

Fabrication du fromage frais à partir du lait reconstitué : Microstructure et Rhéologie des coagulums de type présure et acide.

Baldé Alsény^{1et2*}, Tolno Bono Michel¹, Touré Fanta¹, Bangoura Aboubacar Oumar¹, Diallo Amadou Woppa¹, Attia Hamadi²

¹ *Technologie Alimentaire, Génie Chimique, IP, UGANC, BP : 1147, Conakry Rép. de Guinée*

² *Unité d'Analyse Alimentaire, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, B.P. W, 3038 Sfax, Tunisie*

Résumé : L'aptitude à la coagulation d'un lait écrémé reconstitué a été testée via un suivi de paramètres physico-chimiques : pH, turbidité, acidité, conductivité, microscopie électronique à balayage (MEB) et rhéologie. L'étude rhéologique a permis de suivre les transformations macroscopiques au cours de l'acidification avant qu'elles apparaissent microscopiquement. L'étude microscopique a nécessité le développement d'une méthode de préparation adaptée aux échantillons de lait acidifié. Les résultats obtenus ont montré que ces transformations s'accompagnent d'importantes modifications au niveau de la composition et de l'hydratation des micelles de caséine. L'addition de CaCl_2 a permis d'améliorer la fermeté du coagulum mais les modifications relatives à la structure du phosphate de calcium micellaire, essentiel dans le mécanisme de gélification, sont beaucoup plus difficiles à corriger.

Mots clés : Lait reconstitué/séchage/coagulation/rhéologie/propriétés structurales/microscopie électronique

Manufacture of fresh cheese starting from reconstituted milk: Microstructure and Rheology of coagulums from type of rennet and acid

Summary: The aptitude for the coagulation of a reconstituted skimmed milk was tested via a follow-up of physicochemical parameters: pH, turbidity, acidity, conductivity, electron scan microscopy and rheology. The rheological study made it possible to follow the macroscopic transformations during the acidification before they appear microscopically. The microscopic study required the development of a method of preparation adapted to the acidified milk samples. The results obtained showed that these transformations are accompanied by significant modifications to the composition and the hydration of micelles of casein. The addition of CaCl_2 made it possible to improve firmness of the coagulum but the modifications of calcium phosphate micellar structure, which is the key mechanism of gel formation, are much more difficult to correct.

Key-words: Skimmed milk/drying/coagulation/ Structural properties/electron microscopic

* Auteur de correspondance : alsenybalde@yahoo.fr

1. Introduction

Le lait comme la plupart des matières premières d'origine biologique est très périssable : il s'altère rapidement par voie enzymatique et par voie microbienne. Sa forte dégradabilité naturelle, a contraint l'homme à inventer des moyens pour différer son altération. Ainsi plusieurs procédés de transformation du lait en produits dérivés (fromages, laits fermentés, laits en poudre) sont connus depuis des siècles. Ces procédés ancestraux sont encore de nos jours utilisés dans la préparation des produits laitiers fabriqués dans les usines ultramodernes.

Le fromage est sans doute l'une des formes de conservation du lait les plus anciennes. Il est obtenu par coagulation du lait suivie d'un égouttage. Il est essentiellement constitué par les caséines, sous forme d'un gel, plus ou moins hydraté, et selon le degré d'égouttage, d'une partie plus ou moins importante de la phase aqueuse, le lactosérum.

Dans cette étude nous nous proposons de suivre l'acidification et la coagulation d'un lait sec reconstitué pour visualiser son aptitude à élaborer un coagulum.

Une étude basée sur la comparaison de la cinétique de l'acidification du lait sec reconstitué et celle du lait frais écrémé via un ferment lactique ou la présure.

Cette comparaison est basée sur des approches différentes: une approche rhéologique, une approche biochimique et une approche microscopique^[1-3].

2. Matériel et méthodes

2.1 Laits utilisés

Deux types de lait ont été utilisés : Un lait de commerce sec écrémé (FRANCE LAIT), qualité bas chauffage, reconstitué à 10 % (poids / volume) dans de l'eau permutée et gardée au repos pendant 24 heures à 4 °C ; et un lait frais provenant de la traite d'une femelle d'un troupeau de race Holstein appartenant à un exploitant agricole de la région de Sfax (Tunisie), il est conservé transporté au froid et récupéré 6 heures environ après la traite, aussitôt arrivé au laboratoire, il a été écrémé dans une centrifugeuse dans des conditions suivantes : (8500 × g, 1h, 20°C).

2.2 Coagulation biologique

Elle est réalisée par ensemencement d'un ferment lactique mésophile lyophilisé à une dose de 71,5 mg/l (poids/volume). La température d'incubation est maintenue à 25°C, jusqu'à l'obtention du pH désiré.

2.3 Coagulation enzymatique

L'emprésurage est réalisé à une température de 25 °C avec une dose de 0,07 ml de solution de présure par litre de lait.

2.4 Analyses physico-chimiques

pH : Il est suivi à 20 °C à l'aide d'un pH-mètre de type METTLER TOLEDO, (MP 220).

Acidité titrable : Le titrage de l'acidité est réalisé par l'hydroxyde de sodium en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré^[4].

Matière grasse : La teneur en matière grasse est déterminée par la méthode acido-butyrométrique de Gerber. Elle est obtenue par la lecture directe, sur l'échelle du butyromètre après dissolution des protéines par l'acide sulfurique et la séparation de la matière grasse par centrifugation en présence d'une petite quantité d'alcool iso-amylque^[4].

Lactose : Elle est effectuée par un dosage chimique par la méthode de GABRIEL-BELTRAND^[4].

Azote: L'azote total (NT) et l'azote non protéique (NNP) du lait sont déterminés par la méthode de Kjeldahl ($N \times 6,39$)^[4], après minéralisation sur unité Büchi 425, distillation sur unité Büchi 320 (Büchi Laboratoire-Technik, Flawil, Switzerland) et titration avec de l'acide sulfurique. La différence (NT-NNP) donne le taux de protéines.

Minéraux : Le calcium (Ca), le magnésium (Mg), le potassium (K) et sodium (Na) sont dosés par spectrométrie d'absorption atomique sur un appareil Hitachi Z 6100 en présence de chlorure de lanthane pour le calcium et le magnésium, et du chlorure de césium pour le sodium et le potassium^[5].

Le phosphore est dosé par la méthode colorimétrique au phosphomolybdate d'ammonium^[5] avec un spectrophotomètre Shimadzu UV-160A (Shimadzu Co., Tokyo, Japon).

Rhéologie : Les propriétés rhéologiques sont étudiées sur un rhéomètre informatisé Stress Tech Reologia (Reologica Instruments AB, Lund, Suède), à une température de $20 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ et avec un système de mesure à cylindres coaxiaux (diamètres 25 et 27 mm). Le régime permanent a été conduit, suivant les cas : avec une vitesse de cisaillement constante et égale à 200 s^{-1} (le temps d'application est de 3 minutes) ou variable allant de 1 à 200 s^{-1} (gradient obtenu en 20 minutes).

Microscopie électronique à balayage : Les échantillons subissent les traitements indiqués par^[6] et sont observés sur un appareil Philips XL 30 (Philips, Limeil Brevannes, France) après fixation dans une vapeur de glutaraldéhyde, déshydratation dans un bain d'éthanol/eau à concentrations variables, le séchage au point critique du CO_2 sur un appareil Baltec CPD 030, la métallisation à l'or a été effectuée sur un appareil Baltec MED 20 (Balzers Union, Allemagne).

Texture : Cette analyse s'est faite à l'aide d'un texturomètre de type Texture Analyser Plus (LLOYD instruments Angleterre), la procédure utilisée est celle d'essais pour le gel qui consiste à mesurer les deux paramètres du gel: la force de rupture et le travail fourni à la rupture, en utilisant une sonde cylindrique de 2,5 cm de diamètre avec une première limite de 1mm, une seconde limite de 2 cm à une vitesse de 40 mm/min.

3. Résultats et discussion

3.1 Composition chimique des laits utilisés

La composition chimique moyenne du lait sec reconstitué utilisé et celle du lait frais sont données dans le tableau I.

Tableau I: Composition chimique moyenne des laits

Variables	Teneur moyenne g/kg	
	Lait écrémé reconstitué	Lait frais écrémé
Matière sèche*	98,5 ± 0,98	101,7 ± 11,18
Protéines totales	32,53 ± 4,11	27 ± 2,43
Azote non protéique	1,5 ± 0,15	1,43 ± 0,114
Lactose	45 ± 0,1	41 ± 0,1
Matière grasse	-	0,48 ± 0,03
Cendres	8,2 ± 0,04	9,1 ± 0,08
Ca	1,14 ± 0,02	1,2 ± 0,02
Mg	1,0 ± 0,02	1,12 ± 0,02
P	1,07 ± 0,12	0,8 ± 0,04

* en %, - trace

Comparé à la composition moyenne d'un lait écrémé frais, le lait reconstitué a une teneur en protéine plus élevée. Ce résultat s'explique par la qualité nutritionnelle moyenne du lait frais ; elle-même liée à une valeur nutritionnelle moyenne de l'alimentation du bétail. La teneur en

matières grasses est réduite à des traces pour le lait sec en raison de l'écémage poussé pratiqué avant l'opération de séchage. Pour les autres composantes, elles sont présentées à des teneurs comparables à celles d'un lait frais.

3.2 Caractéristiques physique des laits utilisés

Quelques caractéristiques physico-chimiques des laits utilisés sont données dans le tableau II

Tableau II: Caractéristiques physique des laits utilisés

Variables	Teneur moyenne	
	Lait écrémé reconstitué	Lait frais écrémé
pH	6,57±0,03	6,7±0,03
Acidité titrable (° Dornic)	20±0,7	17±0,2
Densité	1,033 ±0,0028	1,02±0,011
Viscosité	2,3 ±0,017	2,3±0,015

3.3 - Suivi de l'acidification biologique

3.3.1- Evolution du pH et de l'acidité titrable

L'évolution du pH et de l'acidité en fonction du temps pour les deux types du lait, est donnée sur la figure 1. L'acidification biologique entraîne une diminution du pH et une augmentation de l'acidité titrable. Les micelles perdent progressivement leur charge négative d'une manière concomitante à la production de l'acide lactique cela s'explique par l'apparition des protons H⁺ dans la phase aqueuse.

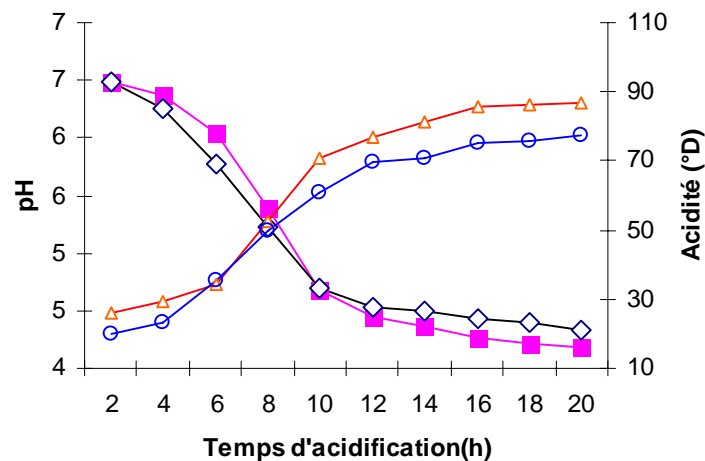


Figure 1: Evolution du pH et de l'acidité titrable du lait écrémé reconstitué et du lait frais en fonction du temps.

(■): pH du lait écrémé reconstitué, (□): pH du lait frais, (Δ): acidité du lait reconstitué, (○): acidité du lait frais

Pour les deux types de lait, on observe un même profil. L'accroissement de l'acidité du lait, notamment en dessous de pH=6,0, modifie considérablement les propriétés physicochimiques des micelles. Elle provoque une augmentation de l'activité des ions Ca^{2+} , une réduction de la concentration en phosphate de calcium colloïdal (CCP) et une réduction du temps de floculation [7].

L'acidification se traduit par une diminution de l'hydratation des micelles avec une réduction de leur taille et de leur charge. Il s'en suit au début une désagrégation des micelles en submicelles qui finissent par se dégrader complètement par la suite de la solubilisation totale des minéraux. Aux environs de pH 4,6, les caséines précipitent sous forme de flocons. Les comportements comparables des deux types de lait vis-à-vis de l'acidification confirment que les protéines majeures du lait ne sont pas très affectées par l'opération de séchage.

Cependant, on remarque un caractère acide plus prononcé pour le lait sec reconstitué. Il aurait comme origine le taux plus élevé en protéines et une qualité hygiénique meilleure qui garde la stabilité des micelles de caséines.

3.3.2 -Evolution de la conductivité

La conductivité étant la propriété que possède un échantillon de transmettre l'électricité, dans notre cas, c'est principalement les minéraux qui sont concernés; la figure 2 montre au départ, une augmentation de la conductivité au cours de l'acidification ce qui reflète un degré de dispersion de plus en plus élevé des entités présentes dans la phase aqueuse

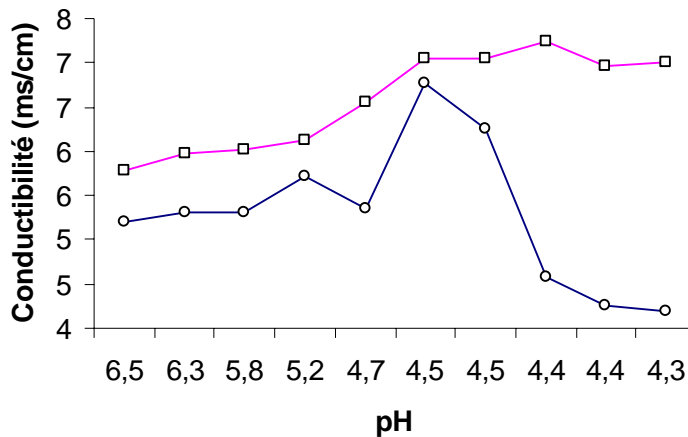


Figure 2: Evolution de la conductivité au cours de l'acidification biologique

(□): Conductivité du lait frais, (○): Conductivité du lait reconstitué

L'évolution de ces paramètres : turbidité et conductivité semble visualiser des nombreux événements biochimiques, physicochimiques et structuraux. Ainsi, au départ de l'acidification (pH<6,3), la structure micellaire serait peu touchée puisque les échanges entre la micelle et la phase soluble sont minimales. Ensuite, pour des pH inférieurs, la régression de la charge micellaire entraînerait un affaiblissement de la force répulsive de nature électrostatique entre les micelles et une réduction de l'eau d'hydratation de cette phase colloïdale. En deçà de pH=5, une véritable transition structurale semble modifier la physicochimie du lait en le faisant évoluer d'une structure de liquide à une structure de coagulum.

Vu la transition sol/gel, on assiste une même tendance que celle observée par la turbidité. Ainsi, la conductivité chute pour le lait reconstitué et continue son accroissement pour le lait

frais. Les mêmes justificatifs peuvent être donnés à cette différence de comportement : il y a, dans le lait frais, des entités mobiles autres que les minéraux du lait, qui seraient à l'origine de cet accroissement continu de la conductivité.

3.3.3-Evolution de la microstructure

La microstructure a été suivie durant l'acidification biologique. Les micelles initiales subissent des modifications progressives au fur et à mesure que le pH diminue (figure 3).

En effet, au pH initial (figure 3 a), un aspect natif, sphérique, individualisé et de tailles variables des micelles a été observés. Au pH=5,5 (figure 3 b), les micelles sont liées entre elles sans direction privilégiée sous forme d'amas. Les amas de tailles différentes sont eux même liés pour former un réseau. A la fin de la coagulation pH 4,2 (figure 3 c), c'est un réseau plus compact qui est observé notamment avec une différenciation entre des grandes porosités extra micellaires et les petites porosités.

Le lait frais écrémé, montre au pH 5,5 (figure 3 b'), des structures plus compactes avec une réduction des grandes porosités extra micellaires (GPE). Le manque de compacité du coagulum du lait reconstitué serait dû au manque de possibilité de liaisons caséines-caséines. En effet, l'opération de reconstitution ne permet pas un rétablissement complet de l'équilibre entre les différents constituants du lait.

Ces observations peuvent être rapprochées de divers travaux concernant les propriétés physicochimiques des laits acidifiés. Ainsi, Torado et Alais ^[8] ont montré une diminution de l'hydratation des caséines jusqu'à pH 5,8 qu'ils expliquent par la réduction de leur charge. Le maximum d'hydratation à pH 5,5 a été confirmé par Soeren et al. ^[9]. Attia et al. ^[10] ont observé une augmentation du diamètre micellaire à partir du pH 5,4 qu'ils justifient par le début de la précipitation acide. Torado et Alais ^[8], ont étudié la voluminosité des caséines sédimentées par centrifugation et trouvent un maximum à pH 5,5. Le pH 5,5 semble donc être celui de la transition entre structure liquide et structure gel.

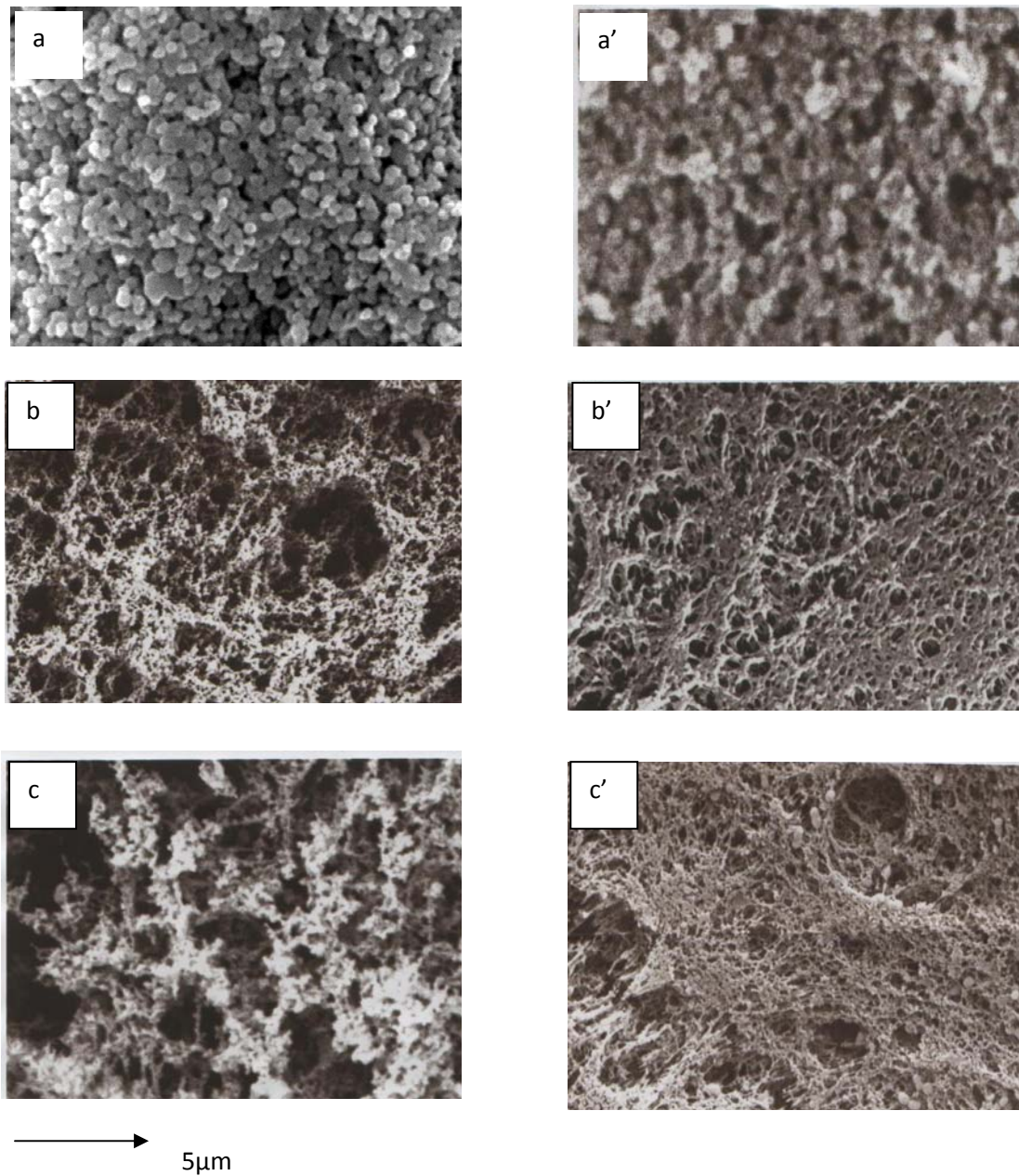


Figure 3 : Observation en microscopie électronique à balayage des micelles de caséines

(a) pH 6,57. (b) pH 5,5. (c) pH 4,2. lait écrémé reconstitué

(a') pH 6,6. (b') pH 5,5. (c') pH 4,2. lait frais écrémé

3.3.4 -Macrostructure des coagulums élaborés

La figure 4 montre l'évolution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement des deux figure 4 montre l'évolution types de coagulum élaboré (pH 4,2)

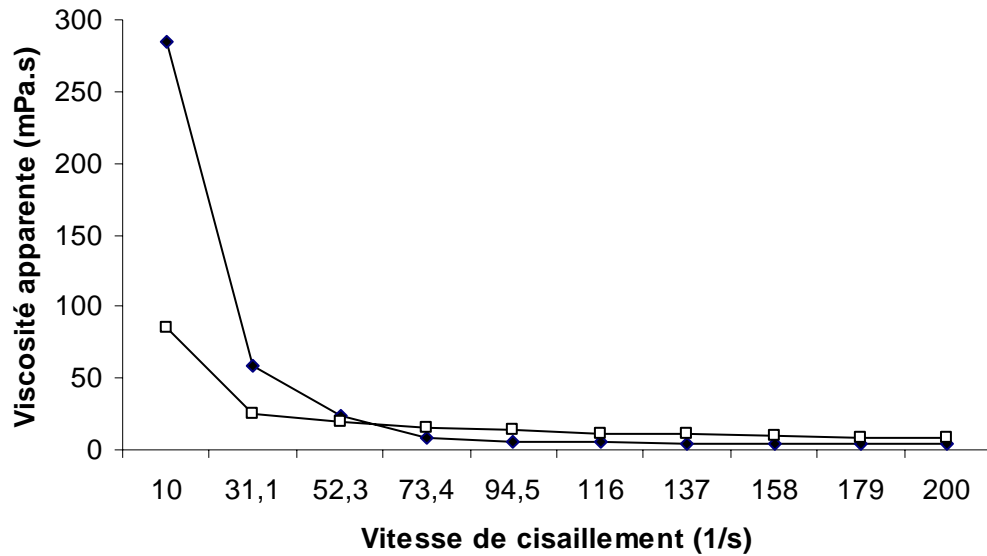


Figure 4 : Evolution de la viscosité apparente des coagulums élaborés en fonction de la vitesse de cisaillement.

(■) : Coagulum du lait reconstitué (◻) : Coagulum du lait frais

Une fois l'écoulement provoqué, les liaisons assurant la cohésion sont rapidement rompues et les particules caséiniques s'orientent totalement et instantanément dans le même sens que l'écoulement. Il s'en suit une diminution remarquable de la viscosité de deux coagulums.

Le coagulum du lait reconstitué a un comportement non newtonien plus marqué que celui du lait frais. Ce résultat confirme l'aptitude plus faible du lait reconstitué pour la coagulation biologique et ultérieurement pour l'égouttage. Les liaisons impliquées dans ce coagulum sont plus faibles et / ou nombreuses que celles impliquées dans le coagulum du lait frais. Il est donc nécessaire d'améliorer cette aptitude.

3.4 - Suivi de la coagulation enzymatique du lait écrémé reconstitué

3.4.1 - Evolution de la turbidité

La figure 5 reproduit la cinétique de la coagulation enzymatique, celle-ci présente 2 phases:

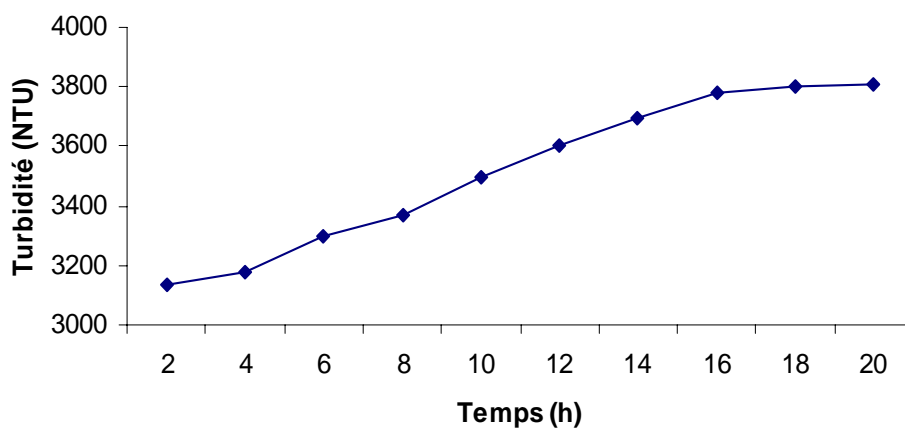


Figure 4 : Evolution en fonction du temps de la turbidité du lait écrémé reconstitué empréuré

- Une partie initiale ascendante, caractérisée par l'augmentation brutale du signal turbidimétrique.
- Une deuxième phase pendant la quelle le signal turbidimétrique se stabilise jusqu'à atteindre un certain palier.

Cependant, d'après Banon^[11] le profil turbidimétrique caractéristique de la coagulation enzymatique d'un lait frais est donné par la figure suivante (figure 5)

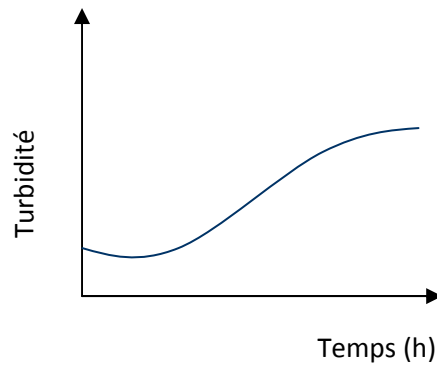


Figure 5 : Profil turbidimétrique caractéristique de la coagulation enzymatique (Banon, 1991)

Globalement, ce profil turbidimétrique présente trois phases et une allure sigmoïde :

- Une phase initiale de latence où le signal turbidimétrique reste constant, cette phase correspond dans le mécanisme de la coagulation enzymatique au stade de l'hydrolyse enzymatique de la caséine k par la présure. L'état des connaissances actuelles permet de préciser que ce phénomène est dû à la diminution de la taille des micelles de caséines à la suite du clivage, par la présure, de la caséine k.
 - Une seconde phase caractérisée par une ascension brutale de la turbidité du lait, cette phase correspond au stade d'agglomération des particules pendant laquelle les caractéristiques rhéologiques du lait changent. Il s'agit du passage de l'état liquide à l'état gel. Le réseau devient alors plus dense et plus compact, ce qui explique l'augmentation de la turbidité du lait.
 - Une troisième phase pendant laquelle le signal turbidimétrique se stabilise et tend vers un palier, cette phase correspond à l'étape de restructuration du gel où le coagulum tend à prendre sa structure définitive.

L'absence de la première phase dans le cas du lait reconstitué (figure 4) est due par la possibilité de liaisons intermicellaires dès l'addition de la présure. Le séchage permettrait un accès plus facile de la présure vers les sites d'hydrolyse.

3.4.2-Evolution de la conductivité du lait écrémé reconstitué

La figure 6 montre que la conductivité croît en fonction du temps de coagulation, quand les micelles subissent l'hydrolyse de la k-caséine. Ensuite les liaisons entre les paracaséines, engendrent une diminution de la conductivité ce qui correspond à la phase secondaire

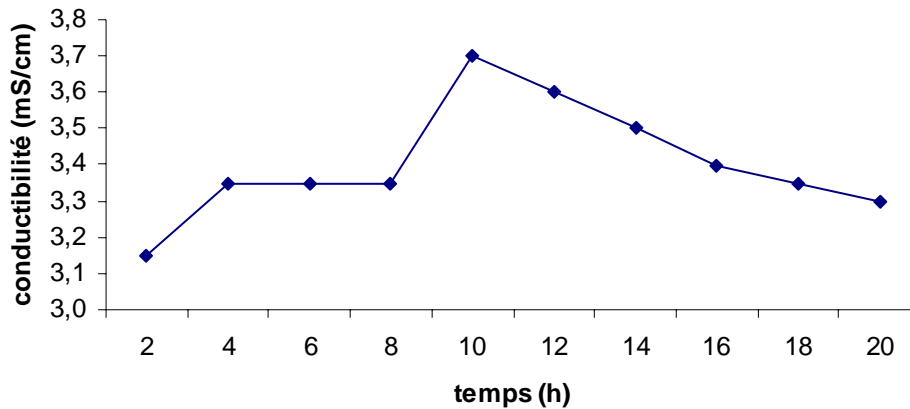


Figure 6 : Evolution en fonction du temps de la conductivité du lait écrémé reconstitué emprésuré.

3.4.3-Evolution de la viscosité apparente

Au cours de ce travail nous avons adopté une méthode originale qui consiste à emprésurer le lait dans le système de mesure lui-même pour visualiser directement sur l'écran du rhéomètre, l'évolution des propriétés rhéologiques.

La viscosité est stable au départ puis s'accroît rapidement, (figure 7). L'approche utilisée a permis donc, de visualiser les deux phases qui aboutissent à la coagulation par la présure: La phase enzymatique et la phase d'agrégation.

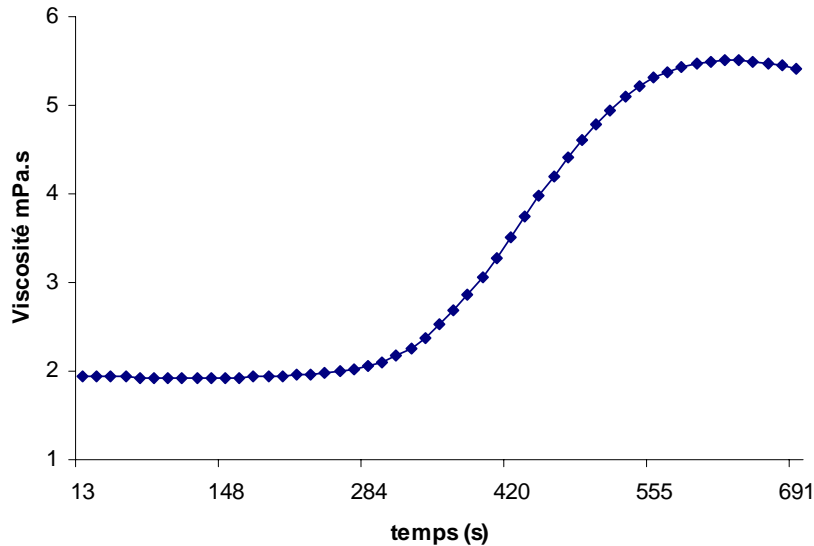


Figure 7 : Evolution en fonction du temps de la viscosité du lait écrémé reconstitué

Pour le lait frais, Attia H. et al ^[12], on trouvé qu'il conserve un léger fléchissement de la viscosité entre les 2 phases ^[12]. Ils l'ont attribué à une réorganisation des micelles pour mettre face à face les sites réactionnels.

L'absence de ce fléchissement pour le lait reconstitué confirme les résultats de la turbidité (figure 4). Il semble donc que l'étape agrégation démarre rapidement suite à un accès plus facile à la k-caséine. Cet accès plus facile résulterait d'un effet de chauffage.

La première phase, consiste à la libération de sites réactionnels pour l'établissement de liaisons qui seront contractées au cours de la seconde phase purement physicochimique. L'augmentation importante de la viscosité au cours de la phase d'agrégation s'explique par l'édification progressive d'agrégats micellaires grâce à des liaisons de différentes natures^[13], et notamment de type hydrophobe^[14]. L'aboutissement de ces interactions et l'édification d'une structure de gel se traduisent par la viscosité maximale observée.

Grâce à cette méthode rhéologique on peut donc évaluer le temps de coagulation, comme étant celui qui correspond à la durée qui sépare l'addition de l'enzyme coagulante et le moment où la viscosité apparente atteint son maximum.

3.5 -Essai de l'amélioration de l'aptitude à la coagulation : addition du chlorure de calcium.

Cette amélioration a été visualisée à travers la caractérisation de la texture des coagulums obtenus sans addition et avec addition du chlorure de calcium.

3.5.1-Cas du coagulum biologique

Les résultats de l'analyse de la texture sont reproduits dans le tableau III

Tableau III: Effet de l'addition de CaCl_2 sur des coagulums biologique

Nature du lait	Force de rupture (kgf)	Travail (j)
Lait frais	0,0115994 ± 0,0005225095	0,01566±0,0017
Lait reconstitué	0,01051± 0,00051618	0,01614±0,0012
Lait reconstitué additionné de CaCl_2	0,011279 ± 0,000154856	0,00093±0,0001

Ce tableau montre que l'addition de CaCl_2 améliore la fermeté du coagulum biologique du lait reconstitué à raison de 70,81 %, mais les modifications relatives à la structure du phosphate de calcium micellaire, essentiel dans le mécanisme de gélification, sont beaucoup plus difficiles à corriger.

3.5.2-Cas du coagulum enzymatique

Tableau IV: Effet de l'addition de CaCl_2 sur les coagulums enzymatiques

Nature du lait	Force de rupture (kgf)	Travail (j)
Lait frais	0,01796 ± 0,003552504	0,02566±0,00231
Lait reconstitué	0,01377± 0,001484924	0,01883±0,0015
Lait reconstitué additionné de CaCl_2	0,015665± 0,002443054	0,00639±0,0007

Le tableau IV montre une amélioration non négligeable de la fermeté du coagulum présure du lait reconstitué de 45,22%. Le CaCl_2 , a sans doute, participé à la phase secondaire de l'emprésurage qui est celle de la formation du coagulum.

Il a en outre, permis un accroissement des possibilités de liens minéraux entre les micelles. En effet, le CaCl_2 peut contracter des liaisons électrostatiques et salines entre les caséines partiellement déminéralisées. Ces liaisons étant d'une grande importance pour l'étape ultérieure de la transformation qui est l'égouttage.

4- Conclusion et perspectives

Les travaux que nous venons de relater dans ce mémoire ont été entrepris dans le but d'accéder à une meilleure connaissance de l'aptitude de lait sec écrémé à subir l'étape de coagulation. Pour y parvenir, divers points de vue ont été considérés : Composition physicochimique, microstructure et aptitude technologique.

Les outils d'investigation utilisés ont permis la mise en évidence de certains points communs et d'autres spécificités entre les deux types de laits :

- ✓ La valeur nutritionnelle et les propriétés physicochimiques restent toujours reflet de l'origine du lait et des traitements technologiques qu'il a subit.
- ✓ L'aptitude à la reconstitution d'un lait sec est le reflet de la conduite de l'opération de séchage.
- ✓ La reconstitution ne rétablit pas parfaitement l'équilibre naturel du lait frais comme en témoigne l'évolution de cette acidification marqué par :
 - Un pouvoir tampon moins élevé
 - Un profil différent entre la conductivité et la turbidité
 - Un comportement non Newtonien plus marqué
 - Une fermeté plus faible
 - Une microstructure plus ouverte

En perspectives, nous pensons continuer ces travaux dans les axes suivants :

- ✓ S'investir sur la coagulation mixte pour voir la différence entre l'effet de l'ajout concomitant et celui de l'ajout séparé et faire si possible une observation microscopique à balayage.
- ✓ La nécessité de raisonner sur la fraction de calcium soluble et non sur la quantité de calcium ajoutée pour comprendre et expliquer l'effet de CaCl_2

Bibliographie

- [1] Lagoueyte N., Microstructure et Rhéologie des coagulums de type présure: Action de la température et de l'addition de phosphate de calcium, thèse, Université de Montpellier II(1994) ;
- [2] Attia H., Bennasar M., Tarodo de la Fuente B., Study of the fouling in inorganic membranes by acidified milk using scanning electron microscopy and using phoresis. I. Membrane with pore diameter 0,2 μm . J.Dairy Res.(1991) 5, 39-50 ;
- [3] Gastaldi-B. E. Tarado De La Fuente B., Micellar transition state in casein between pH 5.5 and 5.0. J.Food Sci. (1996) 61, 59-68 ;
- [4] AFNOR, Contrôle de la qualité des produits alimentaires. Lait et produits laitiers, Afnor (1993) (ed.), Paris ;
- [5] Brulé G., les minéraux du lait, Rev. Lait. Fr. 400 (1981) 61-65 ;
- [6] Attia H., Bennasar M., Lagaude A., Hugudot B., Rouvière J., and Tarodo De La Fuente B., Ultrafiltration with a microfiltration membrane of acid skimmed and fat-enriched milk coagula : hydrodynamic, microscopic and rheological approaches. J.Dairy Res. (1993), 60 161-174;
- [7] Mc Mahon D.J., Brown R.J., Composition, Structure and integrity of casein micelles: a review. J. Dairy Sci. (1984) 67, 499-512;
- [8] Torado de la Fuente et Alais C., Solvation of casein in bovine milk. J. Sci. (1975) 58, 293-300;

- [9] Snoeren T.H.M., Klock H. J., van Hooydonk A.C.M., Dammam A.J., The voluminosity of casein micelles, *Milchwissenschaft* (1984) 39, 461-463;
- [10] Attia H., Kherouatou N., Ayadi J., Acidification chimique directe du lait : Corrections entre la mobilité du matériel micellaire et les micro et macrostructures des laits acidifiés. *Sciences des aliments* (2000) 20, 289-309 ;
- [11] Banon S., Composition du lait et potentialités technologiques. *Industries Alimentaires et Agricoles* (2000), 12, 27-31 ;
- [12] Attia H., Kherouatou N., Khorchani T. Mise en évidence des propriétés rhéologiques et structurales de la fraction colloïdale du lait de dromadaire, *Microb. Hyg. Ali.* (2000)- Vol 12. N°34 ;
- [13] Brulé G., Lenoir J., Remeuf F., Casein micelle and coagulation of milk. In : Eck A. and Gillis J.C., (Ed). *le fromage*, Paris : Lavoisier (1997), P.7-41 ;
- [14] Gliguem H., Bornaz S., Ghorbel D., Attia H., Influence de la composition physico-chimique de la matière première fromagère sur les propriétés rhéologiques et microstructurales d'un fromage fondu tunisien. *Sciences des Aliments* (2005), 25, 37-52 ;
- [15] Attia H., Influence de mode d'acidification sur la microfiltration de coagulums lactiques. *Biologie Tunisie*. (2001) vol.1 N°1; 55-62.