

République Algérienne démocratique et populaire

Université Abdelhamid Ben badis

Mostaganem

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département d'agronomie



MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

Présenté par

AMROUNE Meriem

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER EN AGRONOMIE

Spécialité: CONTRÔLE DE QUALITÉ DES ALIMENTS

THÈME

**Substitution de la présure animale par un autre coagulant
d'origine végétale (chardon de marie, *silybum marianum*)
(essai de coagulation sur différents lait).**

Soutenue publiquement le : 01 /07 /2019

Devant le Jury

- ✓ Président : M. BENABDELMOUMENE Djilali M.A Université de Mostaganem
- ✓ Encadreur : M. BENMILOUD .Djamel M.A Université de Mostaganem
- ✓ Examineur : M. BELABBES Mohamed M.A Université de Mostaganem

Thème réalisé au Laboratoire de recherche Université de Mostaganem.

Année universitaire 2018 / 2019

Remerciements

Nous tenons d'abord à remercier dieu le tout puissant et miséricordieux qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce travail

En second lieu, nous tenons à remercier notre encadreur

M. BENMILOUD Djamel

Pour ses appréciations, ses précieux conseils et surtout pour nous avoir fait confiance.

Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre travail et de l'enrichir par leur proposition

A M. BENABDELMOUMENE Djilali d'avoir accepté de présider le jury

A M. BELABBES Mohamed d'avoir accepté d'examiner ce modeste travail

Nous tenon également à exprimer notre gratitude envers tous les enseignements et le personnel administratif de l'université qui ont contribué à notre formation et à l'élaboration de se présent travail

Enfin, nous tenons également à remercier toutes personnes qui ont de près ou de loin apporté leurs conseils et leurs encouragements pour la réalisation de ce modeste travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à mes parents qui m'ont toujours suivi et encouragé
dans ma scolarité ainsi que dans mes études supérieures ;

A ma très chère mère

A mon très cher père

A mes chères sœurs et mes chers frères

Je remercie mon cher père « AMROUNE Rachid » et ma chère mère
« BENZENATI Nacira » pour m'avoir aidé et soutenu techniquement et
moralement, et pour son disponibilité, et je remercie aussi mes sœurs et mes frères.

A mes amies de la promotion de master 2 CQA 2018-2019 agronomie chacun par
son nom, et à tous mes enseignants durant ma vie scolaire et universitaire.

Liste des abréviations

AW : activité water.

°C : degré Celsius.

Ca : calcium.

CMP : Caséino-macro-peptide.

NaCl : chlorure de sodium.

°D: degré Dornic.

TEPA : Transformation et Elaboration des Produits Agro alimentaires.

H : heure.

Mg : Magnésium.

Min : minutes.

ml : millilitre

NaOH : hydroxyde de sodium.

N : normalité.

NaCl : chlorure de sodium.

V : volume.

PH : potentiel hydrogène

U.P : unité présure

UFC : unité formant colonie.

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition générale du lait en g/100 ml (Vignola, 2002).	2
Tableau 2 : Les caractéristiques physiques (Bourgeois et al., 1990)	3
Tableau 3 : Les caractéristiques chimiques (Bourgeois et al., 1990)	3
Tableau 4 : les résultats d'analyse des trois types du lait.....	Error! Bookmark not defined.
Tableau 5 : le temps de coagulation de la 1 ^{ère} série pour chaque type du lait.....	22
Tableau 6 : la force de coagulation de la 1 ^{ère} série pour chaque type du lait	23
Tableau 7 : le temps de coagulation de la 2 ^{ème} série pour chaque type du lait	24
Tableau 8 : la force de coagulation de la 2 ^{ème} série pour chaque type du lait.....	25

Liste des figures

Figure 1 : chardon marie.....	12
Figure 2 : Mesure de l'acidité Dornic.....	17
Figure 3 : la répartition du lait et l'ajout des différentes doses de présure à la 1 ^{ère} série.	19
Figure 4 : la répartition du lait et l'ajout des différentes doses de présure à la 2 ^{ème} série	20
Figure 5 : le temps de coagulation de la 1 ^{ère} série pour chaque type du lait.	22
Figure 6 : la force de coagulation de la 1 ^{ère} série pour chaque type du lait.	23
Figure 7 : le temps de coagulation de la 2 ^{ème} série pour chaque type du lait.....	24
Figure 8 : la force de coagulation de la 2 ^{ème} série pour chaque type du lait.....	25

Sommaire

Remerciement

Dédicace

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction..... 1

Partie bibliographique

Chapitre I: Généralité sur le lait

I.	Généralités sur le lait.....	2
I.1	Définition du lait.....	2
I.2	Composition et caractéristiques du lait.....	2
I.2.1	Caractéristiques organoleptiques.....	3
I.2.2	Caractéristiques physiques et chimiques.....	3
	Tableau 2 : Les caractéristiques physiques (Bourgeois <i>et al.</i> , 1990).....	3
I.2.3	Caractéristiques microbiologiques du lait.....	4
I.2.4	Protéines du lait.....	5
I.3	Généralités sur les caséines.....	5
I.3.1	Composition et structure chimique.....	5
I.3.2	Micelles de caséine.....	5

Chapitre II: Coagulation du lait

II.	Mécanismes de la coagulation.....	7
II.1	Coagulation du lait.....	7
II.1.1	Coagulation acide.....	7
II.1.2	Coagulation par les extraits de plantes.....	8
II.1.3	Coagulation enzymatique du lait.....	8
II.1.3.1	Principaux enzymes coagulants du lait.....	8
II.1.3.2	Caractéristiques des différents gels obtenus.....	9
II.1.4	Coagulation mixte.....	10
II.2	Facteurs de la coagulation.....	10
II.3	Evaluation de la coagulation.....	11

Chapitre III: Présentation de la plante (*Chardon marie*)

III. Présentation de la plante.....	12
III.1. Présentation du Chardon marie (<i>Silybum marianum</i> (L)).....	12
III.2 Origine de la plante	12
III.3. Systématique	12
III.4. Description morphologique	13
III.4. 1. Racines	13
III.4.2. Tiges	13
III.4.3. Feuilles	13
III.4.4. Fleurs	14
III.4. 5. Floraison.....	14
III.4.6. Fruit	14
III.5. Reproduction	14
III.6. Caractéristiques botaniques	14
III.7. Constituants	15

Partie expérimental

Chpitre I: Matériel et méthodes

I.1 Objectif.....	16
II. La préparation du lait.....	16
III. Les analyses des laits.....	16
III.1. Détermination de l'acidité titrable.....	17
III.2 La préparation du coagulant.....	18
III.2.1 Préparation de la solution de présure (à partir du chardon marie).....	18
III.2.2 Détermination de l'activité coagulante (la force de présure).....	18
III.3 Ajout de l'p'extrait.....	19
III.4 Calcul de la force de la présure végétal (extrait du chardon marie).....	20

Chapitre II: résultats et discussion

IV. Résultats des analyses des laits	21
IV.4 Force de présure et temps de coagulation	22
IV.4.1 Pour la 1 ^{ère} solution (10%)	22
IV.4.2 Pour la 2 ^{ème} solution (5%)	24
Discussion	26
Conclusion.....	27
Référence bibliographique.....	28
Résumé	Error! Bookmark not defined.32

Introduction

La coagulation consiste à la formation d'un gel ou caillé, suite à des modifications complexes, tant physiques que chimiques, des constituants du lait, principalement, les caséines. Le premier agent coagulant est la présure. Cette enzyme se trouve dans les caillottes de jeunes ruminants, à l'allaitement. Il faut, en moyenne 4 caillottes de veaux pour produire une tonne de fromage (**Bauer et al., 2010, Alais 1984**). L'essor de l'industrie des fromages, demande de plus en plus de présure, les restrictions sur l'abattage des jeunes ruminants et le refus des présures par les pays musulmans, au vu du rituel non Halal de l'abattage, ont causé une pénurie mondiale de présures. A cet effet, la recherche d'autres agents coagulants, s'est accentué pour aboutir à des produits donnant les mêmes fromages que ceux à la présure de veaux à un prix de revient inférieur (**Benani, 2017**).

A l'échelle mondiale la disponibilité des caillottes de veaux de lait devient limitée (**FAO, 2012**). Ce manque a suscité la recherche de succédanés de présure de différentes origines animale, végétale ou microbienne. Parmi les enzymes de remplacement d'origine végétale, la cardosine extraite du cardon (*Cynara cardunculus*), la ficine, du latex du figuier (*Ficus caricas*), la papaïne, des feuilles du papayer (*Carica papaya*), la broméline, des tiges d'ananas (*Ananas comasus*) et la calotropine, du *Calotropis procera* (**Aworh et Nakai, 1986 ; Aworh et Muller, 1987 ; Vioque et al, 2000, Sousa et Malcata, 2002**). Les enzymes extraites de ces nombreuses espèces coagulent le lait. Cependant, leur activité protéolytique est assez intense par rapport à leur activité coagulante comparativement à la présure (**Cuvelier 1993, Ramet, 1997a**).

D'autre part, de multiples enzymes coagulantes d'origines bactériennes du genre *Bacillus*, *Pseudomonas* et d'origines fongiques issues des préparations de *Mucor* sont utilisées comme substituts de présure notamment au Japon et aux USA (**Ramet, 1997a ; Mandy et al.,2011**).

L'Algérie, dépendante de l'étranger pour ces présures, connaît des essais de travaux, tels que ceux de TEPA, Transformation et Elaboration des Produits Agro-alimentaires (**Adoui ,2007 et Benyahia Krid, 2010**) sur les agents coagulants d'origine végétale, principalement du Chardon Marie. La plante en question est utilisée depuis toujours pour la fabrication des fromages traditionnels algériens.

L'objectif du travail est de la détermination du pouvoir coagulant du chardon marie sur 3 types de lait, et la possibilité de l'utilisé comme succédanée de la présure animale.

Notre travail est divisé en deux parties ; la première est consacrée à une synthèse bibliographique qui résume l'étude du lait, une présentation de la plante (chardon marie). La deuxième partie, nous avons adopté une démarche expérimentale qui porte sur l'extraction d'un succédané de la présure à partir des pétales du chardon, avec les résultats et la discussion.

Partie

Bibliographique

I. Généralités sur le lait

I.1 Définition du lait

Le lait est la sécrétion mammaire normale d'animaux de traite obtenue à partir d'une ou de plusieurs traites sans rien y ajouter ou en soustraire, destinée à la consommation comme lait liquide ou à un traitement ultérieur (FAO, 2000). C'est un liquide opaque blanc mat, plus ou moins jaunâtre selon la teneur de la matière grasse en β carotènes. Il a une odeur peu marquée, mais caractéristique. Son goût, variable selon les espèces animales, est agréable et douceâtre. En 1909, le lait destiné à l'alimentation humaine a été défini par le Congrès International de la Répression des Fraudes, comme étant le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum. (Goursaud, 1985).

I.2 Composition et caractéristiques du lait

Le lait est un produit d'origine biologique fortement altérable par voie microbienne et par voie enzymatique. C'est un milieu multiphasique : une phase aqueuse contenant essentiellement le lactose, les minéraux ; une phase dispersée de nature lipidique (globules gras) et une phase de nature protéique (micelles de caséines). Cette composition varie selon différents facteurs liés aux animaux, les principaux étant *la race, la période de lactation, l'alimentation, la saison et l'âge* (Vignola, 2002).

Tableau 1 : Composition générale du lait en g/100 ml (Vignola, 2002).

Composants majeurs	Valeur moyenne
Eau	87,5
Matières grasses	3,7
Protéines	3,2
Glucides	4,6
Minéraux	0,9

I.2.1 Caractéristiques organoleptiques

La qualité organoleptique (couleur, odeur et texture) d'un produit se dégrade au fil du temps. La durée de stockage, la température et leur action combinée affectent considérablement les attributs sensoriels totaux (Raynaud, 2006). Un lait de bonne qualité organoleptique présente des caractéristiques particulières qui concernent la couleur, l'odeur, la saveur, la viscosité etc. (Luquet, 1990).

I.2.2 Caractéristiques physiques et chimiques

Tableau 2 : Les caractéristiques physiques (Bourgeois *et al.*, 1990)

Caractéristiques physiques	Valeurs
pH	6.6-6.8
Densité	1,030 – 1,033
Température de congélation (°C)	0,53

Tableau 3 : Les caractéristiques chimiques (Bourgeois *et al.*, 1990)

Caractéristiques chimiques (g/100g)	Valeurs
Extrait sec total	12,7
Taux de matière grasse	3,9
Teneur en matière azotée totale	3,4
Teneur en caséines	2,8
Teneur en albumines et globulines	0,5
Teneur en lactose	4,9
Teneur en cendres	0,90
Vitamines, enzymes et gaz dissous	Traces

I.2.3 Caractéristiques microbiologiques du lait

Le lait contient peu de microorganismes (moins de 10³ germes/ml) lorsqu'il est prélevé dans de bonnes conditions à partir d'un animal sain. Il s'agit essentiellement des microcoques mais aussi des streptocoques lactiques (*Lactococcus* et *Lactobacillus*) qui sont des germes saprophytes du pis et des canaux galactophores. Le lait cru est protégé contre les bactéries par des substances inhibitrices appelées "Lacténines" mais leur action est de très courte durée (1 heure environ) (**Guiraud, 1998**). D'autres microorganismes peuvent se trouver dans le lait lorsqu'il est issu d'un animal malade. Ils sont généralement dangereux au point de vue sanitaire.

❖ Principales activités des microorganismes du lait

Les activités métaboliques des microorganismes présents dans le lait peuvent avoir des effets positifs ou négatifs sur l'apparence, l'odeur, la consistance ou la texture et le goût des produits laitiers. Parmi ces activités on peut citer.

- **l'acidification** : c'est une production d'acide lactique à partir du lactose par les bactéries lactiques lors de leur croissance.
- **la protéolyse** : c'est la dégradation des protéines du lait avec formation de peptides, dont certains donnent des mauvais goûts aux produits laitiers.
- **la lipolyse** : c'est la libération d'acides gras à partir des triglycérides du lait, entraînant un goût de rance.
- **la production de gaz** : certaines bactéries (hétéro fermentaires, bactéries telluriques) au cours de leur croissance produisent des gaz. Dans le cas de certains fromages on peut assister à l'apparition d'un défaut d'aspect, dû à la production de gaz, associé ou non à un défaut de goût.

Enfin, certains microorganismes ne semblent pas présenter les inconvénients cités plus haut. Leur présence en grand nombre dans le lait est toutefois l'indication d'une mauvaise hygiène générale au stade de la production. Ces microorganismes peuvent être considérés comme « indicateurs » d'une hygiène défectueuse (**Vignola, 2002**).

I.2.4 Protéines du lait

Du point de vue physico-chimique, le lait peut être considéré comme une émulsion de matière grasse dans une solution aqueuse contenant de nombreux éléments dont les uns sont à l'état dissout (lactose, sels, vitamines, protéines et composés azotés solubles) et les autres sous la forme colloïdale (micelles de caséines, phosphate de Ca et Mg) (**Luquet, 1990**). Dans cet ensemble de constituants, les protéines, dont la teneur moyenne estimée à 34 g/l est représentée à 28g/l par les caséines. Celles-ci sont primordiales parce qu'elles confèrent une bonne valeur nutritionnelle au produit (couverture des besoins azotés de l'organisme) et, une valeur ajoutée au lait grâce à leurs aptitudes technologiques et leurs propriétés fonctionnelles reconnues (**Cayot et Lorient, 1998**). Ces protéines ont une finalité alimentaire et elles constituent la base de la transformation du lait en fromage.

I.3 Généralités sur les caséines

I.3.1 Composition et structure chimique

Les caséines représentent 80% des protéines totales du lait et se composent de quatre protéines majeures, les caséines α_1 , α_2 , β , et κ dont les proportions relatives respectivement sont : 33, 11, 33, 11 %, (**Dalgleish et Corredig, 2012**). Ces protéines possèdent un certain nombre de caractères communs : la présence de phosphore sous forme de groupements phosphorylases, leur richesse en certains acides aminés (glu, leu, pro) et la forte proportion de résidus apolaires (**Mahaut et al., 2000**).

Leur point isoélectrique est de 4,65, l'élucidation de la structure tridimensionnelle permet d'affirmer que les caséines se regroupent sous forme sphérique appelée micelle (**Vignola, 2002**).

I.3.2 Micelles de caséine

La micelle de caséine est une particule sphérique d'environ 180 nm constituée de submicelles de 8 à 20 nm, elle est très hydratée (2 à 4 g d'eau par g de protéine) et 7% environ de son extrait sec est composé de (**Lenoir et al., 1997**). L'augmentation de la teneur en caséine k s'accompagne de la baisse de la taille des micelles et suggère une localisation de cette caséine à la surface des micelles, Cette caséine serait un facteur limitant de la croissance des micelles, les

micelles les plus petites étant les plus riches en caséine k (**Lovisi *et al.*, 2003 ; Dagleish et Corredig, 2012**).

Les submicelles pourraient être constituées d'environ 10 molécules des 4 caséines en proportion variable avec une répartition de caséine k (hydrophile) en surface ; les sub-micelles les plus riches en caséine k sont situées en surface de la micelle, ce qui la stabilise (**Cayot et Lorient, 1998**).

Les minéraux contenus dans les micelles de caséine sont qualifiés de colloïdaux. Ils sont constitués de calcium, de phosphore, et du magnésium (**Walstra et Jenness, 1984**). Les submicelles sont reliées entre elles par le biais des ponts phosphate de calcium (**Dekruif *et al.*, 2012**).

II. Mécanismes de la coagulation

La coagulation du lait résulte d'un changement irréversible du lait de l'état liquide à l'état semi solide appelé gel ou coagulum (**Cecchinato et al., 2012**). Il s'agit de l'étape la plus importante pour réussir un fromage, en effet, Les caractéristiques physicochimiques du gel conditionnent l'aptitude à l'égouttage et les caractéristiques finales du fromage (**Hsieh et Pan, 2012**). Les mécanismes de la formation du coagulum diffèrent totalement suivant que ces modifications sont induites par acidification ou par action d'enzymes coagulantes (**Lefebvre-Cases et al., 1998**).

II.1 Coagulation du lait

La coagulation du lait constitue une forme ancestrale de conservation des protéines, de la matière grasse ainsi que d'une partie du calcium et du phosphore, dont les qualités nutritionnelles et organoleptiques sont appréciées par l'homme dans presque toutes les régions du globe (**Abiazar, 2007**), en industrie fromagère, le procédé choisie pour la coagulation à un large effet sur la texture du produit fini (**Herbert et al., 1999**).

II.1.1 Coagulation acide

La coagulation par voie acide est provoquée par l'acide lactique d'origine bactérienne, qui transforme le lactose en acide lactique. Le pH du lait de fromagerie diminue avec la production d'acide. Ce qui provoque une solubilisation du phosphate et du calcium colloïdal, un élément important dans la stabilité des micelles de caséine. Ces dernières vont se lier entre elles et former un gel cassant très friable et peu élastique (**Mietton, 1995**). Si l'acidification est rapide par addition d'un acide minéral ou organique, il y a floculation des caséines à pH 4,6 sous la forme d'un précipité plus ou moins granulé dispersé dans le lactosérum. Par contre, une acidification progressive, obtenue soit par fermentation lactique, soit par hydrolyse de la gluconolactone, conduit à la formation d'un gel lisse homogène qui occupe entièrement le volume initial du lait (**Mietton et al., 1994**). La teneur en protéines agit sur la coagulation acide. Un lait riche en protéines formera un caillé lactique plus ferme (**Carole et Vignola, 2002**).

II.1.2 Coagulation par les extraits de plantes

La coagulation du lait peut venir de pratiques que l'on retrouve dans le monde entier, par l'emploi, non pas d'acide lactique ou d'enzymes animales, mais d'extraits végétaux (**Froc, 2001**). Il existe, dans divers pays, des plantes susceptibles de fournir des enzymes ayant la propriété de coaguler le lait, d'une façon générale, ces diverses préparations végétales ont donné des résultats assez décevants en fromagerie car elles possèdent le plus souvent une activité protéolytique très élevée et produisent des fromages amers (**Lo Piero et al., 2002**).

En Algérie l'utilisation des fleurs du chardon, de l'extrait de l'artichaut, des graines de citrouille, ou de la sève du figuier sont des pratiques connues pour la production du Jben traditionnel (**Mouzali et al., 2006**).

II.1.3 Coagulation enzymatique du lait

La coagulation enzymatique est assurée par un grand nombre d'enzymes protéolytiques, d'origine animale, végétale ou microbienne, ayant la propriété de coaguler le lait. Il faut aussi tenir compte de leur grande activité protéolytique non spécifique supplémentaire qui leur permet d'hydrolyser les caséines α et β avec libération de peptides (**Mietton, 1995**).

Si cette hydrolyse est trop élevée, il peut en résulter une baisse du rendement fromager, une texture molle et l'apparition de goûts anormaux. La présure est une enzyme protéolytique provenant de la caillette du veau non sevré. Cette enzyme correspond à deux fractions actives: l'une mineure (20 %), constituée par la pepsine ; l'autre majeure (80 %), est représentée par la chymosine qui est le coagulant le plus utilisé (**Eck, 1990**). En pratique, la coagulation du lait peut se caractériser par trois paramètres : le temps de floculation, la vitesse de raffermissement et la fermeté maximale du gel (**Caron et al., 1997**).

II.1.3.1 Principaux enzymes coagulants du lait

❖ **Protéases d'origine animale (Présure) :** La présure (mélange de chymosine et de pepsine) est un extrait liquide ou pâteux provenant de la macération des caillettes des jeunes ruminants dans une saumure à 10% de NaCl.

La chymosine est la principale enzyme de coagulation du lait présenté dans la présure. C'est une protéase acide, sécrétée sous forme de pro enzyme inactive appelée prochymosine. L'activation de la proenzyme en chymosine se fait spontanément dans la caillette aux pH inférieurs à 5,0 par hydrolyse de l'extrémité N-terminale de la molécule. (**Mahaut et al., 2000**).

La coagulation, provoquée par une enzyme résulte d'un processus en trois phases :

- Une phase primaire ou enzymatique au cours de laquelle la caséine κ est hydrolysée spécifiquement (liaison phénylalanine méthionine (PHE105-MET106) pour former la para caséine et le caséino-maclopeptide (**CMP**) constitué de 65 acides aminés.
- Une phase secondaire pendant laquelle les micelles de caséine, dont la charge est modifiée après hydrolyse de la caséine κ , s'agrègent pour former le gel appelé caillé. Une fois le gel obtenu.
- La coagulation se poursuit en une phase tertiaire d'organisation et de réticulation du gel mettant en jeu les liaisons intermoléculaires, dénommée phase de durcissement en fromagerie (**Ikonen, 2000**).

❖ **Protéases d'origine végétale** : On connaît de très nombreuses préparations coagulantes provenant du règne végétal ; elles sont extraites par macération de divers organes de plantes supérieures. Parmi les espèces européennes, on peut citer le gaillet, l'artichaut, le chardon qui ont été et (ou) sont encore utilisés dans des fabrications de fromages fermiers, en particulier dans l'ouest du bassin Méditerranéen (Espagne, Portugal). D'autres extraits coagulants ont été obtenus à partir de plantes tropicales : les plus connus sont les ficines, extraites du latex du figuier, la papaine, extraite des feuilles du papayer, la bromélaïne, extraite de l'ananas et l'extrait de **chardon Marie**. D'une façon générale, ces diverses préparations végétales ont donné des résultats assez décevants en fromagerie car elles possèdent le plus souvent une activité protéolytique très élevée, qui se traduit par l'apparition des inconvénients technologiques majeurs précédemment signalés. L'activité coagulante est d'autre part très variable car elle est fortement influencée par l'état de maturité de la plante et par les conditions de collecte et de stockage. De ce fait, l'emploi de ces protéases coagulantes est toujours resté limité aux aires locales de production (**Veisseyre, 1979**).

II.1.3.2 Caractéristiques des différents gels obtenus

- Propriétés de coagulum obtenu par voie enzymatique : Le gel présure est rigide, de grande cohésion, contracté et imperméable.
- Propriétés de coagulum obtenu par voie acide : Le coagulum formé par voie acide possède des propriétés rhéologiques caractéristiques : il est friable, peu élastique, son raffermissement est très limité et très long, sa porosité est bonne, sa perméabilité élevée, mais son aptitude à l'égouttage est limitée (**Ramet, 1985**).

II.1.4 Coagulation mixte

Résultat de l'action conjuguée de la présure et de l'acidification lactique. Dans la pratique industrielle, un gel mixte peut être obtenu selon deux techniques:

- ✓ Soit emprésurant un lait au cours de l'acidification, la coagulation est alors généralement, plus rapide et le gel ainsi obtenu offre des caractères intermédiaires entre un gel présure et un gel lactique.
- ✓ Soit en laissant s'acidifier naturellement un caillé emprésuré, ce qui permet à ce dernier d'acquérir progressivement les caractères lactiques (**Veisseyre, 1979**).

II.2 Facteurs de la coagulation

De Nombreux facteurs sont susceptibles de modifier la coagulation du lait et les caractéristiques physiques des coagulums. Ces facteurs sont principalement liés à la concentration en enzyme, à la température, au pH, à la teneur en calcium, à la teneur en caséines et à la dimension des micelles (**Mahaut *et al.*, 2000, Li et Dalglish, 2006**).

1- Concentration en enzyme : la concentration en enzyme est inversement proportionnelle au temps de coagulation. Cependant, elle est proportionnelle à la vitesse d'hydrolyse de la caséine κ (phase enzymatique) et à la vitesse d'agrégation des micelles (phase physique).

2- Température : la température optimale d'activité de la chymosine et de la pepsine est de **40-42°C**. A cet intervalle de température, le temps de floculation est minimal, puis augmente aux températures plus élevées et devient nul à **65°C** où la présure est inactivée. On note que le temps de raffermissement du gel diminue avec l'élévation de la température.

3- pH : en passant de pH **6,7** à **5,6**, la vitesse de coagulation est accrue. Ceci résulte d'un accroissement de la vitesse d'hydrolyse et par suite une augmentation de la vitesse de raffermissement du gel. La fermeté est significativement importante de pH **6,6** à pH **6,0** due à une plus grande disponibilité du calcium ionisé. Au-dessous de pH **6,0**, la caséine se déminéralise et la désagrégation de la structure micellaire est accentuée jusqu'à devenir totale à pH **5,2**. Il en résulte un affaiblissement du réseau.

4- Teneur en calcium : la réticulation du gel lors de la coagulation du lait par la présure, impliquant des liaisons phosphocalciques, est particulièrement influencée par la teneur et la nature du calcium présent. L'addition du **CaCl₂** entraîne une augmentation du calcium

ionisé et du calcium colloïdal ayant pour conséquence un temps de coagulation plus court et une fermeté du gel plus élevée.

5- Teneur en caséines : la vitesse d'hydrolyse enzymatique est proportionnelle à la teneur en protéines. Ainsi, la vitesse d'agrégation et la fermeté des gels augmentent avec la teneur des caséines.

6- Dimension des micelles : la relation entre les dimensions des micelles et le temps de coagulation est proportionnelle. Pour les micelles de faible diamètre, riches en caséine k, la vitesse d'hydrolyse est plus rapide.

II.3 Evaluation de la coagulation

❖ Activité coagulante et temps de coagulation

II.3.1 Temps de coagulation : le temps de coagulation correspondant au temps entre l'addition d'enzyme coagulante et le début de tranchage du gel (**Ramet, 1997b**).

II.3.2 Temps de prise : le temps de prise ou durée de prise est le temps qui s'écoule entre l' emprésurage et le début de la floculation, c'est-à-dire, gélification apparente du lait (**Luquet et Boudier, 1981 ; Mahaut et al., 2000**).

II.3.3 Activité coagulante : l'activité coagulante est définie par l'unité présure (UP). Selon **Berridge**, cette unité correspond à la quantité d'enzyme contenue dans 1 centimètre cube, qui peut coaguler 10 centimètres cubes de substrat standard en 100 secondes à 30°C (**Alais, 1984**).

II.3.4 Force coagulante : les méthodes anciennes et les plus répandues ont été proposées par **Soxhlet et Berridge**. L'unité Soxhlet correspond au nombre d'unité de poids ou de volume de lait qui peuvent être coagulés par une unité de poids ou de volume de préparation coagulante en 40 min et à 35°C (**Alais, 1984 ; Ramet, 1997b**).

III. Présentation de la plante

III.1. Présentation du Chardon marie (*Silybum marianum* (L)

La chardonnette est une plante vivace sauvage proche du cardon et de l'artichaut, aux feuilles recouvertes de piquants et les fleurs d'aiguilles très agressives longues de 2 à 3 cm, et comme toutes ces plantes recouvertes de piquants, c'est qu'elles protègent un trésor (comme la figue de barbarie). Le trésor de la chardonnette se trouve dans sa fleur, ses fleurons violet qui en séchant, se détachent facilement (toute fois en se munissant de gants de cuir), tous les ans, en été, récupérées et bien séchées à l'ombre sont utilisées pour le prochain été (Marie, 2016).



Figure 1 : chardon marie

<https://www.chardon+de+marie&client>

III.2 Origine de la plante

Le Chardon marie est endémique à la région méditerranéenne (Hauf, 1982). Selon (Bayer et Buller, 1990), il s'étend de la mer à 700-1100 m d'altitude sur les terrains incultes secs et rocaillieux de toute l'Europe occidentale (au nord jusqu'au Danemark) et méridionale, ainsi qu'en Afrique du Nord. Le chardon marie est cultivé dans les jardins ornementaux (Roche, 1991). Selon (Quezel et Santa, 1963) cette plante est cosmopolite, préfère les sols secs et les endroits chauds et ensoleillés. On la trouve dans les champs, les terrains incultes, les décombres et les bords des routes. En Algérie, le chardon marie est particulièrement répandue dans les hauts plateaux, la steppe, le sud de l'Atlas saharien, les pâturages sablonneux et les lieux un peu humides.

Selon (Sindel, 1991 et Gabay et Al, 1994), le chardon marie est aujourd'hui répandu en Amérique du Nord, si bien qu'on le trouve tant au Canada qu'au Mexique, la Nouvelle- Zélande, l'Australie, l'Afrique du Sud, le Chili et l'Argentine.

III.3. Systématique

La systématique du chardon marie selon (Deysson, 1979), (Anonyme, 2007), (Guignard, 1998), (Spichiger et al., 2000), est comme suit :

Embranchement	Phanérogames
Sous-embranchement	Angiospermes
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Asterales
Famille	Asteraceae (Composées)
Sous-famille	Tubuliflores
Genre	Silybum
Espèces	Silybum marianum (L). Gaer

III.4. Description morphologique

Mêlés à toutes les autres plantes qui foisonnent le long des champs et des routes, dont beaucoup sont aussi imposantes qu'eux, les chardons marie se reconnaissent à leurs belles têtes violacées qu'entourent les collerettes un peu défraîchies de leurs longues bractées épineuses (Beniston, 1984, Luper 1998 et Pepping, 1999).

III.4.1. Racines

D'après (Sindel, 1991), la plante Chardon marie est caractérisée par une racine pivotante, forte, longue, épaisse et fibreuse.

III.4.2. Tiges

Généralement ramifiée, atteignant environ 20 à 150 cm de haut, porte peu de feuilles sur la partie supérieure (Hauf, 1982, Guittonneau et Huon, 1983 et Caremes, 1990).

III.4.3. Feuilles

Selon (Bayer et Buller 1990) et (Caremes, 1990), le chardon marie est caractérisé par ses grandes feuilles vert pâle brillantes, tachées de blanc lobées et ondulées, sont bordées de dents épineuses à pointe jaune très acérée. Les feuilles de la base sont pétiolées, découpées en lobes à bords dentés épineux, en rosettes, très grandes d'environ 1 m (Sindel, 1991). Les feuilles

supérieures sont plus petites et plus étroites réduites et embarrassantes, à bord moins découpé, mais très épineux. Elles présentent toutes de nombreuses nervures blanches, donnant l'impression que la feuille est maculée de lait (Caremes ,1990).

III.4.4. Fleurs

Selon (Guittonneau Et Huon ,1983), elles sont toutes tubuleuses réunies en capitules terminaux, solitaires, dépassant souvent 6cm de diamètre, dont la plupart sont pourvues d'une forte épine atteignant jusqu'à 5cm et se réfléchissant vers l'arrière. La corolle est dentée de couleur pourprée, 5 étamines formant un tube autour du style (Guignard, 1998).

III.4. 5. Floraison

La floraison est caractérisée par une inflorescence parsemée de capitules, par une pollinisation autogame et par une répartition hermaphrodite (Guittonneau Et Huon ,1983).La période de la floraison s'étale du mois d'octobre jusqu'au printemps, elle dure environ deux mois (Dodd, 1989).

III.4.6. Fruit

Selon (Guittonneau et Huon 1983), les fruits sont des akènes luisants, de 6 à 7 mm, plats, lisses, et brillants et la couleur s'étend du noir au brun chiné ou marbré de jaune, surmontés d'une aigrette blanche. D'après (Sindel ,1991), les graines ont une aigrette, tombent quand les graines mûrissent.

III.5. Reproduction

Le Chardon marie se reproduit par la graine. Les bourgeons non ouverts et entièrement formés de fleur produiront des graines attachées à la plante (Groves et Kaye 1989, Sindel, 1991).

III.6. Caractéristiques botaniques

Le Chardon Marie est une plante annuelle ou bisannuelle qui peut atteindre 1,5 mètre de haut. On remarque ses feuilles brillantes, vertes marbrées de blanc, aux lobes découpés dont le bord denté est pourvu d'épines. Les tiges ramifiées à leur extrémité portent des touffes bien fournies de fleurs tubulaires ; ces capitules ont des bractées épineuses fortement recourbées en

arrière. Les fruits (akènes) oviformes, de couleur beige ou brune, sont entourés d'une coquille; ils portent des aigrettes légèrement pendantes de poils soyeux et blancs (= pappus, du grec pappos = homme aux cheveux gris) (**Dodd, 1981**).

III.7. Constituants

- Flavolignanes : silymarine, silybine, silydianine, silychristine (les agents protecteur du foie)
- Flavonoïdes : quercétine, kaempférol, apigénine, etc.
- Amines : tyramine, histamine, etc.
- Lipides : huiles fixes (30% acide oléique, 6% acide palmitique), phytostérols.
- Glucides (38%) – amidon principalement.
- Protéines (23%).

Partie

Expérimentale

I.1 Objectif

L'objectif principal de cette étude est de déterminer le pouvoir coagulant du chardon marie sur différents types du lait.

De manière spécifique, il s'agit de déterminer la force de coagulation, et donc la dose de l'extrait de Chardon Marie à utilisé pour une coagulation rapide.

II. La préparation du lait

La matière première utilisée est le lait, où on a utilisé 3 types du lait :

- ❖ Le lait de vache frais de la traite du jour provenant de la ferme de Hassi Mameche, Mostaganem.
- ❖ Le lait de vache pasteurisé de la laiterie le littoral (Giplait) Zone d'activité Salamandre, Mostaganem.
- ❖ Le lait reconstitué partiellement écrémé de la laiterie VALLÉE-DES-JARDINS, Debdaba, Sayada, Mostaganem.

III. Les analyses des laits

A fin de savoir les caractéristique physicochimiques du lait utilisé dans notre travail, On a utilisé le LACTO-STAR pour mesurer quelque paramètre physico-chimique du lait (sauf l'acidité) :

F : matière grasse

D : densité

C : taux de cendre

S : matière sèche

P : protéine

T : température

PH : potentiel hydrogène

FP : point de congélation

S' : taux de salinité

W : activité de l'eau

L : lactose

III.1. Détermination de l'acidité titrable

L'acidité est mesurée par dosage de l'acide lactique à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N. La phénolphtaléine indique la limite de neutralisation par changement de couleur. L'acidité du lait est exprimée en degré Dornic ($^{\circ}\text{D}$) où : 1°D représente 0,1 g d'acide lactique dans un litre de lait (AFNOR, 1986).

- On a introduit 10ml de lait dans un bécher
- On a ajouté 2 gouttes de phénolphtaléine
- On a fait couler goutte à goutte la solution NAOH N/9 dans le bécher jusqu'à l'apparition de la couleur rose.
- On a lu sur la colonne graduée le nombre de ml utilisés, puis on multiplie le nombre par 10 et ceci donne l'acidité du lait en degré Dornic.

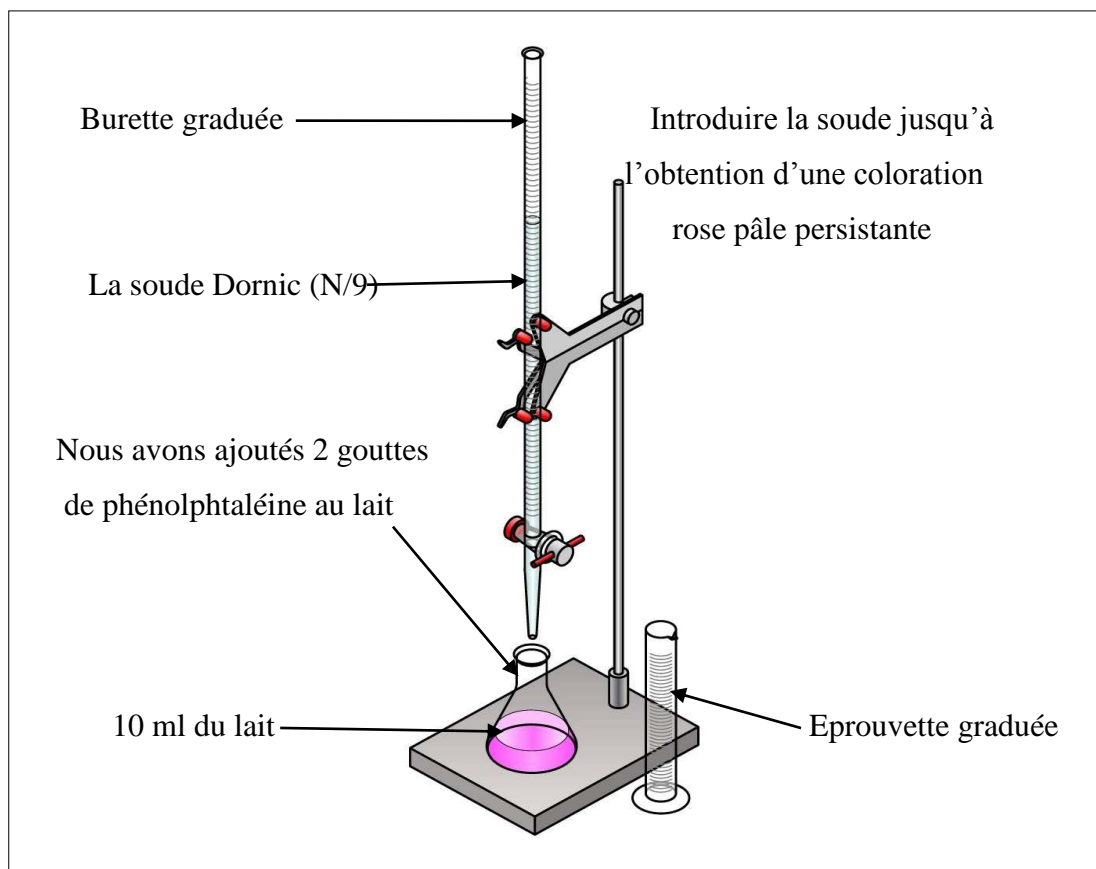


Figure 2 : Mesure de l'acidité Dornic.

III.2 La préparation du coagulant

Les pétales du *chardon marie* sont séchées à 38°C pendant 6 jours dans une étuve, cette plante à été ramenée de la région de Ain Sefra par Mr. Benmiloud, après les pétales sont pesés et broyés et conservés à l'abri de l'air et de l'humidité.

III.2.1 Préparation de la solution de présure (à partir du chardon marie)

Nous avons préparé 2 solutions de présure :

Solution 1 :

On a laissé 10g de poudre de chardon marie macérer 2 jours dans 500 ml d'eau distillée.

Solution 2 :

On a laissé 5g de poudre de chardon marie macérer 2 jours dans 500 ml d'eau distillée.

Après nous avons filtré les deux solutions par le papier filtre à l'aide d'une pompe à vide.

III.2.2 Détermination de l'activité coagulante

L'activité coagulante d'un extrait enzymatique est exprimée soit par l'unité d'activité coagulante (U.A.C.) nommée aussi unité présure (U.P). selon la méthode de *BERRIDGE* (*Martins et al., 1996 ; Libouga et al., 2006*), ou par la notion de force coagulante définie par *SOXHLET* (*Tsouli, 1974 ; Nouani et al., 2009*). Les deux méthodes se basent sur la mesure du temps de floculation, qui consiste à l'intervalle de temps compris entre le moment de l'emprésurage et l'apparition des premiers flocons de caséines visibles à l'œil nu (*Alais, 1984*). La force coagulante représente le volume du lait coagulable par unité de volume d'une enzyme ou d'un extrait enzymatique, en 40 minutes, à 35°C et pH égale à 6,4 (*Tsouli, 1974 ; alais, 1984*).

Elle est exprimée selon la formule suivante :

$$F = \frac{2400 V}{T v}$$

$$40 \text{ min} \times 60 = 2400 \text{ second}$$

F : Force de présure.

V : Volume de lait en ml.

v : Volume de présure en ml.

T : Temps de floculation (coagulation) en secondes.

III.3. Ajout de l'extrait

On a 3 échantillons du lait

Pour le 1^{er} lait (lait de vache de la ferme de Hassi Mameche)

On a réparti le lait dans 8 gobelets transparents chaque gobelet contient 100ml de lait.

- On a ajouté à la 1^{ère} série des différentes doses de présure de la 1^{ère} solution (10g de poudre dans 500ml d'eau distillé) ;

Et la 2^{ème} série on ajoute la 2^{ème} solution du présure (5g de poudre dans 500ml d'eau distillé).

- On a maintenu le gobelet transparent des 2 séries dans le bain-marie à 40°C et on a déclenché le chronomètre, Incliner le gobelet transparent et lui faire effectuer une légère rotation de façon à ce qu'il y ait un film de lait sur les parois du flacon. Lorsqu'un début de floculation apparaît, on a arrêté le chronomètre.
- On a refait la même chose avec la 2^{ème} solution de présure.

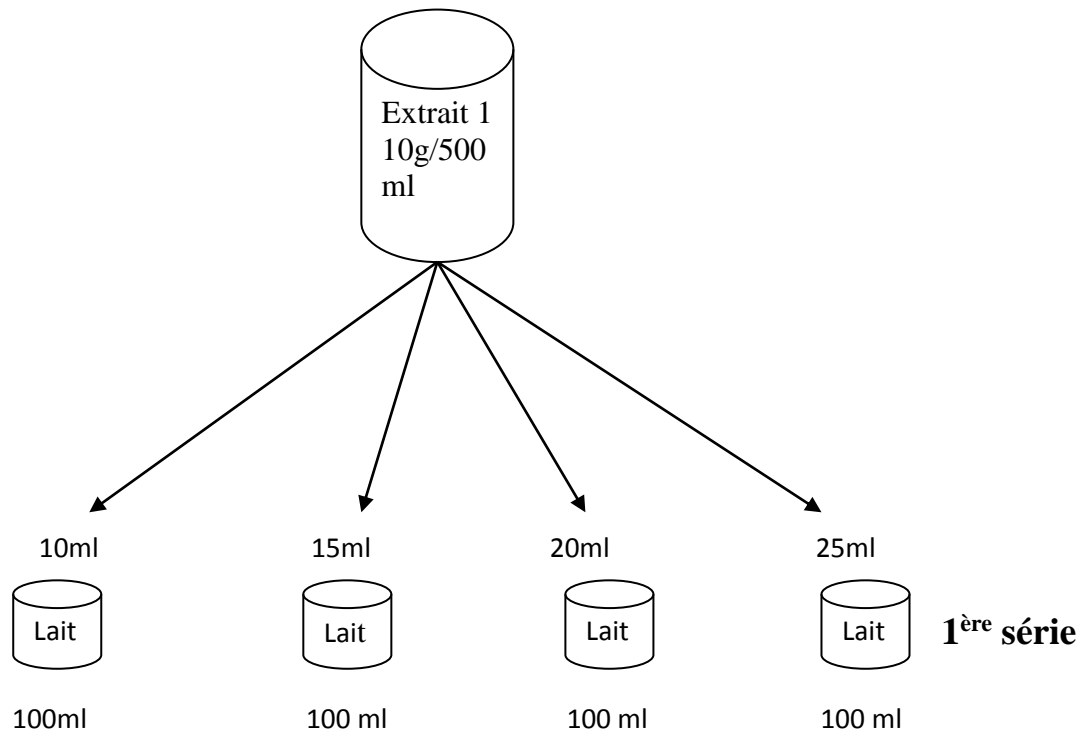


Figure 3 : la répartition du lait et l'ajout des différentes doses de l'extrait à la 1^{ère} série.

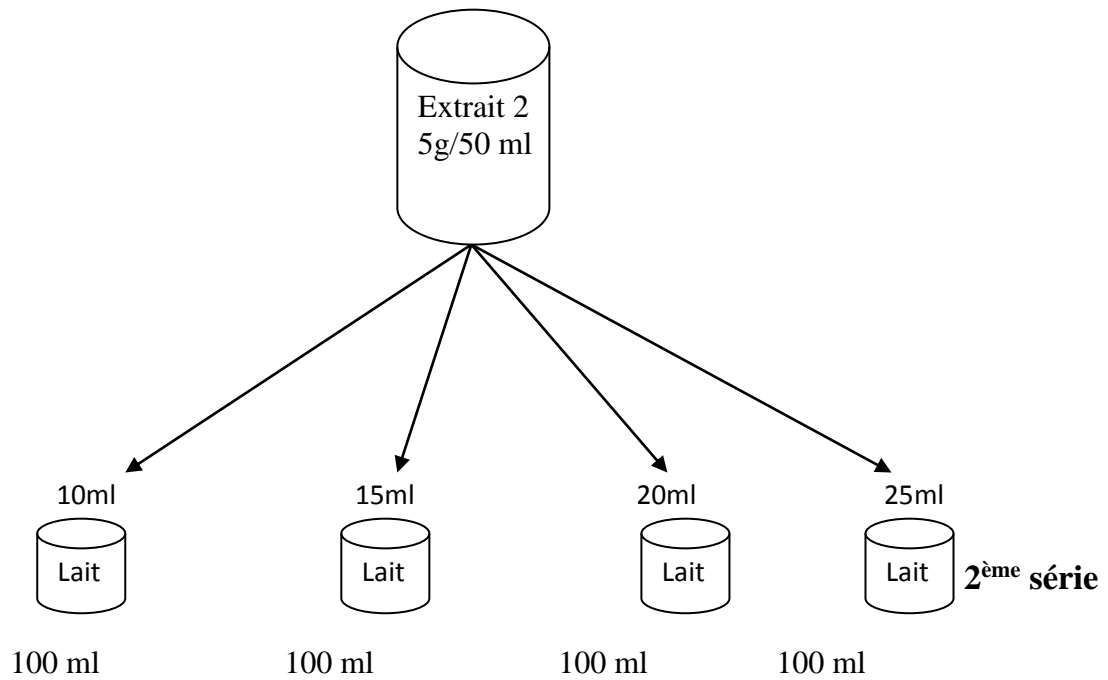


Figure 4 : la répartition du lait et l'ajout des différentes doses de présure à la 2^{ème} série

Nous avons fait la même chose pour les 2 autres laits (lait de vache pasteurisé et le lait reconstitué pasteurisé).

II.4 Calcul de la force de la présure végétal (extrait du chardon marie)

On a calculé le temps de coagulation des deux séries et la force de l'extrait des deux séries pour chaque type du lait.

III. Résultats des analyses des laits

Tableau 4 : Les résultats d'analyse des trois types du lait

Les paramètres physico-chimiques	Pour 100ml du lait cru	Pour 100ml du lait de vache pasteurisé	Pour 100ml du lait reconstitué
F : matière grasse	4.56	1.40	0.77
D : densité	1,032	1,029	1,021
C : taux de cendre	5.03	4.89	4.95
S : matière sèche	9.91	8.44	6.1
P : protéine	3.40	2.85	2.05
T : température	19.76	19.8	20.3
PH : potentiel hydrogène	7.05	7.01	7.10
FP : point de congélation	- 0.66	- 0.47	- 0.32
S' : taux de salinité	0.76	0.63	0.45
L : lactose	5.13	4.24	3.05
Acidité	18°D	17°D	10°D

Nous avons remarqués qu'il y a une grande différence entre les 3 types du lait analysés au niveau de :

- La matière grasse du lait cru est de 4.56 % pour 100ml du lait par contre pour le lait de vache pasteurisé est de 1.40 % et elle est plus faible pour le lait reconstitué 0.77 %.
- La matière sèche du lait cru elle est dans les normes (9.91 %) par contre celle du lait reconstitué est de (6.1 %) donc ce lait est riche en eau et pauvre de matière essentielle (mouiller)
- Le lait cru est salé (0.76%) par rapport au lait reconstitué (0.45%)
- Le PH des 3 laits est neutre

Selon ces résultats on peut dire que le meilleur lait pour la consommation est le lait cru parce qu'il est plus nutritif.

IV.4 Force de présure et temps de coagulation

IV.4.1 Pour la 1^{ère} solution (10%)

A. Le temps de coagulation :

Tableau 5 : le temps de coagulation de la 1^{ère} série pour chaque type du lait

		Le temps de coagulation par min		
		lait de vache de la ferme	lait de vache pasteurisé	lait reconstitué
Les doses en ml	10	5 min	2 min	20 min
	15	2 min	3 min	15 min
	20	2 min	2 min	22 min
	25	1 min	3 min	24 min

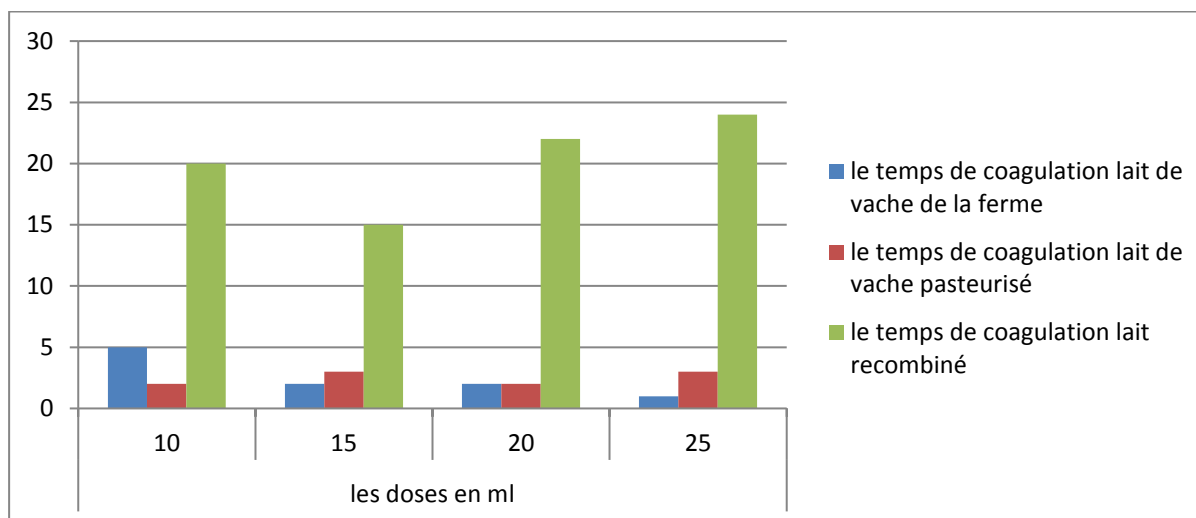


Figure 5 : le temps de coagulation de la 1^{ère} série pour chaque type du lait.

Nous avons remarqué que le temps de coagulation du lait reconstitué est le plus long.

Le lait de vache pasteurisé se coagule plus rapidement que les deux autres laits, mais à la dose 25 ml de l'extrait le lait de vache de la ferme coagule à 1 min seulement. et le lait reconstitué prend beaucoup de temps que les autres.

Donc la dose optimale de coagulation pour le lait de vache de la ferme est de 25ml de l'extrait ; et pour le lait de vache pasteurisé est 10 et 20 ml.

B. Force de coagulation

Tableau 6 : la force de coagulation de la 1^{ère} série pour chaque type du lait

		Force de coagulation		
		lait de vache de la ferme	lait de vache pasteurisé	lait reconstitué
Les doses en ml	10	80	133.33	20
	15	133.33	88.88	17.77
	20	100	100	9.09
	25	160	53.33	6.66

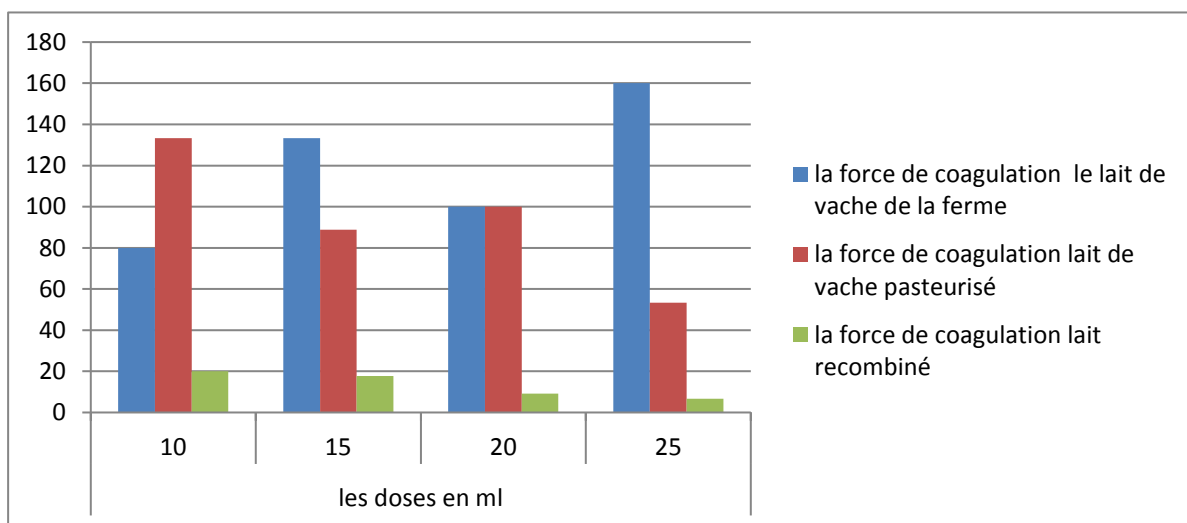


Figure 6 : la force de coagulation de la 1^{ère} série pour chaque type du lait.

Nous avons remarqué que la force de coagulation du lait recombiné est la plus moins que les deux autres laits.

Le lait de vache de la ferme à une force de coagulation plus grande (160) dans la dose 25ml de l'extrait, et dans la dose 20ml les deux laits de vache on une même force de coagulation (100).

IV.4.2 Pour la 2^{ème} solution (5 %)

A. Le temps de coagulation

Tableau 7 : le temps de coagulation de la 2^{ème} série pour chaque type du lait

		Le temps de coagulation		
		lait de vache de la ferme	lait de vache pasteurisé	lait reconstitué
Les doses en ml	10	6 min	3 min	17 min
	15	3 min	2 min	14 min
	20	2 min	3 min	10 min
	25	4 min	2 min	15 min

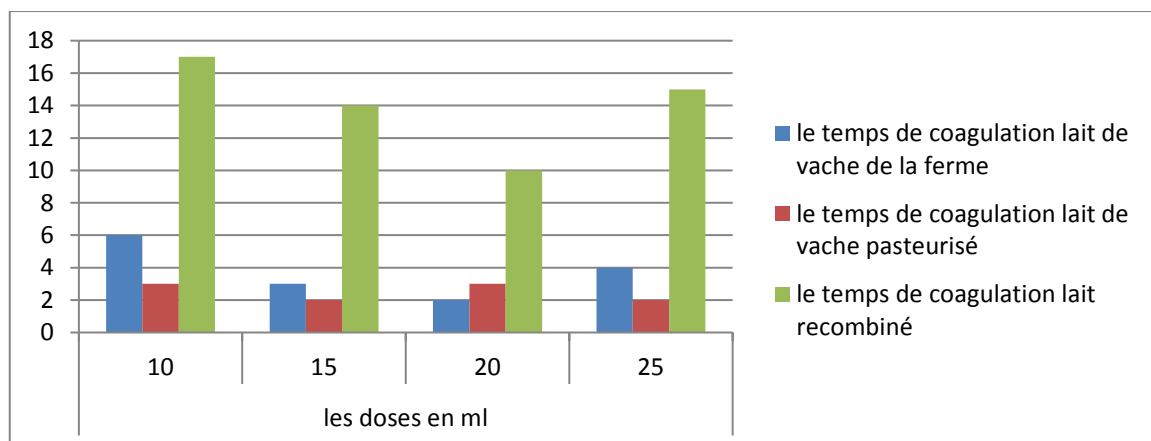


Figure 7 : le temps de coagulation de la 2^{ème} série pour chaque type du lait.

La dose optimale de coagulation pour le lait de vache de la ferme est 20ml, et pour le lait de vache pasteurisé est 15 et 25 ml et toujours le lait reconstitué prend un temps plus large que les autre.

Donc le lait de vache pasteurisé reste le meilleure lait qui réagir bien avec l'extrait du chardon qui se coagule rapidement.

B. Force de coagulation

Tableau 8 : la force de coagulation de la 2^{ème} série pour chaque type du lait

		La force de coagulation		
		lait de vache de la ferme	lait de vache pasteurisé	lait reconstitué
Les doses en ml	10	66.66	133.33	23.52
	15	88.88	133.33	19.04
	20	100	66.66	20
	25	40	80	10.66

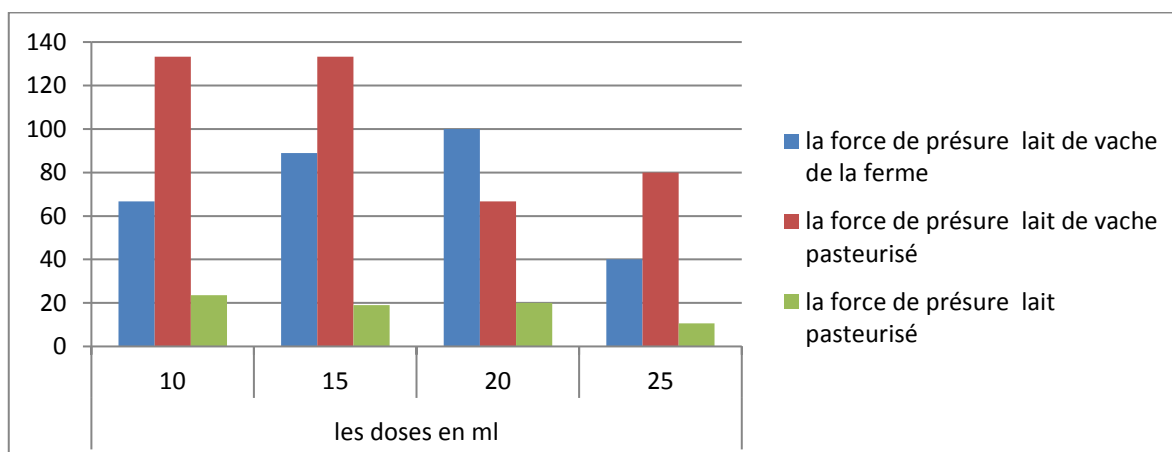


Figure 8 : la force de coagulation de la 2^{ème} série pour chaque type du lait

Dans les deux séries on peut remarquer que la force de présure diminue avec l'augmentation du temps de coagulation. Ce qui est confirmé par *Talantikite en 2015*, il existe une règle approximative de proportionnalité entre la dose de présure et l'inverse du temps de floculation

Plus la dose est forte plus le temps est court.

Discussion

Nos résultats d'analyses des laits par le *LACTO-STAR* montrent que la composition du lait de vache de la ferme est plus riche que le lait de vache pasteurisé et du lait reconstitué, se qui influe sur le temps et la force de coagulation de ces laits.

Donc la composition du lait influence la coagulation du lait de différentes façons. Une augmentation du niveau de caséines dans le lait résulte en un temps de coagulation plus court (**Hill, 1995**).

Le temps de coagulation du lait de vache de la ferme est le plus court après le lait de vache pasteurisé et le lait reconstitué à un temps plus lent parce que le taux des protéines dans se lait est le plus moins (2.05 %) donc il contient moins de caséine se qui provoque leur coagulation, il contient beaucoup d'eau et pauvre en matière sèche.

Le phénomène de pasteurisation aussi à un effet sur certain protéine (caséine) parce qu'il repose sur la température qui peut dénaturer les protéines, donc il provoque le temps de coagulation du lait.

Le meilleur temps de coagulation :

1. ***Pour la 1^{ère} solution (10g de hakka/500ml d'eau distillé)***

- Pour le lait de vache de la ferme le meilleur temps est 1 min d'une dose de 25ml dans 100ml du lait.
- Pour le lait de vache pasteurisé le meilleur temps est 2 min par les doses 10 et 20 ml de l'présure dans 100ml du lait
- Et pour le lait recombéné le meilleur temps est 15min d'une dose de 15ml de l'extract.

2. ***Pour la 2^{ème} solution (5g de hakka/500ml d'eau distillé)***

- Pour le lait de vache de la ferme le meilleur temps est 2min par la dose 20ml de l'extract.
- Pour le lait de vache pasteurisé le meilleur temps est 2min par les doses 15 et 25ml de l'extract.
- Pour le lait recombéné le meilleur temps est 10min par la dose 20ml de l'extract.

En augmentant la dose de l'extract le temps de coagulation est réduit donc la force de l'extract a augmenté. Ce qui est confirmé par **Talantikite en 2015**.

Nous remarquons aussi que l'activité coagulante du chardon marie est liée au type du lait ce qui a été déjà confirmé par les analyses ces dessus.

Conclusion

Pour les producteurs laitiers qui souhaitent transformer leur lait, l'aptitude à la coagulation du lait est un paramètre important. Elle permet en effet de transformer le lait. Dès lors, il convient de bien comprendre son processus et les techniques pour la mesurer afin d'obtenir le meilleur rendement de transformation.

À travers cette étude, nous avons tenté d'apporter une contribution à la possibilité de substituer la présure par des extraits à partir des pétales de chardon marie. L'extrait en question est très anciennement employé pour la coagulation du lait et dans la fabrication des fromages traditionnels Algériens.

Néanmoins, les conclusions nées de cette étude, il est intéressant de poursuivre ce travail, tel que :

- Utiliser chardon marie (*Silybum marianum*) comme présure industrielle au lieu d'importer la présure de l'étranger qui coute très chers ;
- Déterminer la meilleur dose de l'extrait du chardon marie pour une coagulation rapide;
- Tester les laits (de vache de la ferme, de vache pasteurisé et le lait reconstitué, etc.) qui donne une meilleure coagulation par Hakka ;
- Déterminer la relation entre le temps et la force de coagulation ;

Enfin, nous avons conclue que la composition du lait à un grand effet sur la coagulation du lait et joue sur le temps de coagulation, même la température influe la nature des protéines (Si le temps de coagulation est réduit la force de la présure a augmenté. Ce qui est confirmé par *Talantikite en 2015*).

Donc le meilleur lait pour faire un coagulant par l'ajout de l'extrait de chardon marie et le lait de vache de la ferme avec une dose de 25 ml de la solution de 10g/500ml d'eau distillé, si non on utilise le lait de vache pasteurisé, mais le lait reconstitué prend beaucoup de temps donc c'est un mauvais choix.

Référence bibliographique

A

- **Abiazar r., 2007** : Complexation des protéines laitières par les extraits de gousses vertes de caroubier Propriétés technologiques des coagulums obtenus, thèse AgroParisTech, 142p.
- **Adoui f., 2007** : Extraction d'enzyme Coagulant le lait à partir du proventricules de poulet. Mémoire magister. Univ. Mentouri Constantine. 64p.
- **Alais., 1984** : Sciences du lait : Principes des techniques laitières- 4e éd Paris: SEPAIC, 814p.
- **Aworh O. C. and Muller H.G. 1987** : Cheese making properties of vegetable rennet from Sodom apple *Calotropis procera*. Food chemistry, 26(1), pp : 71-79.
- **Aworh O. C. and Nakai s, 1986** : Extraction of milk enzyme from Sodom apple (*Calotropis procera*). Journal of Food Science, 51 (6), pp : 1569–1570.

B

- **Bayer, E. et Buller, K. P., 1990** : Guide de la flore méditerranéenne : caractéristiques, habitats, distributions et particularités de 536 espèces. Ed. Delachaux et Niesthe Paris, p 222.
- **Bayer e., buttler k.p., finkinzeller x., 1990**. Guide de la flore méditerranéenne. Caractéristiques, habitat, distribution et particularités de 536 espèces. Ed. Neufchatel, Suisse, 287p.
- **Benani Souad Touatia, 2017** : Mémoire de fin d'études En vue de l'obtention du diplôme de master Valorisation et optimisation de l'utilisation d'un coagulant végétal pour la fabrication d'un fromage traditionnel.
- **Benyahia-krid f.a., attia h., zidoune m.n., 2010**. Comparative study of milk coagulation with chicken pepsin or rennet: Interactions and microstructure. J. of Agriculture, Biotechnology and Ecology, vol.3, pp: 75-86.
- **Bourgeois C, Mescle J F et Zucam ; 1990** : Microbiologie Alimentation ; Aspect microbiologique de la sécurité de la qualité alimentaire. Paris ; Lavoisier : Techniques et Documentation – 422p

C

- **Caremes, C., 1990** : Les adventices des cultures méditerranéennes en Tunisie, leurs plantules, leurs semences. Publication agricole n° 27.,p 102-103.

- **Cayot P, Lorient D., 1998** : Structure et techno fonction des protéines de lait. Technique et documentation. Lavoisier, Paris, 363p.

- **Cecchinato a, penasa m, cipolat gotet c, de marchi m, bittante g., 2012** : Short communication: Factors affecting coagulation properties of Mediterranean buffalo milk. J. Dairy Sci.; 95:1709-1713.

- **Cuvelier G. F. (1993)**. Production des enzymes In : Biotechnologie,Ed., Scriban R.(coordonnateur), 4ème édition, Lavoisier Tec et Doc, , 904 p.

D

- **Dalgleish D.G, 2007** : The casein micelle and its reactivity. Lait (87): 385-387.

- **Dalgleish d.g. et corredig m., 2012** : The structure of the casein micelle of milk and its changes during processing. Annu. Rev. Food Sci. Technol.; 3:449–467.

- **De kruif c.g., huppertz t., urban v. s., petukhov a.v., 2012** : Casein micelles and their internal structure. Advances in Colloid and Interface Science 171–172, 36–52.

- **Dodd, J., 1989** ;Phenology and seed production of varbegatee thistele.*Silybum marianum* (L) Gaertn., in Australie in relation to mechanical an biological control. Weed Research 29, pp 255-263.

- **Dr J.P. Ramet:** La fromagerie et les variétés de fromages du bassin Méditerranéen, étude fao production et sante animales 48. m-26 isbn 92-5-202169-8.

F

- **Fao/Oms., 2000** : Codex Alimentarius : Lait et produit laitiers, 2e édition- Rome : FAO ; OMS- 136p.

- **Froc J., 2001** : Des jus de fruits ou de plantes pour faire du fromage. INRA mensuel n°110,41-42.

G

- **Goursaud J., 1985** : Composition et propriétés physico-chimiques. In : LUQUET F.M., Laites et produits laitiers. 1ère éd. Paris : Technique et documentation Lavoisier. Vol.1, 1-90.

- **Guignard, J.L., 1998** : Botanique. 11 ème Ed. Ed Masson ,278p.

- **Guittonneau, G. et Huon, A., 1983** : Connaître et reconnaître la flore et la végétation Méditerranéennes. Ed. Ouest France, 331p.

- **Guiraud J.P., 1998** : Microbiologie Alimentaire.Ed Dunod, Paris, 652p.

H

- **Hauf, M., 1982** : Les adventices d'Europe, leurs plantules, leurs semences. Ed BASF. 90p.
- **Herbert S. A., Riaublanc B., Bouchet D., Gallant J., and Dufour E., 1999**: Fluorescence spectroscopy investigation of acid or rennet-induced coagulation of milk. *J Dairy Sci* 82:2056 – 2062 .
- **Hsieh j.f. et pan p.h., 2012**. Proteomic profiling of the coagulation of milk proteins induced by chymosin ; *J. Agric. Food Chem.*; 60:2039-2045.

L

- **Lefebvre-cases e., gastaldi e., vidal v., marchesseau s., lagaude a., cuq j.l., tarodo de la fuente b., 1998** : Identification of interactions among casein gels using dissociating chemical agents. *J. Dairy Sci.*, 81, 932-938.
- **Lenoir j., remeuf f., schneid n., 1997** : L'aptitude du lait a la coagulation par la présure. In: *Le Fromage*, 3ème édition, *Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris*, pp: 229-256.
- **Lo Piero A.R., Puglisi I. Et Petrone G., 2002** : Characterization of lettuce, a serine like protease from *Lactuca sativa* leaves, as a novel enzyme for milk clotting. *J. Agric. Food Chem.* 50: 2439- 2443.
- **Lovisi p., jolivet p., jagic f., dalgleish d., chardot t., 2003** : A protein kinase is located in the micellar fraction of fresh pasteurized skimmed farm milk. *J. Dairy Sci.*, 86, 1147-1156.

M

- **Mahaut M., Jeantet R., Schuck P. Et Brule G., 2000** : Les produits industriels laitiers Ed Tec et Doc. – Lavoisier : pp. 26-40.
- **MANDY J., DORIS J., and HARALD R. (2011)**. Recent advances in milk clotting enzymes. Review, *International Journal of Dairy Technology* Vol 64, 1 : 14-33.
- **Mietton B., 1995** : La typologie des fromages, Symposium organisé par la fondation des Gouverneurs et le centre de recherche et de développement sur les aliments d'agriculture et Agroalimentaire Canada, octobre, 245p.

R

- **Ramet j.p., 1985** : La fromagerie et les variétés du bassin méditerranées. 187 p.

- **Ramet J. P., 1997a** : Propriétés physiques du coagulum In : Le fromage, de la science à l'assurance de qualité Eck A., et Gillis J.C. (coordonnateurs) pp. 324-333, 3ème édition, Lavoisier Tec. & Doc, 891 p.

- **Ramet, J.P, 1997b** : L'égouttage du coagulum in « Le fromage », Eck A., et Gillis J.C. (coordonnateurs) pp : 42-60, 3ème édition, Lavoisier Tec. & Doc. 891 p.

- **Raynaud,S., 2006** : Régulation métabolique et transcriptionnelle de l'autoacidification chez *Lactococcus lactis*. Doctorat spécialité Sciences Ecologiques, Vétérinaires, Agronomiques et Bioingénieries. Filière Microbiologie et Biocatalyse industrielle. Université Paul Sabatier.Toulouse, France.

S

- **Sindel, B.M., 1991** : A review of the ecology and control of thistles in Australia. Weed Research. Vol.31, pp 189-201.

- **Sousa m.j., malcata f.x., 2002** : Advances in the role of a plant coagulant (*Cynara cardunculus*) in vitro and during ripening of cheeses from several milk species. Le Lait, 82, 151–170.

V

- **Veisseyre R., 1979** : Technologie du fromage: 3ème édition. Maison Rustique, 714 p.

- **Vignola C.L., 2002** : Science et technologie du lait : Transformation du lait – Montréal : Presse internationale polytechnique 600p.

- **Vioque m., gómez r., sánchez e., mata c., tejada l., fernándezsalguero j., 2000** : Chemical and microbiological characteristics of ewes' milk cheese manufactured with extracts from flowers of *Cynara cardunculus* and *Cynara humilis* as coagulants. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 48, 451–456.

W

- **Walstra P, Geurts TJ, Noomen A, Jellema A, van Boekel MAJS 1999**: Dairy technology : Principles of milk properties and processes. New York : Marcel Dekker Inc .

- **Walstra p., jenness r., 1984**. Dairy Chemistry and Physics, Publication John Wiley & sons, New York, USA, 467p.

- **Webographie**

- (1) <https://www.altheaprovence.com/blog/chardon-marie-silybum-marianum/>

- (2) <https://www.chardon+de+marie&client>

Résumé

L'objectif du présent travail est l'extraction de la présure végétale à partir des pétales du chardon marie (*Silybum marianum*) récoltés de Ain Sefra, Naama, et l'étude de la possibilité de leur emploi comme succédané de présure. Et étudier aussi l'effet de l'extrait obtenu sur trois types de lait (lait de vache de la ferme, lait de vache pasteurisé et le lait reconstitué) et déterminer la dose qui peut coaguler le lait plus rapide (10, 15, 20 ou 25ml de l'extrait).

Les résultats obtenus montrent que le temps de coagulation du lait de vache de la ferme est plus rapide que le lait de vache pasteurisé, Alors que le lait reconstitué sa coagulation est plus lente puisqu'il contient un taux des protéines (2.05 %) et de caséine moins que les autres types de laits, qui se provoque l'augmentation du temps de coagulation. En plus, il contient beaucoup d'eau et pauvre en matière sèche. On a remarqué quand le temps de coagulation diminue, la force de la présure a augmente.

Et enfin, les résultats obtenus convergent vers la possibilité de substitution de la présure par l'extrait du **chardon marie** (*Silybum marianum*) dans la coagulation du lait. Aussi, il serait possible de l'employer dans d'autres domaines ou à des fins techno-industrielles.

Mots clés : Lait, pétale de chardon marie, agent coagulant, coagulation, succédané de présure, hakka.

Abstract

The objective of this work is the extraction of vegetable rennet from the petals of the milk thistle (*Silybum marianum*) harvested from Ain Sefra, Naama, and the study of the possibility of their use as a rennet substitute. And also study the effect of the extract obtained on three types of milk (cow's milk from the farm, pasteurized cow's milk and reconstituted milk) and determine the dose that can coagulate the milk faster (10, 15, 20 or 25ml of the extract).

The results obtained show that the coagulation time of cow's milk on the farm is faster than pasteurized cow's milk, whereas reconstituted milk coagulation is slower since it contains a protein level (2.05%) and less casein than other types of milks, which causes the increase in clotting time. In addition, it contains a lot of water and low in dry matter. It has been noticed when the coagulation time decreases, the strength of the rennet has increased.

Finally, the results obtained converge towards the possibility of substitution of rennet by the extract of the milk thistle (*Silybum marianum*) in the coagulation of the milk. It could also be used in other fields or for techno-industrial purposes.

Key words: milk, milk thistle petal, coagulant agent, coagulation, rennet substitute, hakka.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو استخلاص المنفحة النباتية من بتلات نبات الحكة (*Silybum marianum*) التي تم حصدها من عين صفراء ، نعامة ، ودراسة إمكانية استخدامها كبديل المنفحة. وكذلك دراسة تأثير المستخلص على ثلاثة أنواع من الحليب (حليب البقر من المزرعة ، حليب الأبقار المبستر والحليب المعاد تشكيله) وتحديد الجرعة التي يمكن أن تتخثر الحليب بشكل أسرع (10 ، 15 ، 20 ، أو 25 مل من المستخلص).

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن زمن تجلط حليب البقر من المزرعة أسرع من حليب البقر المبستر ، في حين أن تجلط اللبن المعاد تصنيعه يكون أبطأ لأنه يحتوي على مستوى أقل من البروتين (2.05 %) و أقل من الكازين من الأنواع الأخرى من اللبن ، مما يسبب زيادة في وقت التخثر. بالإضافة إلى ذلك، يحتوي على الكثير من الماء وانخفاض في المواد الجافة. لقد لوحظ أنه عندما يقل وقت التخثر، تزداد قوة المنفحة.

أخيراً، تتقارب النتائج التي تم الحصول عليها نحو إمكانية استبدال المنفحة بمستخلص نبات الحكة (*Silybum marianum*) في تخثر الحليب. ويمكن أيضاً استخدامه في مجالات أخرى أو لأغراض التقنية الصناعية. الكلمات المفتاحية: الحليب ، البتلة ، عامل التخثر ، تخثر الحليب ، بديل المنفحة ، الحكة.