée positivement avec la fermeté sensorielle et négativement avec la cohésion, l'élasticité et le caractère collant sensoriels, tandis que la fermeté-TPA est corrélée positivement avec la fermeté sensorielle et négativement avec la cohésion, l'élasticité et le caractère collant sensoriels.

Tableau III.16
Corrélations entre les mesures instrumentales et les mesures sensorielles.

	Mesures instrumentales			
Mesures sensorielles	Force (pénétration)	Force (compression)	Cohésion	Caractère collant
Fermeté	0,85 **	0,76 *	0,41 n.s.	0,60 n.s.
Cohésion	-0,83 **	-0,79 *	0,73 *	-0,34 n.s.
Elasticité	-0,87 **	-0,73 *	0,45 n.s.	-0,41 n.s.
Caractère collant	-0,84 **	-0,90 ***	0,46 n.s.	-0,72 *

* P > 95% ; ** P > 99% ; *** P > 99,99% ; n.s. = non significatif
Le signe négatif indique une corrélation négative.

Stampanoni et Noble (1991a), en utilisant des fromages expérimentaux du type fondu ont trouvé de hautes corrélations entre les mesures de la fermeté sensorielle et la pénétration obtenue à 55% de déformation. D'ailleurs, les auteurs n'ont pas trouvé de corrélation significative entre les mesures sensorielles et la force à 80% de compression. L'adhésivité sensorielle a été corrélée significativement avec l'adhésivité instrumentale.

Imoto et al. (1979), ont montré que la fermeté instrumentale est corrélée significativement avec la fermeté sensorielle à tous les taux de compression. Ces mêmes auteurs, en étudiant le taux de compression sur les propriétés mécaniques des fromages, ont montré que le taux de compression pour lequel une propriété mécanique est bien corrélée avec l'évaluation sensorielle, dépend de la propriété mécanique étudiée.

Lee et al., (1978) ont étudié les caractéristiques texturales de plusieurs variétés de fromages par voie instrumentale et sensorielle et ont trouvé des corrélations importantes entre ces caractéristiques. Ces auteurs ont trouvé que la fermeté sensorielle est corréle significativement avec la force par compression, l'adhésivité et la masticabilité.

Thomas et al., (1970) ont développé quatre instruments et ont modifié un pénétromètre commercial pour mesurer les propriétés physiques du fromage fondu. Ces mesures ont été corrélées avec les mesures sensorielles obtenues par deux groupes : un groupe entraîné et un groupe non entraîné. La fermeté instrumentale a été corrélée positivement avec les mesures sensorielles obtenues par les deux groupes (entraîné et non entraîné), tandis que les mesures obtenues avec le pénétromètre modifié et à 15, 30 et 60 secondes ont été corrélées négativement avec les mesures sensorielles. Le caractère collant instrumental a été corrélé négativement avec les mesures obtenues par le groupe entraîné quand les auteurs utilisent un de ces équipements.

Les coeficients de corrélations obtenus entre les forces enregistées en pénétration et compression et les résultats d'analyse sensoriels (Figure III.5) montrent qu'il existe des corrélations significatives importantes entre les deux méthodes. Les corrélations existantes entre les mesures instrumentales et sensorielles indiquent que ces propriétés texturales du "Requeijão tradicional"peuvent être mesurées objectivement.

Le caractère collant du fromage fondu est une importante propriété physique et son effet d'acceptabilité par le consommateur s'accroît lors de son utilisation pour les sandwiches.

La Figure III.5 montre les corrélations obtenues entre les forces enregistrées en pénétration et en compression et les divers paramètres perçus par l'analyse sensorielle.

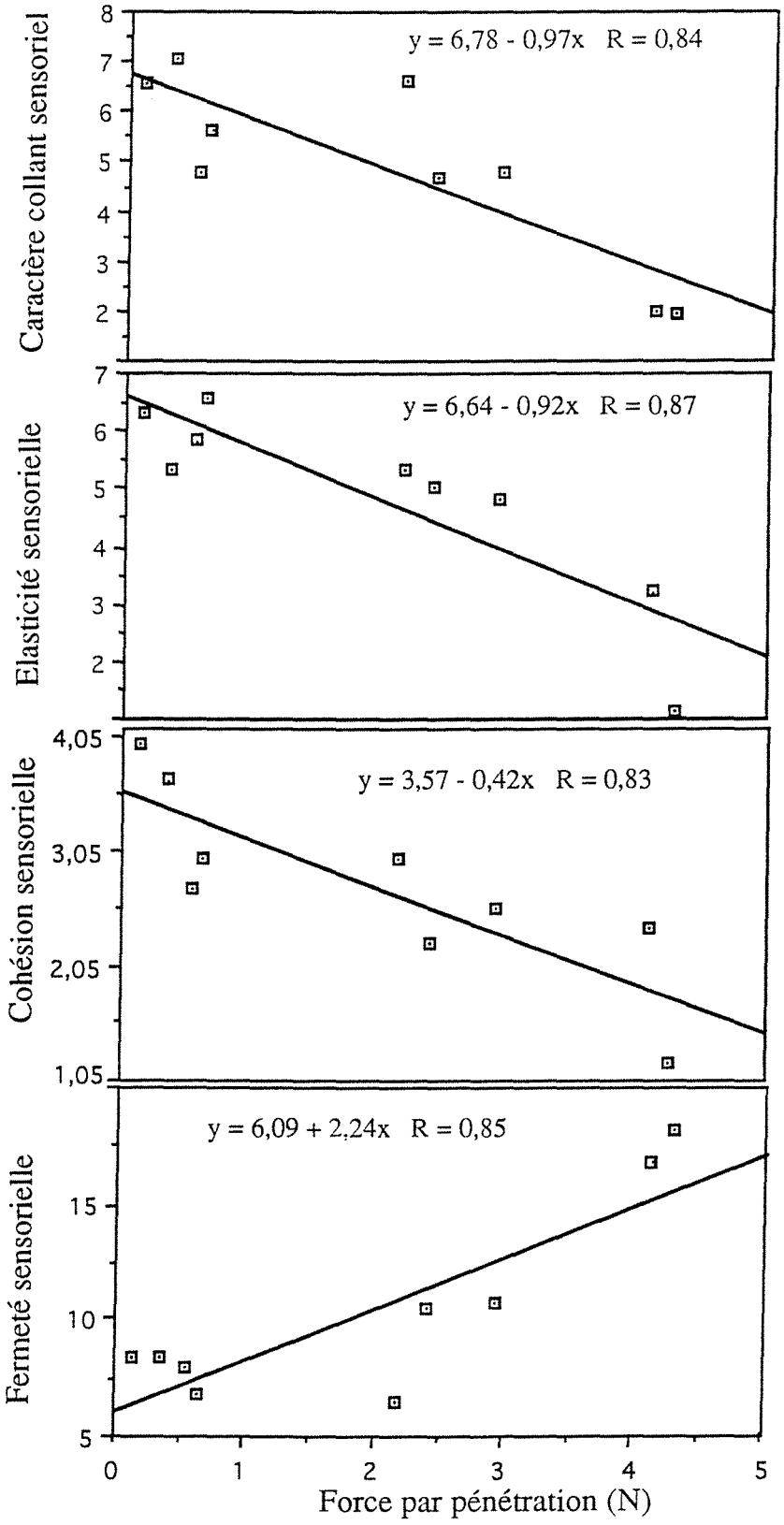


Figure III.5 a - Force à 10 mm de pénétration en fonction des mesures des paramètres perçus en analyse sensorielle par le jury

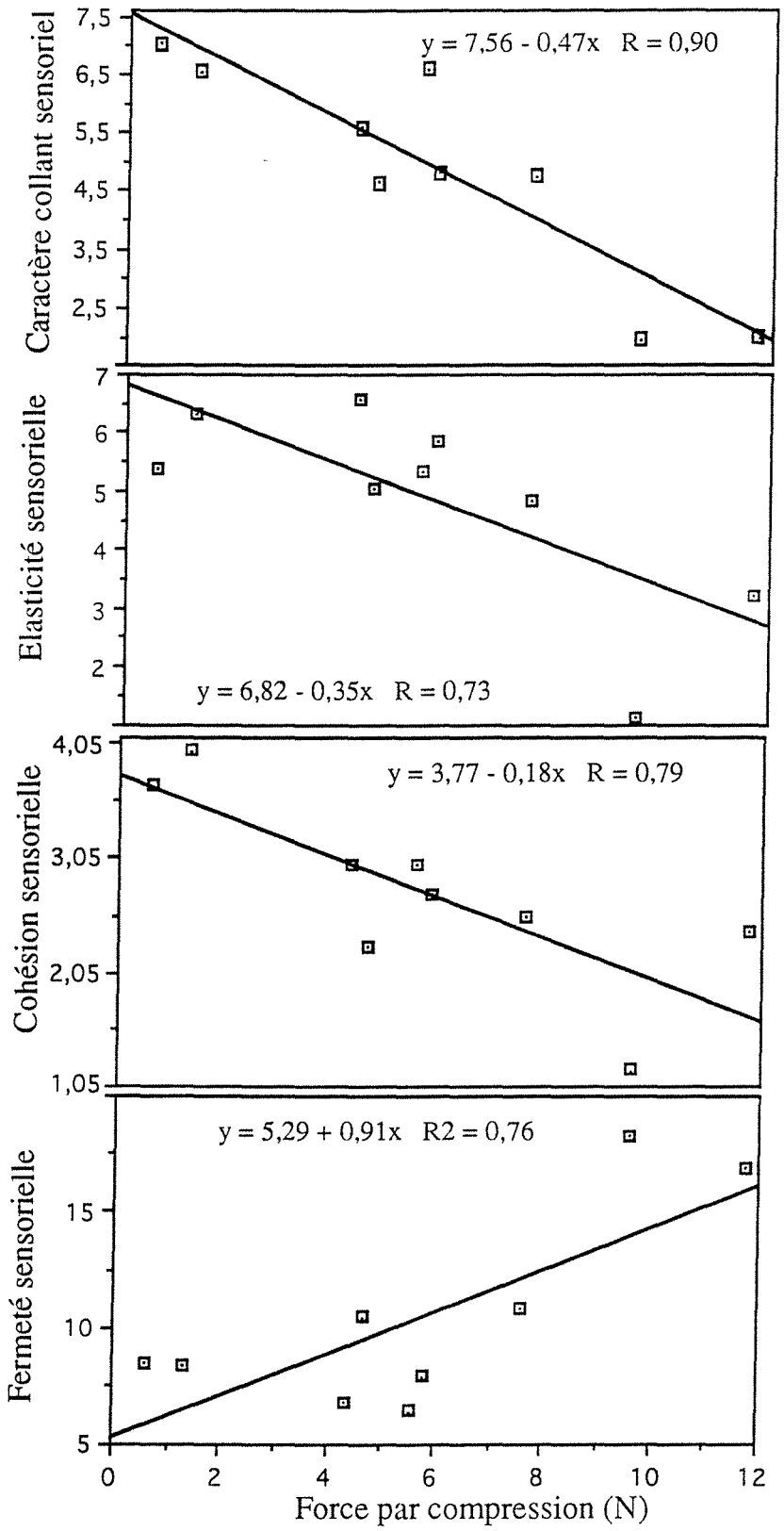


Figure III.5 b - Force par compression en fonction des mesures des paramètres perçus en analyse sensorielle par le jury

Une analyse de variance (Anova) comparative des propriétés texturales évaluées des mesures instrumentales et sensorielles et entre les produits, a été faite (ANEXE 1). L'analyse de variance de la fermeté instrumentale montre que les produits sont tous différents entre eux à $P > 99\%$.

Parmi les 36 combinaisons possibles le jury a constaté une différence de la fermeté, seulement, entre les produits P1 x P4; P3 x P8 et P5 x P9, ce qui montre la haute performance du jury.

6. Identification de la courbe typique du processus de crémage du fromage fondu par la méthode ultrasonore

L'évolution du processus de crémage de trois types de fromages fondus a été suivie au cours du refroidissement : à température ambiante et à température de 4°C (Figures III.6 et III.7). Les produits ont été fabriqués comme décrit au paragraphe 5.2. du Chapitre II.

En général, nous observons sur les figures suivantes trois zones distinctes suivant les produits:

a) Pour les produits refroidis à température ambiante

- phase liquide jusqu'à 65°C
- phase de solidification 65°C à 55°C
- phase solide dynamique 55°C à 22°C
- phase solide statique an dessous de 22°C

b) Pour les produits refroidis à température de 4°C

- phase liquide jusqu'à 65°C
- phase de solidification 65°C à 55°C
- phase solide dynamique 55°C à 28°C
- phase solide statique an dessous de 28°C

Le fromage fondu fabriqué avec du fromage Emmental, et le Requeijão fabriqué avec de l'huile d'arachide, en substitution à le crème fraîche, ont les mêmes comportements jusqu'à 39°C, lorsqu'ils sont

refroidi à température ambiante et jusqu'à 28°C lorsqu'ils sont refroidi dans une chambre à 4°C. La réaction du Requeijão avec l'huile végétale se stabilise à 27°C pour le refroidissement à température ambiante et à 23°C pour le refroidissement dans la chambre à 4°C. La réaction du fromage fondu à partir de l'Emmental se stabilise à 28°C pour le refroidissement à température ambiante et à 18°C pour le refroidissement dans la chambre à 4°C. La courbe obtenue pour le Requeijão refroidi à température ambiante est semblable à celles des autres produits, mais l'augmentation de la vitesse ultrasonore dans ce produit est plus importante jusqu'à 39°C : température où la réaction est stabilisée. A partir de cette température la vitesse des ultrasons est constante. Pour le refroidissement dans la chambre froide, le Requeijão présente le maximum de la réaction à partir de 41°C jusqu'à 33°C et se stabilise complètement à 23°C.

Ces résultats confirment la théorie que le fromage fondu refroidi dans une température de 4°C est plus crémeux que celui refroidi à température ambiante.

D'ailleurs, les courbes montrent que la température où s'arrête l'épisode de crémage dépend de la température utilisée pour le refroidissement. A la température ambiante le temps de refroidissement du produit est beaucoup moins important que le refroidissement dans une chambre à 4°C.

D'après Bonell (1971), la prolongation du crémage provoque un appauvrissement de la capacité d'hydratation des protéines, d'où le risque que de faibles perturbations du système (pH, température) puissent entraîner l'effondrement de l'ensemble.

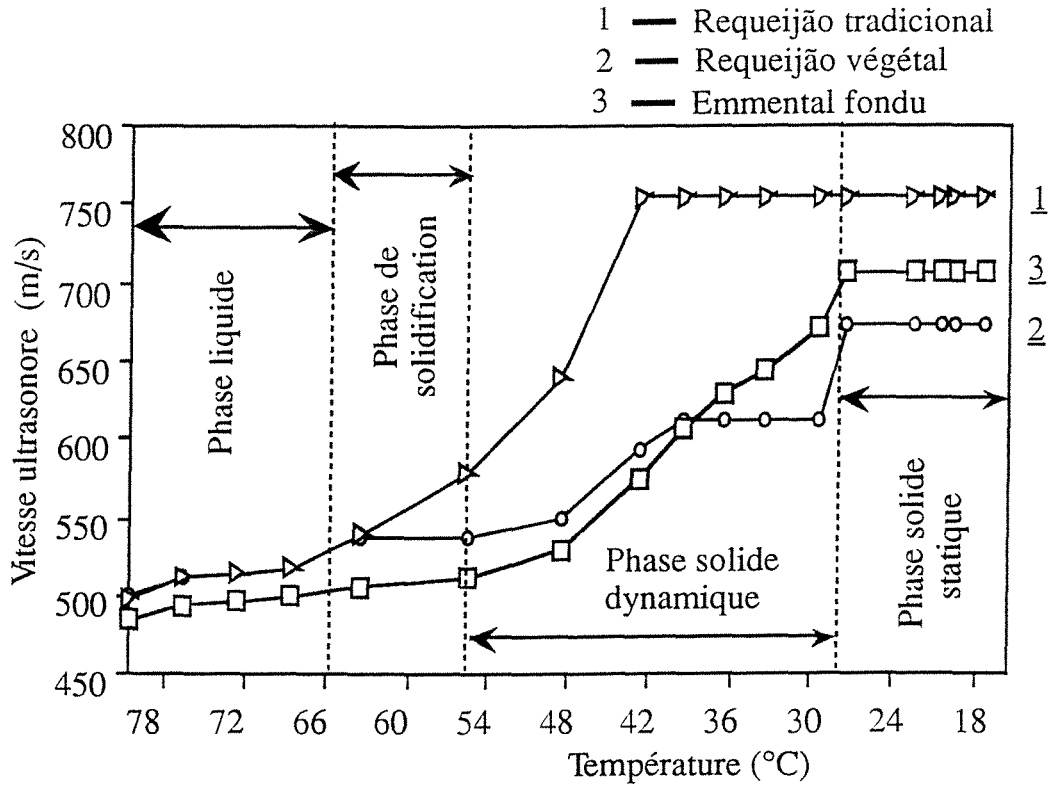


Figure III.6
Variation de la vitesse ultrasonore des fromages fondus de comportement différents, pendant le refroidissement à température ambiante.

Les figures III.6 et III.7 montrent que la phase solide dynamique pour l'Emmental fondu est plus importante qui pour les autres fromages. Cela est peut être due aux types de protéines (chaîne courte) et au type de matière grasse présente dans l'Emmental fondu.

Les différences de la vitesse ultrasonore pour les trois types de fromages au cours du refroidissement est surtout due au type de matière grasse de chaque fromage.

D'ailleurs dans la phase de solidification dynamique des fromages refroidis à température de 4°C, les réactions sont plus importantes que celles des fromages refroidis à température ambiante.

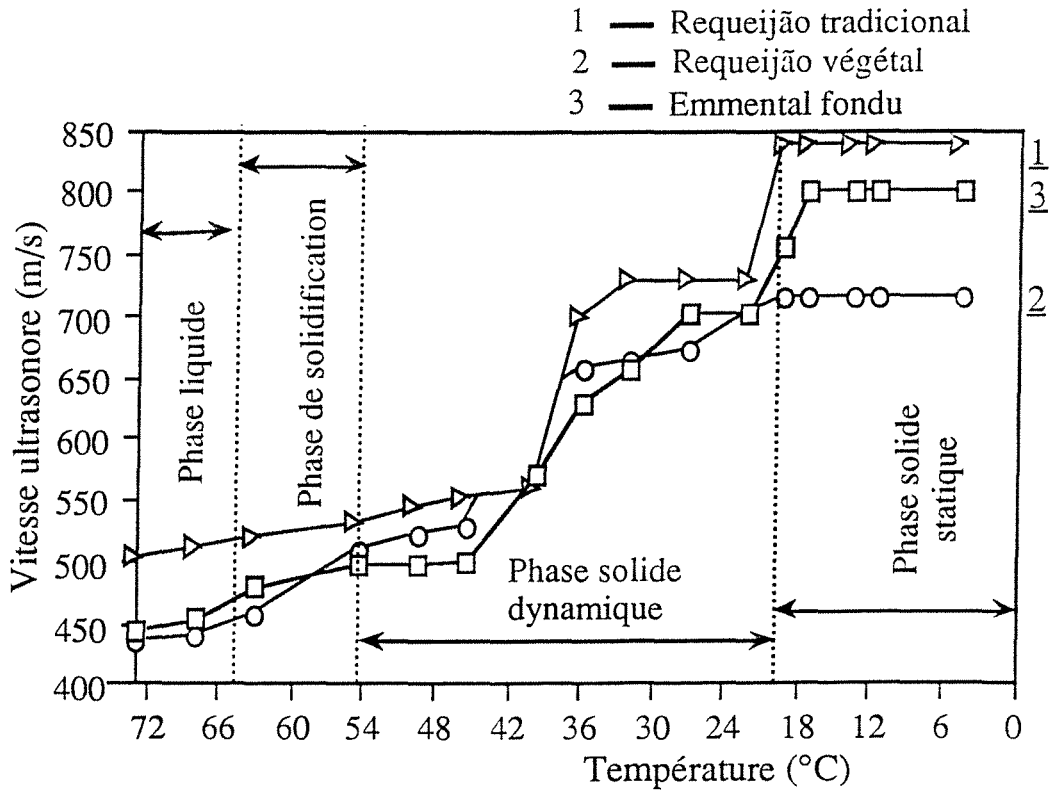


Figure III.7
Variation de la vitesse ultrasonore des fromages fondus de comportement différent, pendant le refroidissement dans une chambre à 4°C.

7. Détermination de la couleur du "Requeijão tradicional" à travers plusieurs illuminants

La Figure III.8 montre les courbes de réflectance en fonction de la longueur d'onde de la source lumineuse de seize Requeijões ayant des compositions différentes (Cf. Tableau II.2).

Les produits 7 et 15 (P7 et P15) ont été pris comme les extrêmes : c'est-à-dire, P7 est le produit plus clair et P15, le produit plus foncé. En fait, la clarté du P7 est de beaucoup supérieure à clarté du P15. La clarté des autres produits est intermédiaire.

La surface comprise entre la courbe et l'axe X est en relation avec la clarté "L". Plus la surface est grande plus la clarté de l'objet est élevée.

Les longueurs d'ondes des radiations visibles situées entre le violet et le rouge du spectre du visible, s'étalent de 400 à 700nm environ.

L'absorption sélective de certaines radiations à certaines longueurs d'onde détermine la couleur des objets. Par exemple, les objets jaunes ont la caractéristique d'absorber la lumière dans le bleu, et de même les objets rouges celles d'absorber la lumière dans le vert, etc...

Il faut se rappeler que "L" est la luminance ou la clarté qui va de 0 (pour le noir absolu) à 100 (pour le blanc absolu) et que plus c* est grand, plus la couleur est pure.

A partir de ces courbes, qui sont les invariants des objets, on peut utiliser des illuminants ayant une énergie lumineuse différente en fonction de la longueur d'onde ; d'où les valeurs des coordonnés chromatiques L, a*, b*, c* et h* varient, parce que la couleur de ces objets change en fonction de l'illuminant.

Les courbes montrent que la couleur des produits change suivant la composition physicochimique et le procédé de fabrication des fromages, comme c'est le cas des produits 7 et 15 où la seule variation a été la concentration en sel de fonte (P7 = 0,5% et P15 =4,0%).

L'analyse de régression multilinéaire pour des valeurs des coordonnés chromatiques L, a* et b* en fonction des illuminants D55, D65 et D75 (tableau III. 17) montre que la couleur du "Requeijão est liée au taux de sel de fonte ($P > 99,99\%$) et à $P > 99\%$ pour tout les illuminants. Pour la clarté "L" en fonction des illuminants D55 et D65, le temps de traitement thermique n'a aucun effet sur le changement de la couleur des produits. La matière grasse; elle ausi, n'a pas d'effet sur la clarté, lorsqu'on utilise l'illuminant D55.

D'après Berger (1988), les sels de fonte influencent la couleur des fromages fondus, car ils provoquent un changement de ton, comme c'est le cas, quand on utilise le citrate de sodium. En ce qui concerne l'orthophosphate et le polyphosphate aucune influence sur la couleur n'est constatée, selon l'auteur.

Le sel de fonte, la matière grasse dans l'extrait sec et la matière sèche, respectivement sont les paramètres les plus influents, pour le changement de la couleur du "Requeijão tradicional".

Tableau III. 17
Analyse de la Régression multilinéaire des coordonnés chromatiques L, a* et b*

	L			a*			b*		
Variables	D55	D65	D75	D55	D65	D75	D55	D65	D75
1 = MS	**	**	***	**	n. s.	n. s.	***	***	***
2 = G/S	n. s.	**	n. s.	***	***	***	***	***	***
3 = TT	n. s.	n. s.	**	**	***	**	***	***	***
4 = SF	***	***	***	***	***	*	***	***	***
12				n. s.		n. s.			
13									
14				n. s.				n. s.	
23				n. s.					
24						n. s.			
34				n. s.					

* P < 95% ; **P > 99% ; ***P > 99,99%

Les espaces vide correspond à des interactions significatives entre les facteurs de composition.

Nous avons utilisé huit illuminants différents pour sélectionner celui ou ceux qui permettent d'observer les différences les plus significatives en fonction des traitements et procédés de fabrication.

L'analyse de régression multilinéaire a permis déterminer les illuminantes les plus appropriés pour l'analyse de la couleur du Requeijão. Les illuminants D55, D65 et D75 se sont avérés les plus adéquats, tandis que les illuminants A et C ne permettent pas d'identifier des différences entre la couleur des produits étudiés.

Les valeurs de L, a*, b*, c*, h*, dC, dE et la Réflectance des produits mesurés sur plusieurs illuminants sont dans les Annexes 2 à 9.

Ainsi dans d'autres travaux nous pouvons suivre les étapes de fabrication du fromage fondu avec le plus grande précision en ce qui concerne les changements de coordonnées chromatiques a* et b*, et la clarté L.

Dans un travail plus complèt sur la couleur de fromages fondus, pour le futur, une étude mathématique fine des courbes de réflectance est possible à l'aide des développements en séries de FOURIER.

En effet on peut considérer que les courbes de réflectance d'une même famille de produits, ont des réponses voisines entre elles, peuvent être assimilées à des répétitions périodiques ou cycliques du même phénomène, entre les bornes 400 et 700nm.

Le développement en séries de FOURIER appellera des coefficients de fonction sinusoïdale différents selon les traitements et l'on pourra étudier les significations de ces coefficients.

Généralement ces coefficients sont nombreux et permettent de discriminer l'allure des courbes de réflectance des groupes, donc d'affiner l'étude de différences entre eux, même si elles sont faibles (JANIN et al. 1990).

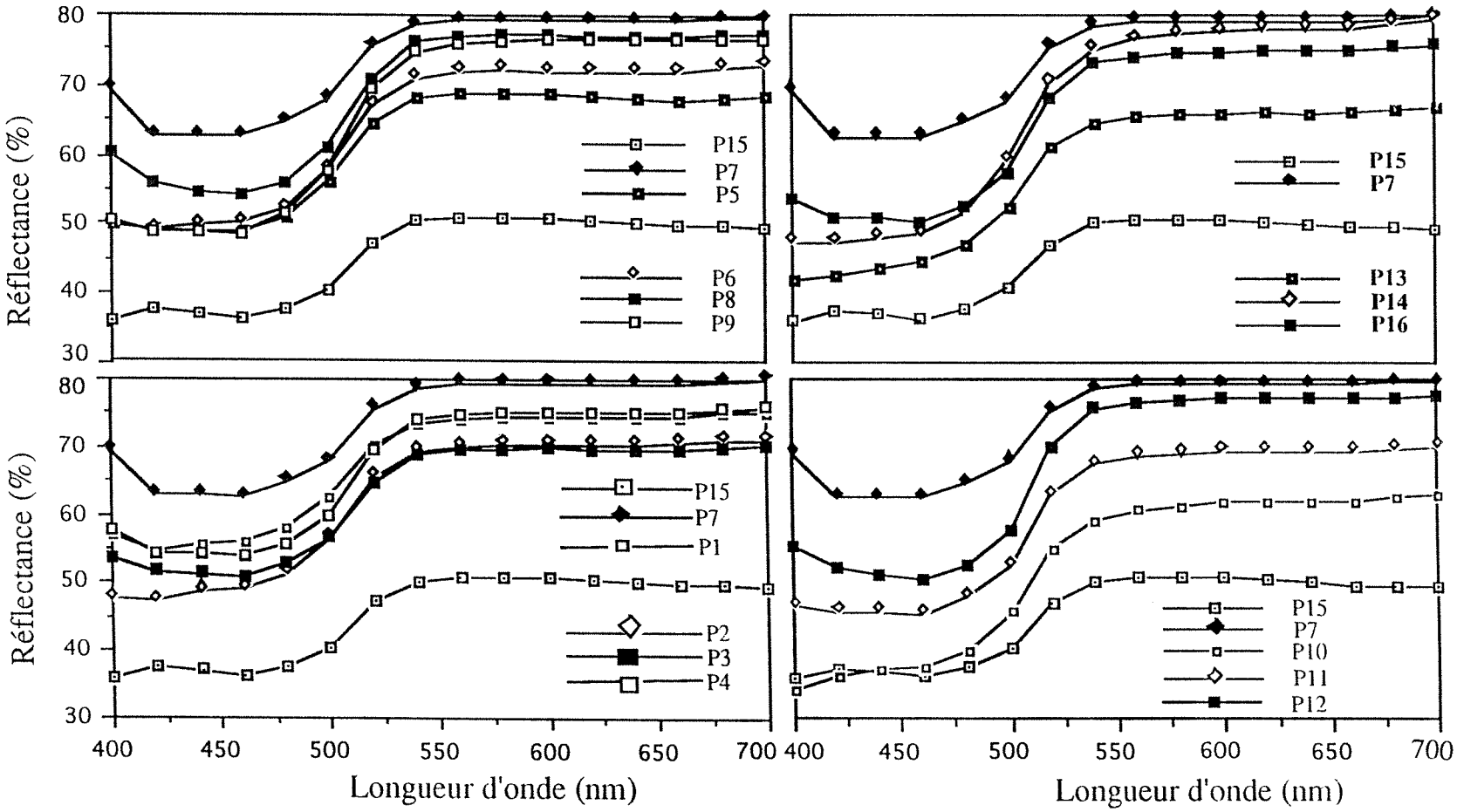


Figure III. 8
Comparaison des courbes de Réflectance ou "invariant" en fonction de la longueur d'onde entre les échantillons extrêmes

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail était d'étudier l'influence des divers paramètres de composition et du traitement thermique sur les propriétés texturales du "Requeijão tradicional" : un fromage brésilien de type fondu.

Dans ce contexte et pour répondre à ces objectifs, nous avons consacré un peu de temps pour l'élaboration d'un plan expérimental, car il y avait plusieurs paramètres à étudier : taux de matière sèche, taux de matière grasse dans l'extrait sec, concentration en sel de fonte et temps de traitement thermique. Dans ce sens nous avons pu : a) fixer le processus de fabrication conformément la technologie connue b) déterminer les niveaux appropriés pour les paramètres du processus de fabrication c) définir des tolérances pour les paramètres du processus : tolérances identifiées comme essentielles dans la phase précédente.

Le test de pénétrométrie par tige à 10 mm de pénétration et le profil d'analyse de texture ont été utilisés pour l'évaluation instrumentale des caractéristiques texturales telles que la fermeté, la cohésion, l'élasticité, le caractère collant, la masticabilité, l'adhésivité.

L'analyse de régression multiple sur les paramètres de fabrication des produits a permis d'identifier l'influence de chaque paramètre sur les propriétés texturales. Tous les paramètres se ont avérés influents sur les caractéristiques texturales du Requeijão. Ceci peut expliquer la grande variété de produit que nous avons pu fabriquer et ces déjà existants. La vitesse ultrasonore a été très influencée par la concentration en sel de fonte, mais les autres paramètres ont aussi d'influence sur cette mesure.

L'absence de séparation d'huile dans les fromages suggère que le mélange et les concentrations de sel de fonte ont été convenables pour maintenir une structure uniforme aussi la distribution de la protéine et la matière grasse après la phase de fusion. Bien que le pH de certains fromages ait été inférieur à 5,0, il n'y a pas eu de séparation de phase après quatre mois de stockage à 4°C.

A l'exception de l'adhésivité toutes les autres propriétés texturales ont été affectées par la concentration en matière grasse. La matière grasse

semble être le paramètre de composition le plus important pour le fromage fondu.

Une simple réduction de la matière grasse modifie en effet complètement la texture. Dans certains aliments, cette modification peut être perçue visuellement. Dans le cas du fromage fondu, ce problème peut être maîtrisé partiellement avec l'ajout d'eau, qui a un effet plastifiant ; mais la texture sera cependant différente.

Les caractéristiques texturales telles que la fermeté, la cohésion, l'élasticité et le caractère collant du "Requeijão tradicional" ont été également évaluées en fonction de mesures sensorielles, en ayant recours à jury entraîné.

Les corrélations obtenues entre les mesures instrumentales et les mesures sensorielles permettent de valider ces deux méthodes concernant la mesure des propriétés texturales du fromage fondu.

L'analyse de variance (ANOVA) comparative des propriétés texturales des mesures instrumentales et sensorielles a permis de montrer que la fermeté-TPA est différente pour chaque produit ($P > 99\%$). Elle a également permis de confirmer aussi la haute performance du jury.

Ces résultats sont importants, car l'utilisation de la méthode instrumentale est plus pratique et moins coûteuse.

Les résultats obtenus sont comparables à ceux du fromage fondu définis par divers auteurs, ce qui permet de classifier définitivement le "Requeijão tradicional" dans l'ensemble des fromages fondus.

L'étude a ensuite été orientée sur l'évolution du processus de crémage de trois fromages fondus en utilisant la vitesse ultrasonore.

Avec la vitesse des ultrasons nous avons pu quantifier et établir des courbes pour le processus de crémage du fromage fondu. Ces courbes montrent que les fromages fondus ont des comportements différents suivant le type de matière grasse utilisée et la température de refroidissement. Elles montrent aussi un comportement différent de celui préconisé par la théorie, mais confirment le fait que le fromage fondu est plus crémeux lorsqu'il est refroidi à température de 4°C.

La définition de la courbe de crémage avec la vitesse ultrasonore présente l'avantage d'être quantifiable et de pouvoir être utilisée pour caractériser objectivement tous les types de fromage fondu.

Enfin nous avons mesuré la couleur des fromages avec un spectrophotomètre, en utilisant plusieurs illuminants. Le but est double : celui de quantifier la sensation colorée et également, dans le futur, d'identifier la couleur des fromages la mieux perçue.

Les méthodes spectrométriques sont dans tous les cas supérieures aux notations visuelles. Elles sont plus reproductibles parce qu'elles sont moins dépendantes de l'observateur et permettent d'accéder à de nombreux paramètres comme les coefficients des harmoniques de la transformation de FOURIER des courbes de réflectance.

Les courbes de la longueur d'onde en fonction de la réflectance montrent l'importance de la concentration en sel de fonte et des facteurs de composition des fromages fondus.

L'utilisation de la mesure objective de la couleur des fromages peut contribuer à compléter l'étude des propriétés texturales, car l'attrait visuel est, lui aussi, très important pour la décision d'achat du consommateur.

L'apparence englobe les aspects visuels tels que la couleur, la texture, la brillance, la forme, l'opacité ou la transparence qui caractérisent les aliments. Lorsque le consommateur a la possibilité de choisir plusieurs produits, il se décide pour ceux qui ont, à ses yeux, le meilleur aspect. Lorsque le consommateur voit une différence négative entre plusieurs produits, d'une même catégorie, cette différence est aussitôt considérée comme un critère de mauvaise qualité. L'attrait visuel et l'uniformité ont une importance telle que chaque produit exige des caractéristiques précises. D'où l'intérêt de caractériser les propriétés rhéologiques, texturales et de quantifier la couleur des aliments.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abd-El-Salam, M. H., El-Shibiny, S., Mahfouz, M. B. et E-Dein, H. F. 1987. Effect of pH and sodium chloride on the viscosity of skim milk retentates. Le Lait. 67 : 111.

Albonico, F. et Gianani, L. 1964. Research on the supposed sequestering power of polyphosphate on calcium in processed cheese. Latte. 38 : 223-238

Alliston, J. C., Kempster, A. J., Owen, M. C. et Ellis, M. 1982. An evaluation of three ultrasonic machines for predicting the body composition of live pigs of the same breed, sex and live weight. Anim. Prod. 35 : 165-169

Artamentova, C., et Martynushkina, A. 1966. Estimation of the composition of butterfat by gas liquid chromatography. Dairy Sci. Abst. 28 (10) : 526

Bachman, S., Klimaczak, B., et Gasyna, Z. 1978. Non-destructive viscometric studies of enzymic milk coagulation. Acta Alimentaria Polonica. 4 (28) 1 : 55

Bagley, E. B., Wolf, W. J. et Christianson, D. D. 1985. Effect of sample dimensions, lubrication and deformation rate on uniaxial compression of gelatin gels. Rheol. Acta. 24 : 265.

Bass, J. J., Woods, E. G. et Paulsen, W. D.(1982). A comparison of three ultrasonic machines (Danscan, AIDD (NZ) and Body Composition Meter) and subjective fat and conformation scores for predicting chemical composition of live sheep. Journal Agric. Sci. Camb. 99 : 529

Berger, W. H. 1988. Cours aux étudiants de l'Ecole Nationale Superiore d'Agronomie et des Industries Alimentaires. 42.

Beudon, D., Audidier, Y., Frouin, A., et Innocent, J. P. 1994. Device and process for ultrasonic measurement or characterization of the texture of products. French Patent Application (FR 2 693 270 A1).

Bingham, E. C. 1930. Some fundamental definitions of rheology. Journal of Rheology. 1 : 507

Bonnell, W. 1971. Processus physico-chimiques dans la fabrication du fromage fondu. Deutche Molkerei-Zeitung. 92, F.33, 1415-

1420. *in* Lee, B.O.1981. Etude biochimique de la fonte des fromages. Thèse d'état ès Science, Université de Nancy 1.

Bourne, M. C. 1968. Texture profile of ripening pears. Journal Food Sci. 33 : 223.

Bourne, M. C. 1976. Interpretation of force curves from instrumental texture measurements. *in* Rheology and Texture in Food Quality. De Man J. M. et al (Ed). 244.The Avi Publishing Co., Westport, CT

Bourne, M. C. 1977. Compression rates in the mouth. Journal Texture Stud. 8 : 373

Bourne, M. C. 1979. Theory and application of the puncture test in food texture measurement. *in* Food texture and rheology. P. Sherman. Academic Press. New York/London. 95-142.

Bourne, M. C. 1982. Food texture and viscosity : concept and measurement. Academic Press. New York. 325

Boyar, M. M. et Kilcast, D. 1986. Food texture and dental science. Journal Texture Stud. 17 : 221

Brandt, M. A., Skinner, E. Z. et Coleman, J. A. 1963. Texture profil method. Journal Food Sci. 28 : 404

Breene, W. M. 1975. Application of texture profil analysis to instrumental food texture evaluation. Journal Texture Stud. 6 : 53

Bucur, V. 1984. Ondes ultrasonores dans le bois. Caractérisation mécanique et qualité de certaines essences de bois. ISMCM, 126p (Thèse de docteur Ingénieur)

Caric, M. Gantar, M. et Kalab, M. 1985. Effects of emulsifying agents on the microstructure and other characteristics of processed cheese. A review. Food Microstructure. 4 : 297

Cavalier-Salou, C. et Cheftel, J. C. 1991. Emulsifying salts influence on characteristics of cheese analogs from calcium caseinate. Journal of Food Sci. 56 (6) : 1542

Chen, S. L., Wan, P. J., Lusas, E. W. et Rhee, K. C. 1979. Utilisation of peanut protein and oil in cheese analogs. Food Technol. 33 (7) : 88

Choi, P. K., Bae, J. R. et Takagi, K. 1987. Frequency dependence of ultrasonic absorption in egg white. Journal Acoustic Soc. Am. 80 (6) : 1844

Chouikhi, S. M., Cook, A. et Purdy, P. W. 1986. Proc. Int. Meas. Conf. test and transducers. London Trident International, Tavistock Mon ref. 83 : TIE 001. 2 : 217

Civille, G. V. et Szczesniak, A. S. 1973. Guidelines to training a texture profile panel. Journal Texture Stud. 4 : 204

Civille, G. V. et Liska, J. H. 1975. Modifications and application to foods in general foods sensory texture profile technique. Journal Texture Stud. 6 : 19

Cogitore, A. 1981. Traité pratique de réglementation laitière. Edition du Sapin d'Or. 2ème édition. Epinal

Corey, H. 1970. Texture in foodstufss. Crit. Rev. Food Technol. 1 : 161

Creamer, L. K. et Olson, N. F. 1982. Rheological evaluation of maturing Cheddar cheese. Journal of Food Sci. 47 : 631

Dantas Cavalcante, A. B., Rezende Pinheiro, A. J et Mosquim, M. C., A. V. 1992. Requeijão : Uso de gordura vegetal como substituto parcial da gordura do leite na fabrication do Requeijão tradicional. Rev. Inst. Lat. C. Tostes. 47 (279/281) : 72.

Davis, J. C. 1937. The rheology of butter and other milk products. Journal Dairy Res. 8 : 295

Davis, T. C. et Beals, H. O. 1977. Color insweetgum wood. Auburn Alabama : Agricultural experiment station. Auburn University, circular 231.

De Man, J. M. 1975. Texture of foods. Lebens-Wiss. Technology. 8-: 101

Doty, R. W. et Bosma, J. F. 1956. An electromyographic analysis of reflex deglutition . J. Neurophysiol. 19 : 44

Drake, B. 1974. A comprehensive formulae for the acceptance of food texture and its generalization to overall food acceptance. Journal of Texture Stud. 5 : 109

Ellinger, R. H. 1972. Phosphates as food ingredients. CRC Press, Cleveland, OH.

Emery, J. R. 1986. Application des techniques ultrasonores à l'étude de la formation de réseaux macromoléculaires. Annales des Composites. 1-2 : 89-108

Emmos, D. B., Kalab, M., Larmond, L. et Lowrie, R. J. 1980. Milk gel structure. X. Texture and microstructure in Cheddar cheese made from whole milk and from homogenized low-fat milk. Journal Texture Stud. 11 : 15-34

Eymery, O. et Pangborn, R. M. 1988. Influence of fat, citric acid, and sodium chloride in texture and taste of cheese analogs. Sci. Aliments. 8 (1) : 15

Fédération Internationale de Laiterie 1958. Norme N° 4. Détermination de la matière sèche du fromage et du fromage fondu.

Feil, M. F. et Zacharias Jr, E. M. 1971. The determination of yeast slurry consistency and wort plato by sonic solution analysis. Brewery Digest. 46 : 76

FIL-IDF. 1991. Rheological and fracture properties of cheese. Bull IDF N° 268

Fitzgerald, J. W. et Winder, W. C. 1961a. An ultrasonic method for measurement of solids-non-fat and fluid milk. Journal Dairy Sci. 44 : 1165

Fitzgerald, J. W., Ringo, G. R. et Winder, W. C. 1961b. An ultrasonic method for measurement of solids-not-fat and fat milk in fluid milk. I. Acoustique properties. Journal Dairy Sci. 44. : 1165.

Flot, J. L. 1988. La couleur du chêne de tranchage française. Méthodologie de la mesure, variabilité géographique, classement industriel et incidences économiques. INRA/ENITEF. 89p (Mémoire de 3éme année).

Franks, A. S. T. 1957. Electromyography relative to the stomatographic system. A review. D. Practitioner & D. Record. 8 : 32

Freeze, M. et Hamid, M. A. K. 1974. Lipid content determination in whole fish ultrasonic pulse backscatter. Proc. Ultrasonics Symp. IEEE. 69

Fukui, Y., Tada, M. et Miki, E. 1971. Measurement of physical properties of process cheese by texturometer. Tech. Bull. Fac. Agric. Kagawa Univ. 23 (51) : 149

Gagula Jr, M. C., June, B., Reaume, K., Morgan, J. et Luckett, R. L. 1971. Statistical aspect of the correlation between objective and subjective measurements of meat tenderness. Journal of Food Science. 36 : 185

Gould, R. W. 1972. Non-destructive egg shell thickness measurements using ultrasonic energy. Poult. Sci. 51 : 1460

Green, M. L., Marshall, R. J. et Brooker, B. E. 1985. Instrumental and sensory texture assessment and fracture mechanisms of Cheddar and Cheshire cheeses. Journal Texture Stud. 16 : 351

Green, M. L., Langley, K. R., Marshall, R. J., Brooker, B. E. Willis, A. et Vincent, J. F. V. 1986. Mechanical properties of cheese, cheese analogues and protein gels in relation to composition and microstructure. Food Microstructure. 5 : 169

Gunasekaran, S. et Ay, C. 1994. Evaluating milk coagulation whit ultrasonics. Food Technol. 12 : 74

Gupta, S. K.; Karahadian, C. et Lindsay, R. C. 1984. Effect of Emulsifier Salts on Texture and Flavor Properties of Processed Cheeses· Journal of Dairy Sci. 67 (4) : 764

Gupta, S. K., Patil, G. R., Patel, A. A., Garg, F. C. et Rajorhia, G. S. 1990. Instron texture profil parameters of Khoa as influenced by composition. Journal Food. Sci. Technol. 27 (4) : 209-213.

Gupta, V. K. et Reuter, H. 1993. Firmness and melting quality of processed cheese foods with added whey protein concentrates. Lait. 73 : 381

Habicht, L. 1934. On the scientific basis of the cheese melting process. Milchwirtschaftliche Forsch. 16 : 347

Hall, R. C. et Fryer, H. C. 1953. Consistency evaluation of dehydrated potato granules and direction for microscopic rupture count procedure. Journal Food Technol. 31 : 86

Haumschild, D. J. et Carlson, D. L. 1983. An ultrasonic Bragg scattering technique for the quantitative characterisation of marbling in beef. Ultrasonics. 21 : 226

Hayes, C. F. et Chignon, H. T. G. 1982. Acoustic properties of papaya. Journal Texture Stud.13 : 397-402

Hayward, L. H., Hunt, M. C., Kastner, C. L. et Kropf, D. H. 1980. Blade tenderization effects on beef, sensory and Instron textural measurements. Journal of Food Sci. 45 : 925

Hennequin, D. et Hardy, J. 1993. Evaluation instrumentale et sensorielle de certaines propriétés texturales de fromage à pâte molle. Int. Dairy Journal 3 : 635

Herzfeld, K. H. 1930. The propagation of sound in suspensions. Phil. Mag. 9 : 752

Howe, A. M., Mackie, A. R. et Robins, M. M. 1986. Technique to measure emulsion creaming by velocity of ultrasound. Journal Disp. Sci. Tech. 7 (2) : 231

Hunter, R. S., 1975. The measurement of oppearance. John Wiley and Sons. New York.

Hustad, G. O., Richardson, T., Winder, W. C. et Dean, M.P. 1970. Factors affecting sound velocity (Triggering Frequency) in fats and oils. Journal Dairy Sci. 53 (11) : 1525

Imoto, E. M., Lee, C. H. et Rha, C. 1979. Effect of compression ratio on the mechanical properties of cheese. Journal Food Sci. 44 (2) : 343

Isherwood, F. A. 1960. Some factors involved in the texture of plant tissues. *in* Texture in Food Soc. Chem. Ind. Monograph. 7 : 135

ISO (International Organisation for Standardisation). 1981. Sensory Analysis Vocabulary. Part 4. Geneva.

Izutsu, T. et Wani. K. 1985. Food texture and taste : a review. Journal Texture Stud. 16 : 1

Janin, G. 1987. Mesure de la couleur du bois : interêt forestier et industriel. Ann. Scien. Forest. 44 (4) : 455

Janin, G., Flot, J. L., Ory, J. M., Garrec, J. P. et Rose, C. 1990. Mesure de la couleur CIELAB des aiguilles d'Epicéa (Picea abies (L.) Karst) pour suivre l'action des polluants atmosphériques, dans le cadre d'un dispositif expérimental de pollution contrôlée. European Journal of Forest Patology. 20 (3) : 129

Jansen, R. G., Gander, G., W. et Sampugna, J. 1962. Fatty acid composition of the lipids from pooled, raw milk. Journal of Dairy Sci. 45 : 329.

Javanaud, C., Rahalkar, R. R. et Richmond, P. 1984. Measurement of speed and attenuation of ultrasound in egg white and egg yolk. Journal Acoustic Soc. Am. 76 (3) : 670

Javanaud, C. 1988. Applications of ultrasound to food systems. Ultrasonic. 26 (5) : 117

Jowitt, R. 1974. The terminology of food texture. Journal Texture Stud. 5 : 351

Kawamura, Y. 1963. Recent concepts of physiology of mastication. Adv. Oral. Biol. 1 : 77

Kawamura, Y. et Nobuhara, M. 1958. Studies on masticatory function : the swallowing threshold of presons with normal occlusion and malocclusion. Dissert. Abstr. 3 : 377

Kerr, A. C., Lear, C. S. et Moody, S. J. 1960. A method of measuring the frequency of swallowing in man. Journal Dental Rse. 39 : 668

Kiermeier, F., et Mohler, K. 1960. Action of inorganic phosphate on the animal protein VIII. The use of polyphosphate in process cheese. Z. Lebensm. Untersuch. Forsch. 116 : 175

Kinsler, L. E., Frey, A. R., Copens, A. B. and Sanders, J. V. 1982. Fundamentals of acoustics. 3rd ed. John Wiley & Sons, New York. *in* Sarkar, N. et Wolfe, R., R. 1983. Potential of ultrasonic measurements in food quality evaluation. Transactions of the ASAE. 26 (2) : 624

Kirking, G. A. 1979. Possible breakthrough for component pricing. Hoard's Dairyman. 124 : 12

Kombila-Moundounga, E., et Lacroix, C. 1991. Effet des combinaisons de chlorure de sodium, de lactose et de glycérol sur les caractéristiques rhéologiques et la couleur des fromages fondus à tartiner. Can. Inst. Sci. Technol. Journal. 24 (5) : 239

Kono, R. 1960. The dynamic bulk viscosity of polystyrene and polymetil metacrylate. Journal Phys. Soc. Japan. 15 : 718

Kono, R. 1961. The dynamic bulk and shear viscosity of high polymers. 1. Journal Phys. Soc. Japan. 16 : 1580-

Kowaliski, P. 1978. Vision et mesure de la couleur. Masson. Paris.

Landau, L. et Lifchitz, E. 1967. Théorie de l'élasticité. Editions MIR. 206

Larpent-Gourgaud, M. et Sanglier, J-J. 1992 Biotechnologies - Principes et Méthodes. Doin Editeurs. 90-109

Lawrence, R. C., et Gilles, J. 1987. Cheddar cheese and related dry-salted cheese varieties. In : Cheese chemistry, physics and microbiology. Elsevier Appl. Sci. Publishers, London, New York. 1-44

Lee, B. O. 1981. Etude biochimique de la fonte des fromages. Thèse Docteur-ès-science. Université de Nancy 1

Lee, C. H., Imoto, E. M. et Rha, C. 1978. Evaluation of cheese texture. Journal Food Sci. 43 (5) : 1600

Lee, H. O., Luan, H., et Daut, D. G. 1992. Use of an Ultrasonic Technique to Evaluate the Rheological Properties of Cheese and Dough. Journal of Food Engineering. 16 : 127-150

Luyten H. 1988. The rheological and fracture properties of Gouda cheese. Ph. D. Thesis, Wageningen Agricultural University, The Netherlands. *in* Luyten, H., Van Vliet, T. et Walstra, P. 1991. Characterization of consistency of Gouda cheese : Rheological properties. Neth. Milk Dairy Journal. 45 (1) : 33

Luyten, H., Van Vliet, T. et Walstra, P. 1991a. Characterization of the consistency of Gouda cheese : Rheological properties. Neth. Milk Dairy Journal. 45 (1) : 33

Luyten, H., Van Vliet, T. et Walstra, P. 1991b. Characterization of consistency of Gouda cheese : Fracture properties. Neth. Milk Dairy Journal. 45 (1) : 55

Maiorov, A. A., et Ostroumov, L. A. 1977. Method of monitoring the degree of cheese maturation. USSR PAT. 586128.

Mair-Walbburg, H. 1957. Kondensierte phosphate in Lebensmitteln. Symp. Mainz.

Mair-Waldburg, H. et Sturm, W. 1968. Handuch der Lebensmittelchemie. 3 (Partie 1) : 575

Marshall, J. R. 1990a. Composition, structure, rheological properties, and sensory texture of processed cheese analogues. Journal Sci. Food Agric. 50 : 237

Marshall, R. J. 1990b. Combined instrumental and sensory measurement of the role of fat in food texture. Food Quality and Preference. 2 : 117

Martin, L. F. 1955. Application of researsh to problems of candy manufacture. Advances in Food Research. 6 : 1

Martin, P. 1992. Bois et Productique. Les industries du bois et leurs modernisations par la productique. Cepadues éditions. 303

Masi, P. et Addeo, F. 1986. An examination of some mechanical properties of a group of Italian cheeses and their relation to structure and conditions of manufacture. Journal Food Eng. 5 : 217

Mayer, W. G. et Hiedgmann, E. A. 1959. On the feasibility of ultrasonic grading of shell eggs. Food Research. 24 (1) : 97

McClements, D. J. et Povey, M. J. W. 1987. Ultrasonic velocity : a new method for determing solid fat contents. Journal Food Technology. 22 : 419

Messerman, Th. 1967. A means for studying mandibular movements. Journal Prosthetic Dentistry. 17 : 36.

Méthodes Officielles d'Analyses Physiques et Chimiques du Lait. Arrête du 8 janvier 1970. Journal officiel de la République Française, du 25.01.1970.

Meyer, A. 1973. Processed cheese manufacture. Food Trade Press LTD - London. 329.

Miles, C. A. et Cutting, C. L. 1974. Technical note : Changes in the velocity of ultrasound in meat during freezing. Journal Food Technology. 9 : 119

Miles, C. A., Fursey, G. A. J. 1977. Measurement of the fat content of meat using ultrasonic waves. Food. Chem. 2 : 107

Miles, C. A. and Shore, D. 1978. Changes in the attenuation of ultrasound in meat during freezing. Proc. 24th. EMMRW Kulmbach. 1 : D4

Miles, C. A., Fursey, G. A. J. et York, R. W. R. 1984. New equipement for measuring the speed of ultrasound and its application in the estimation of body composition of farm livestock. *in* In vivo measurement of body composition meat animals. Elsevier Applied Science, London / New York. 93-105

Munck, A. V. et Campos, W. A. 1984. Requeijão: um produto brasileiro. Informe Agropecuário. 10 (115) : 35

Munsell Color Charts. 1972. Kollmorgen Corporation, second edition, Baltimore, U.S.A.

Olson, N. F., Price, W. V. 1961. Composition et bacterial growth as factors affecting the body of processed cheese spread. Journal Dairy Sci. 44 : 1394

Orlandini, I., Annibaldi, S. 1983. Indagine preliminare su nuove tecniche di valutazione della struttura del formaggio parmigiano-reggiano : Ecografia e X grafia. Scienza e Tecnica Lattiero-casearia. 54 (1) : 20

Panier, C. 1957. Les ultrasons dans la détermination de l'état d'engraissement des porcs. Revue de l'Agriculture. 10 : 482

Paquet, D. 1988. La fonte des fromages : aspect physicochimiques. Les cahiers de l'ENSBANA. Technique et Documentation-Lavoisier. Paris. 6 : 227-241

Park, B., Whittake, A. D., Miller, R. K. et Hale, D. S. 1994. Ultrasonic spectral analysis for beaf sensory attributes. Journal of Food Sci. 59 (4) : 697

Peleg, M. 1983. The semantics of rheology and texture. Food Technol. 11 : 54

Peleg, M. 1984. A Note on the Various Strain Measures at Large Compressive Deformations. Journal of Texture Stud. 15 : 317

Pellan, J. R. et Galt, J.K. 1946. Ultrasonic Propagation in liquids : I. Application of pulse technique to velocity and absorption measurements at 15 megacycles. Journal of Chemical Physics. 14 (10) : 608

Persoz, B. 1969. La rhéologie. Masson & Cia. 118p

Pierson, A. et Le Magnen, J. 1970. Study of food textures by recording of chewing and movements. Journal of Texture Stud. 1 : 327

Potter, N. 1968. Food Science. AVI., Westport. Connectient.

Povey, M. J. W. et Wilkinson, J. M. 1980. Application of ultrasonic pulse-echo techniques to egg albumen quality testing : a preliminary report. Brit. Poult Sci. 21 : 489-495

Povey, M. J. W. et Harden, C. A. 1981. An application of the ultrasonic pulse echo technique to the measurement of crispness of biscuits. Journal Food Technol. 16 : 167

Povey, M. J. W. et McClements, D. J. 1988. Ultrasonics in Food Engineering. Part I. Introduction and Experimental Methods. Journal of Food Eng. 8 : 217

Rayan, A. A., Kalab, M. et Ernstrom, C. A. 1980. Microstructure and rheology of process cheese. Scanning electron microscopy/SEM Inc., AMF. O'Hare (Chicago) IL.

Ruegg, M., Eberhard, P., Moor, U., Fluckiger, E. et Blanc, B. 1980. Beziehungen, zwischen Teigbeschaffenheit und Zusammensetzung von Kâse. Schw. Milchw. Forschung. 9 : 3

Samari, S. 1994. Ultrasonic Inspection Methods for Food Products. Lebensmittel-Wissenschaft und - Technologie. 27 : 210

Sarkar, N. and Wolfe, R. R. 1983. Potential of Ultrasonic Measurements In : Food Quality Evaluation. Transactions of the Am. Soc. of Agric. Engineers. 26 (2) : 624

Scharpf, L. G. 1971. The use of phosphates in cheese processing *in* Symposium : Phosphates in food processing, University of Guelph, Ontario, Canada. Av. Pub. Co., Inc., Westport, CT.

Shama, F. et Sherman, P. 1973. Evaluation of some textural properties of foods with the Instron universal testing machine. Journal Texture Stud. 4 : 344

Sherman, P. 1969. A texture profile of foodstuffs based upon well defined rheological properties. Journal Food Sci. 34 : 458.

Sherman, P. 1970. Industrial rheology. Academic Press, London & New York. 198

Shiinoki, Y. et Yano, T. 1986. Rheological Properties of Dispersed Two-Phase Systems. Journal of Texture Stud. 17 : 175

Shimp, L. A. 1985. Process cheese principles. Food Technol. 39 (5) : 63.

Shore, D. et Miles, C. A. 1988. Attenuation of ultrasound in homogenates of bovine skeletal muscle and other tissues. Ultrasonics. 26 : (6) : 218

Smith, D. E. et Wittinger, S. A. 1986. Effect of sweeteners and stabilisers on the structure of ice cream mix as determined by acoustic methods. Journal Food Proc. Press. 10 : 227

Sone, T., Taneya, S. et Izutsu, T. 1970. Effects of rate of cooling after emulsifying on the texture of processed cheese. XVIII International Dairy Congress. Vol. 1E : 394

Stampanoni, C. R. et Noble, A. C. 1991a. The influence of fat, acid, and salt on the perception of selected taste and texture attributes of cheese analogs : A scalar study. Journal of Texture Stud. 22 : 367

Stampanoni, C. R. et Noble, A. C. 1991b. The influence of fat, acid, and salt on the temporal perception of firmeness, saltiness, and sourness of cheese analogs. Journal of Texture Stud. 22 : 381

Steele, D. J. 1974. Ultrasonic to measure the moisture content of food products. Bristish Journal of non Destructive Testing. 16 : 169

Steele, D. J. et Mc Farlane, I. 1981. Process measurement in the food industry (Part 2). Measurement and Control. 14 : 2. 57

Svensen, A., et Ystgaard, O.,M. 1966. Fatty acid composition of Norwegian butterfat. Int. Dairy Congr. C., 135

Szczesniak, A. S. 1963. Classification of textural characteristics. Journal Food Sci. 28 : 385.

Szczesniak, A. S., Brand, M. A. et Friedman, H. H. 1963. Development of standard rating scales for mechanical parameters of texture and correlation between the objective and sensory methods of texture evaluation. Journal Food Sci. 28 : 397

Szczesniak, A. S. 1972. Instrumental methods of texture measurements. Food Technol. 26 (1) : 50

Szczesniak, A. S. 1975. General foods texture profile revised - ten years perspective. Journal Texture Stud. 6 : 5

Szczesniak, A. S. 1991. Textural Perceptions and Food Quality. Journal of Food Quality. 14 : 75

Taneya, S., Izutsu, T. et Sone, T. 1979. Dynamique viscoelasticity of natural and processed cheese. *in* Food Texture and Rheology. Academic Press, London. 369-382

Thomas, M. A., Brown, F. B. et Hanly, A. T. 1970. Studies in processed cheese manufacture. The evaluation of physical properties. Australian Journal of Dairy Technol. 25 (1) : 46

Tsuji, S. 1982. Texture profil analysis of processed foods using the tensipresser and the multi-point measuration method. Journal of Texture Stud. 13 : 135

Tunik, M. H., Mackey, K. L., Smith, P. W. et Holsinger, V. H. 1993. Effects of composition and storage on the texture of Mozzarella cheese. Neth. Milk Dairy Journal. 45 : 117

Voisey, P. W. 1975. Selecting deformation rates in texture tests. Journal Texture Stud. 6 : 253

Voisey, P. W. et De Man, J. M. 1976a. Application of instruments for measuring food texture. *in* Rheology and texture in food quality, AVI, Wesport, CT. 142-243.

Voisey, P. W. et Hamilton, R. M. C. 1976b. Ultrasonic measurement of egg shell thicknees. Poult Sci. 55 : 1319

Walstra, P et Peleg, M. 1991. General considerations. *in* Rheological and fracture properties of cheese. *in* FIL-IDF N°268

Winder, W. C., Consigny, N. P. and Rodriguez-Lopez, B. 1961. An ultrasonic method for measurement of solids-non-fat and milk fat in fluid milk. II. An evaluation of the method. Journal of Dairy Sci. 44. : 1165

Yang, C. S. T. et Taranto, M. V. 1982. Textural properties of Muzzarella cheese analogs manufactured from soybeans. Journal Food Sci. 47 : 906-910

Younis, M. F., Tamine, A. Y., Davies, G., Hunter, E. A. et El-Hady. 1991. Production of processed cheese using Cheddar cheese and cheese base. 5. Rheological proprerties. Milchwissenschaft. 46 (11) : 701

Zacharias Jr., E. M. 1970. Process measurement by sound velocimetry. Instruments and Control Systems. 43 (9) : 112

Zacharias Jr., E. M. et Parnell Jr. R. A. 1972 Measuring the solids content of foods by sound velocimetry. Food Technol. Champaign. 26 (4) : 160

ANNEXES

ANNEXE 1

Analyse de variance (ANOVA) comparative des divers paramétres texturaux (mesures instrumentales et sensorielles). Comparaison entre les produits.

	FERMETE		ELASTICITE		COHESION		C. COLLANT	
	Mesure instrument	Mesure sensor.	Mesure instrument	Mesure sensor.	Mesure instrument	Mesure sensor.	Mesure instrument	Mesure sensor.
PROD.	Signif.	Signif.	Signif.	Signif.	Signif.	Signif.	Signif.	Signif.
P1 x P2	**	*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	**	n.s.
P1 x P3	**	**	**	n.s.	n.s.	*	**	n.s.
P1 x P4	**	n.s.	**	n.s.	n.s.	**	**	**
P1 x P5	**	**	**	n.s.	**	**	**	**
P1 x P6	**	**	**	**	n.s.	**	**	**
P1 x P7	**	**	**	**	**	**	**	**
P1 x P8	**	**	**	**	**	*	**	**
P1 x P9	**	**	**	n.s.	**	**	**	**
P2 x P3	**	**	**	n.s.	n.s.	**	n.s.	n.s.
P2 x P4	**	**	**	n.s.	n.s.	**	**	**
P2 x P5	**	*	**	**	**	**	n.s.	**
P2 x P6	**	**	**	**	n.s.	**	**	**
P2 x P7	**	**	**	**	**	**	**	**
P2 x P8	**	**	**	n.s.	**	**	n.s.	*
P2 x P9	**	**	**	**	**	**	**	**
P3 x P4	**	**	**	n.s.	n.s.	n.s.	**	**
P3 x P5	**	**	n.s.	n.s.	**	*	n.s.	**
P3 x P6	**	**	**	**	n.s.	*	**	**
P3 x P7	**	**	n.s.	**	**	**	**	**
P3 x P8	**	n.s.	**	*	**	n.s.	n.s.	*
P3 x P9	**	**	**	n.s.	**	n.s.	**	**
P4 x P5	**	**	**	n.s.	**	n.s.	**	n.s.
P4 x P6	**	**	**	**	n.s.	n.s.	**	**
P4 x P7	**	**	**	**	**	**	**	**
P4 x P8	**	**	**	n.s.	**	n.s.	**	n.s.
P4 x P9	**	**	*	*	**	n.s.	**	n.s.
P5 x P6	**	**	**	**	**	n.s.	**	**
P5 x P7	**	**	n.s.	**	n.s.	**	**	**
P5 x P8	**	**	**	**	**	*	**	*
P5 x P9	**	n.s.	**	n.s.	*	n.s.	**	n.s.
P6 x P7	**	**	**	**	**	**	**	n.s.
P6 x P8	**	**	**	**	**	*	**	**
P6 x P9	**	**	**	**	**	n.s.	**	**
P7 x P8	**	**	**	**	**	*	**	**
P7 x P9	**	**	**	**	**	*	n.s.	**
P8 x P9	**	**	n.s.	**	**	n.s.	**	*

* P > 95% ; ** P > 99% ; n.s. = non signifivatif ; signif. = significance

ANNEXE 2

Mesures de la clarté (L) des produits pour les divers Illuminants à 10° de l'Observateur Standard

	ILLUMINANTS							
PRODUITS	A	C	D55	D65	D75	Fcw	ULT	TL84
1	89,17	88,33	87,59	88,37	87,57	88,13	88,64	88,36
2	85,19	84,18	85,38	84,23	85,07	86,03	86,98	86,65
3	85,90	84,19	85,20	84,22	84,92	85,84	86,81	86,57
4	87,45	86,47	87,67	86,51	87,37	88,35	88,67	88,39
5	84,65	83,72	88,20	87,53	84,47	85,40	85,49	88,92
6	86,94	85,93	86,22	85,97	85,91	86,91	87,17	86,84
7	90,66	89,94	89,75	89,97	89,53	90,25	90,84	90,62
8	88,16	87,12	88,47	87,16	88,16	89,21	89,11	88,82
9	88,75	87,48	88,20	87,53	87,81	89,05	89,32	88,92
10	81,31	80,06	80,35	80,10	79,96	81,18	81,21	80,80
11	83,92	82,75	84,51	82,79	84,16	85,31	84,67	84,30
12	88,93	87,71	88,06	87,76	87,69	88,92	88,84	88,49
13	84,21	83,15	83,05	83,20	82,73	83,74	83,85	83,48
14	89,48	88,18	88,22	88,23	87,83	89,06	89,24	88,82
15	72,22	71,37	74,23	71,40	73,97	74,86	75,66	75,46
16	88,05	86,90	87,14	86,94	86,79	87,93	88,04	87,81

ANNEXE 3

Mesures de la valeur (a*) des produits pour les divers Illuminants à 10° de l'Observateur Standard

	ILLUMINANTS							
PRODUITS	A	C	D55	D65	D75	Fcw	ULT	TL84
1	1,46	-1,04	0,01	-0,08	-1,25	-0,73	0,28	-0,57
2	1,86	-1,09	0,04	-0,77	-1,50	-0,86	0,46	-0,59
3	1,80	-0,31	0,71	-0,04	-0,49	-0,32	0,61	-0,34
4	1,98	-0,40	0,65	-0,11	-0,67	-0,45	0,69	-0,34
5	1,49	-1,12	-0,18	-0,82	-1,55	-0,95	0,12	-0,85
6	1,8	-1,1	0,06	-0,78	-1,47	-0,88	0,4	-0,65
7	1,35	-0,56	0,27	-0,33	-0,76	-0,48	0,38	-0,38
8	2,07	-0,33	0,66	-0,02	-0,68	-0,5	0,72	-0,35
9	2,55	-0,85	0,46	-0,45	-1,35	-0,79	0,85	-0,48
10	2,81	-0,73	0,69	-0,33	-1,21	-0,59	1,28	-0,13
11	2,59	-0,27	0,85	0,09	-0,73	-0,43	1,23	-0,07
12	2,55	-0,31	0,90	0,06	-0,68	-0,48	1,07	-0,23
13	2,06	-1,11	0,10	-0,77	-1,57	-0.83	0,80	-0,38
14	2,07	-0,97	0,45	-0,55	-1,52	-0,80	1,04	-0,36
15	1,80	-0,09	0,60	0,17	-0,50	-0,32	0,16	-0,70
16	2,59	-0,16	0,99	0,19	-0,52	-0,34	1,15	-0,09

ANNEXE 4

Mesures de la valeur (b*) des produits pour les divers Illuminants à 10° de l'Observateur Standard

	ILLUMINANTS							
PRODUITS	A	C	D55	D65	D75	Fcw	ULT	TL84
1	14,27	13,43	13,17	13,44	12,88	14,34	14,70	14,43
2	17,21	16,21	16,40	16,23	16,06	17,83	17,84	17,58
3	14,30	13,15	13,65	13,17	13,24	14,86	14,57	14,58
4	15,68	14,58	14,95	14,50	14,53	16,26	16,34	16,31
5	16,19	15,17	15,28	15,19	14,91	16,57	16,83	16,69
6	17,41	16,36	16,64	16,38	16,27	18,09	18,24	17,96
7	11,75	10,89	11,16	10,89	10,85	12,19	12,29	12,19
8	16,58	15,25	15,74	15,27	15,26	17,13	17,03	17,11
9	21,47	20,08	20,42	20,10	19,92	22,16	22,53	22,33
10	21,29	20,04	20,58	20,05	20,14	22,36	23,00	22,54
11	18,68	17,31	17,97	17,32	17,50	19,54	20,43	20,24
12	19,70	18,16	18,73	18,18	18,17	20,33	20,62	20,67
13	18,09	17,09	17,60	17,10	17,25	19,12	19,77	19,31
14	22,08	20,82	21,32	20,82	20,88	23,18	23,65	23,17
15	13,33	12,22	12,85	12,25	12,47	13,97	13,82	13,99
16	18,22	16,80	17,36	16,81	16,87	18,88	19,23	19,17

ANNEXE 5

Mesures de la valeur (c*) des produits pour les divers Illuminants à 10° de l'Observateur Standard

	ILLUMINANTS							
PRODUITS	A	C	D55	D65	D75	Fcw	ULT	TL84
1	14,34	13,47	13,17	13,44	12,94	14,36	14,70	14,44
2	17,31	16,25	16,40	16,25	16,13	17,85	17,85	17,59
3	14,41	13,15	13,67	13,17	13,25	14,86	14,58	14,58
4	15,80	14,59	14,96	14,50	14,55	16,27	16,35	16,31
5	16,26	15,21	15,28	15,21	14,99	16,60	16,83	16,71
6	17,50	16,40	16,64	16,40	16,34	18,11	18,24	17,97
7	11,83	10,90	11,16	10,89	10,88	12,20	12,30	12,20
8	16,71	15,25	15,75	15,27	15,28	17,14	17,05	17,11
9	21,62	20,10	20,43	20,11	19,97	22,17	22,55	22,34
10	21,47	20,05	20,59	20,05	20,18	22,37	23,04	22,54
11	18,86	17,31	17,99	17,32	17,52	19,52	20,47	20,24
12	19,86	18,16	18,75	18,18	18,18	20,34	20,65	20,67
13	18,21	18,21	17,60	17,12	17,32	19,14	19,79	19,31
14	22,25	20,84	21,32	20,83	20,94	23,19	23,67	23,17
15	13,45	12,22	12,86	12,25	12,48	13,97	13,82	14,01
16	18,40	16,80	17,39	16,81	16,88	18,88	19,26	19,17

ANNEXE 6

Mesures de la valeur (h*) des produits pour les divers Illuminants à 10° de l'Observateur Standard

	ILLUMINANTS							
PRODUITS	A	C	D55	D65	D75	Fcw	ULT	TL84
1	84,20	88,76	90	92,86	87,64	90,27	88,95	90,92
2	83,87	89,34	89,91	90,47	87,85	90,42	88,57	91,26
3	82,87	91,83	87,07	93,01	91,07	91,95	87,65	91,85
4	82,85	91,61	87,55	92,75	90,54	91,60	87,63	91,99
5	84,78	88,96	92,48	90,09	87,25	89,90	89,64	90,27
6	84,14	89,34	89,94	90,46	88,02	90,40	88,79	91,11
7	83,49	90,24	88,66	91,45	89,18	90,93	88,27	91,40
8	82,93	91,95	87,64	93,01	90,63	91,51	87,62	92,01
9	83,27	90,76	88,75	91,90	89,31	91,14	87,88	91,95
10	82,52	91,10	88,12	92,24	89,75	91,67	86,86	92,86
11	82,15	92,29	87,34	89,75	90,8	91,92	86,60	92,99
12	82,67	92,21	87,29	89,86	91,04	91,83	87,07	92,55
13	83,55	89,47	89,72	90,61	87,98	90,70	87,73	92,06
14	84,69	90,52	88,84	91,67	89,02	91,21	87,53	92,30
15	82,35	92,76	87,37	89,25	90,82	91,87	89,38	90,32
16	81,95	92,64	86,78	89,40	91,42	92,15	86,62	92,92

ANNEXE 7

Mesures de la valeur (ΔC) des produits pour les divers Illuminants à 10° du Observateur Standard

	ILLUMINANTS							
PRODUITS	A	C	D55	D65	D75	Fcw	ULT	TL84
1	2,52	2,58	2,03	2,56	2,09	2,16	2,41	2,25
2	5,48	5,35	5,25	5,36	5,26	5,65	5,55	5,39
3	2,59	2,27	2,53	2,3	2,41	2,67	2,29	2,39
4	3,98	3,69	3,81	3,62	3,68	4,07	4,06	4,12
5	4,44	4,32	4,14	4,33	4,14	4,41	4,55	4,52
6	5,68	5,50	5,48	5,51	5,47	5,91	5,95	5,78
7	9,79	9,19	9,26	9,21	9,09	9,97	10,25	10,14
8	4,88	4,37	4,60	4,39	4,41	4,94	4,75	4,92
9	9,79	9,19	9,26	9,21	9,09	9,97	10,25	10,14
10	9,65	9,15	9,43	9,16	9,30	10,17	10,75	10,35
11	7,04	6,43	6,83	6,44	6,65	7,35	8,18	8,06
12	8,04	7,27	7,60	7,30	7,32	8,14	8,36	8,48
13	6,38	6,22	6,44	6,23	6,45	6,94	7,49	7,12
14	10,43	9,94	10,16	9,93	10,06	10,99	11,38	10,98
15	1,64	1,41	1,72	1,45	1,64	1,79	1,55	1,83
16	6,59	5,92	6,24	5,94	6,02	6,69	6,98	6,99

ANNEXE 8

Mesures de la valeur (ΔE) des produits pour les divers Illuminants à 10° du Observateur Standard

	ILLUMINANTS							
PRODUITS	A	C	D55	D65	D75	Fcw	ULT	TL84
1	2,39	3,05	2,96	3,02	2,86	3,03	3,26	3,19
2	7,75	7,86	6,83	7,85	6,90	7,05	6,76	6,70
3	6,14	6,18	5,21	6,19	5,20	5,16	4,64	4,70
4	5,11	5,07	4,34	5,01	4,27	4,49	4,61	4,68
5	7,47	7,57	6,49	7,57	6,54	6,55	7,02	7,06
6	6,79	6,80	6,52	6,81	6,56	6,79	6,99	6,90
7	9,98	9,52	9,39	9,53	9,25	10,05	10,36	10,28
8	5,49	5,20	4,77	5,21	4,62	5,05	5,06	5,24
9	9,98	9,52	9,39	9,53	9,25	10,05	10,36	10,28
10	13,43	13,47	13,31	13,47	13,35	13,63	14,43	14,27
11	9,75	9,64	8,61	9,65	8,55	8,86	10,25	10,24
12	8,22	7,61	7,78	7,63	7,55	8,25	8,59	8,74
13	9,07	9,21	9,29	9,20	9,37	9,51	10,25	10,08
14	10,49	10,09	10,28	10,08	10,20	11,06	11,49	11,13
15	18,51	18,62	15,62	18,63	15,65	15,49	15,26	15,27
16	7,09	6,66	6,77	6,67	6,62	7,08	7,52	7,53

ANNEXE 9

Réflectance des divers produits en foction de la longueur d'onde

LONGUEUR D'ONDE (nm)	REFLECTANCE (%)															
	P1	P 2	P 3	P 4	P 5	P 6	P 7	P 8	P 9	P 10	P 11	P 12	P 13	P 14	P 15	P 16
400	57,02	47,60	53,49	57,58	49,96	49,96	69,08	60,24	50,42	34,18	46,51	55,36	41,90	47,33	35,88	53,77
420	54,62	47,35	51,80	54,24	49,08	49,12	62,74	55,98	48,71	36,37	45,82	52,21	42,60	47,37	37,59	51,22
440	55,73	48,57	51,42	54,37	48,86	49,81	62,71	54,80	48,65	37,38	45,98	51,15	43,81	48,12	36,98	50,96
460	56,03	49,00	51,00	53,81	48,71	49,98	62,59	54,19	48,52	37,72	45,75	50,42	44,28	48,70	36,36	50,43
480	58,09	51,33	52,64	55,73	50,88	52,37	64,86	56,18	51,45	40,35	48,01	52,75	46,91	51,99	37,64	52,67
500	62,55	56,61	56,32	59,99	56,04	57,74	67,83	60,80	57,85	45,94	52,77	57,98	52,38	59,12	40,58	57,33
520	70,16	65,46	64,61	69,58	64,50	67,09	75,46	71,13	69,53	55,28	62,93	69,91	60,96	70,44	47,18	68,13
540	73,25	69,11	68,65	74,05	68,04	71,13	78,69	76,03	74,67	59,54	67,69	75,57	64,47	75,32	50,33	73,22
560	73,98	69,90	69,43	74,85	68,75	71,88	79,20	76,93	75,84	60,77	68,71	76,62	65,38	76,72	50,84	74,25
580	74,22	70,23	69,71	75,14	68,95	72,21	79,40	77,19	76,34	61,35	69,17	76,97	65,82	77,45	50,92	74,67
600	74,33	70,33	69,79	75,20	68,80	72,18	79,38	77,13	76,58	61,76	69,38	77,13	66,08	77,73	50,81	74,88
620	74,30	70,39	69,73	75,18	68,49	72,04	79,36	77,02	76,62	61,89	69,48	77,08	66,12	78,04	50,42	75,03
640	74,27	70,35	69,60	75,10	68,09	71,93	79,31	76,82	76,49	61,94	69,42	77,00	66,09	78,12	50,04	75,08
660	74,48	70,49	69,53	75,21	67,96	72,09	79,37	76,74	76,41	62,04	69,41	77,00	66,20	78,28	49,65	75,19
680	74,97	70,99	69,95	75,67	68,27	72,68	79,68	77,17	76,70	62,70	69,88	77,25	66,63	78,94	49,64	75,72
700	75,20	71,18	70,20	75,89	68,42	72,97	79,82	77,37	76,69	63,07	70,03	77,54	66,87	79,57	49,33	75,93

P = Produit

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy-Brabois

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
Monsieur LORIENT Denis, Professeur, ENSBANA Dijon,
Monsieur KOROLCZUZ Joseph, Directeur de Recherche, INRA Villeneuve d'Ascq.

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur DANTAS CAVALCANTE Antonio

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 5 4 5 0 1
VANDŒUVRE CEDEX

à soutenir devant l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :
"Influence des facteurs de composition sur les propriétés texturales d'un fromage fondu de "type requeijao"".

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : **"BIOTECHNOLOGIES & INDUSTRIES ALIMENTAIRES"**

Fait à Vandoeuvre le, **16 Octobre 1995**
Le Président de l'I.N.P.L.,
M. LUCIUS

TEL. 33/83.59.59.59
FAX. 33/83.59.59.55