

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane MIRA – BEJAIA
Faculté De Technologie
Département de Génie des procédés

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de Master en génie des procédés
Option : Génie alimentaire

Thème

***Développement d'une nouvelle formulation
de ketchup par les plans d'expériences***

Réalisé par :

M^{elle} ALILAT Thafath

M^{elle} ZIANE Nassima

Encadrés par:

Dr S.FATMI (Promoteur)

Soutenu le 30 juin 2018.....devant le jury :

Mr A-M. AZZOUG (Président)

Mme N.CHIBANI (Examineur)

Mr H.TIGHZERT (Examineur)

Mme Y.AMRANI (Invitée)

Année Universitaire 2017/2018

Remerciement

Nous remercions dieu le tout puissant pour nous avoir donné le courage, la patience et la volonté pour réaliser ce travail

Nous tenons à remercier notre encadreur Mr : S. FATMI pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail et pour ses orientations, ses conseils et ses riches connaissances

Nous remercions Mme Y.AMRANI la technicienne du laboratoire pharmaceutique de l'université A.MIRA pour son soutien et ses conseils durant la réalisation du travail

Nous adressons également nos remerciements à Mme H.FATMI pour nous avoir recueilli dans son laboratoire « contrôle de qualité alimentaire » et pour nous avoir donné l'occasion d'enrichir nos connaissances

Nous remercions aussi M^{elle} AZZI Dihya et M^{elle} AMRANI Salima pour leur aide à effectuer les analyses nécessaires et pour leur soutien.

On remercie Mr H.TIGHZERT pour son aide à faire les analyses et pour ses orientations et ses conseils.

On remercie Mr SAHNOUN Gérant de la société KALLILAIT pour ses services qu'il nous rendu.

On tient à remercier Mr H.CHERIGUI pour ses conseils, et pour son soutien moral et psychologique

Nous n'oublierons pas les membres de jury que nous remercions d'avoir accepté de juger ce travail

Nous remercions tous les membres de nos familles pour leur soutien et leurs encouragements.

Enfin, nous remercions tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail



DEDICACES

Je dédie ce travail à

Mes parents :

Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; Merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de vous.

Mes frères et sœurs et ma belle sœur Hinane qui n'ont cessé d'être pour moi des exemples de persévérance, de courage et de générosité.

*A mon cher petit frère Louness Pour toute l'ambiance dont tu m'as entouré, pour toute la spontanéité et ton élan chaleureux, Je te dédie ce travail.
Puisse Dieu le tout puissant exhausser tous tes vœux*

*A Mon cher grand père et Ma chère grand- mère
Que ce modeste travail, soit l'expression des vœux que vous n'avez cessé de formuler dans vos prières. Que Dieu vous préserve santé et longue vie*

*A Mon cher oncle Mustapha et Bila
A ma grande famille : je cite en particulier mes tantes, mes oncles ainsi que mes cousins et cousine.*

*Mes chers amis(es), à qui je souhaite le succès et le bonheur,
Pour l'amitié qui nous a toujours unis et les bons moments que nous avons passés ensemble en particulier ma chère amie fifi et sa famille*

NASSSIMA



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

*Ma mère qui m'a appris que si l'eau est la vie alors que sans études
peut être on ne trouvera pas cet eau*

Mon père qui m'a enseigné le courage et la patience

*Et je les remercie pour tous leurs sacrifices qu'ils ont fait pour nous
depuis la naissance*

Mes chères frères Sirem et Walid

*Ma chère sœur Slilouane et je lui dis désolé pour t'avoir laissé seule
faire tout pendant les week-ends*

*Mon fiancé Fares qui m'a soutenue et supporté pendant toute cette
période et aussi à toute sa famille*

*Ma copine Nassima qui m'a accompagné sur ce chemin ainsi que toute
sa famille et je lui dis merci d'être patiente avec moi et désolé pour
mes paroles qui t'ont fait mal mais je ne voulais que ton bien.*

*Tout mes amis Didouh, Syla, KENZA, Fatima, Katia, Lynda, Lydia,
Sara, , Sofiane, Karim et Djoumad ainsi toute la promo Génie
Alimentaire 2018*

*Mon promoteur Mr.FATMI qui nous supporté et qui nous a aidé à
compléter ce travail*

Thafath

Chapitre I : la tomate

Chapitre II :

ketchup

Chapitre III :

plans d'expériences

Chapitre IV :

Matériels et méthodes

Introduction générale

Chapitre V :

Résultats et discussion

Table de matières

Bibliographie

Annexes

Conclusion générale

Table de matières

Table de matière

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale.....1

Chapitre I : la tomate

I.1 Introduction..... 3

I.2 Historique..... 3

I.3 Exigences pédoclimatiques 4

 I.3.1 Température et lumière 4

 I.3.2 Eau et humidité..... 4

 I.3.3 Sol 5

I.4 Composition biochimique du fruit 5

 I.4.1 Constituants majeurs 5

 I.4.2 Constituants mineurs 5

I.5 La conservation des tomates 5

 I.5.1. A l'air libre 5

 I.5.2. Par séchage et l'huile..... 6

 I.5. 3 Par déshydratant 6

 I.5.4 Par ajout de sucre 6

 I.5.5 La stérilisation 6

 I.5.6 La congélation (le froid)..... 6

I.6 Les variétés de tomates 7

I.7 La transformation des tomates 8

I.8 Quelques produits de la transformation des tomates 10

Chapitre II : ketchup

II.1. Introduction 11

II.2. Historique du ketchup..... 11

II.3. Le rapport ketchup/ santé 12

II.4. Processus de fabrication d'un ketchup industriel 13

II.5. Propriétés physico-chimiques et sensorielles du ketchup [16] 15

II.6. Contrôle qualité du ketchup 16

Table de matière

II.6.1 Contrôle physico-chimique.....	16
II.6.2 Contrôle Microbiologique.....	16
II.6.3. Analyses sensorielles :.....	17

Chapitre III : les plans d'expériences

III.1. Historique.....	19
III.2. Terminologie.....	19
III.3. Etapes d'une étude expérimentale.....	20
III.4. Plans d'expériences.....	20
III.4.1. Plans D-Optimal.....	21
III.4.2. Logiciel MODDE.....	22
III.4.3. Objectif de la modélisation et des plans d'expériences.....	22

Chapitre IV : Matériels et méthodes

IV.1 Introduction.....	23
IV.2 Détermination de la formulation optimale de ketchup.....	23
IV.2.1 Pré formulation.....	23
IV.2.2 Choix des facteurs et réponses	23
IV.2.3 Choix du plan d'expérience	24
IV.2.4 Plan d'expérience retenu	24
IV.2.5 Réalisation des essais de la matrice d'expérience :.....	25
IV.2.5.1 Préparation des essais	25
i. Matières premières et matériels	25
ii. Méthode	27
IV.2.5.2 Analyses physico-chimiques	27
A. Acidité totale.....	28
B. Détermination du pH.....	29
C. Détermination du Brix (°Brix).....	29
D. Le dosage du sel (NaCl).....	30
E. Détermination de la teneur en humidité.....	31
F. Le taux de sucre	31

Table de matière

G. Détermination du taux de matière grasse.....	34
H. Mesure de la densité.....	35
I. Mesure de la viscosité apparente	36
IV.2.5.3 Analyses sensorielles	37
A. Paramètres sensorielles :.....	37
B. Déroulement de l'analyse	38
IV.2.5.4 Analyses microbiologiques.....	40

Chapitre V : Résultats et discussions

V.1. Introduction	41
V.2. Pré-formulation	41
V.2.1 Analyses physicochimiques des produits Ketchups	41
V.3. Formulation par les plans d'expériences	42
V.3.1. Réalisation des essais de la matrice d'expériences.....	42
V.4. Analyse globale des résultats	43
V.4.1. Analyses statistiques.....	43
V.4.2. Model mathématique proposé.....	44
V.4.3. Exploitation des résultats.....	44
V.4.4. Analyse des effets propres des facteurs sur les réponses.....	45
V.5. Détermination et validation de l'optimum.....	47
V.5.1 Détermination de l'optimum.....	47
V.5.2 Validation de l'optimum.....	48
V.6. Comparaison des résultats de la formulation optimale aux résultats du ketchup de pré formulation.....	48
a) Analyses physicochimiques.....	48
b) Analyses sensorielles.....	49
c) Analyse microbiologique.....	50
Conclusion générale.....	51
Références bibliographiques.....	
Annexes.....	

Liste des tableaux

Tableau IV.2.: Analyses microbiologiques effectuées.....	24
Tableau IV.1: La matrice d'étude.....	40
Tableau V.1. Résultats des analyses physicochimiques des trois ketchups commerciaux.....	41
Tableau V.2. La matrice d'étude complétée.....	42
Tableau V.3. Valeurs numériques des caractéristiques numériques.....	43
Tableau V.4. Valeurs cibles de la viscosité et des caractères organoleptiques.....	47
Tableau V.5. Détermination de l'optimum.....	48
Tableau V.6. Analyses physico-chimiques de la formulation optimale.....	48
Tableau V.7 : tableau résumant les résultats d'analyses microbiologiques.....	51

Liste des figures

Figure I.1. La diversité des formes, tailles et couleurs des fruits de tomate.....	07
Figure I.2. La tomate Marmande.....	08
Figure I.3. La tomate saint-pierre.....	08
Figure I.4. Diagramme de transformation des tomates.....	09
Figure II.1 Sauce ketchup.....	11
Figure II.2. Diagramme de fabrication d'un ketchup industriel.....	14
Figure IV.1 : Une photographie lors de la mesure du pH.....	29
Figure IV.2 Une photographie du réfractomètre pour analyse du brix.....	30
Figure IV.3 Une photographie du ketchup avant et après évaporation de l'humidité.....	31
Figure IV.4 : Une photographie d'un erlinmeyer incliné pour déposition du précipité.....	32
Figure IV.5: Une photographie lors de la filtration du précipité après chaque lavage à l'eau bouilli.....	33
Figure IV.6 Une photographie d'un butyromètre rempli de la solution.....	34
Figure IV.7 : Une photographie lors de la mise du butyromètre dans la centrifugeuse.....	35
Figure IV.9 Une photographie du viscosimètre de couette.....	36
Figure IV.8: Une photographie du pycnomètre remplie d'échantillon.....	37
Figure V.1 Facteurs statistiques obtenus.....	43
Figure V.3. Histogramme représentant l'influence des facteurs sur les caractères organoleptiques.....	45
Figure V.2. Histogramme représentant l'influence des facteurs sur la viscosité.....	45

Liste des figures

Figure I.1. La diversité des formes, tailles et couleurs des fruits de tomate.....	07
Figure I.2. La tomate Marmande.....	08
Figure I.3. La tomate saint-pierre.....	08
Figure I.4. Diagramme de transformation des tomates.....	09
Figure II.1 Sauce ketchup.....	11
Figure II.2. Diagramme de fabrication d'un ketchup industriel.....	14
Figure IV.1 : Une photographie lors de la mesure du pH.....	29
Figure IV.2 Une photographie du réfractomètre pour analyse du brix.....	30
Figure IV.3 Une photographie du ketchup avant et après évaporation de l'humidité.....	31
Figure IV.4 : Une photographie d'un erlinmeyer incliné pour déposition du précipité.....	32
Figure IV.5: Une photographie lors de la filtration du précipité après chaque lavage à l'eau bouilli.....	33
Figure IV.6 Une photographie d'un butyromètre rempli de la solution.....	34
Figure IV.7 : Une photographie lors de la mise du butyromètre dans la centrifugeuse.....	35
Figure IV.9 Une photographie du viscosimètre de couette.....	36
Figure IV.8: Une photographie du pycnomètre remplie d'échantillon.....	37
Figure V.1 Facteurs statistiques obtenus.....	43
Figure V.3. Histogramme représentant l'influence des facteurs sur les caractères organoleptiques.....	45
Figure V.2. Histogramme représentant l'influence des facteurs sur la viscosité.....	45

Introduction générale

L'industrie agroalimentaire est l'un des secteurs qui évolue de jour en jour, c'est un utilisateur important des produits agricoles. Son principal défi aujourd'hui est de faire face à l'accroissement de la population mondiale tout en garantissant un développement durable et en offrant des produits sains. Tous les pays déploient des efforts considérables afin de développer ce secteur et faire de lui une base d'exportation et créateur d'emplois.[1]

En Algérie, le secteur de l'industrie agroalimentaire constitue un maillon important du tissu industriel national du fait du rôle important qu'il joue dans l'économie du pays, particulièrement en ce temps de crise où la politique nationale s'oriente de plus en plus vers le développement et l'accroissement de ce secteur clé.

Au niveau de la wilaya de Bejaia existe un tissu industriel en particulier dans le secteur agroalimentaire assez dense mais peu diversifié. L'activité de ce secteur s'est fortement développée durant la dernière décennie (2000-2010) suite à l'ouverture du pays à l'économie de marché et la mise en place d'une nouvelle politique d'investissement. Celle-ci a permis à un certain nombre d'unités industrielles de transformation de voir le jour au niveau des zones d'activités industrielles de la wilaya, exemple de TAHARACHT (AKBOU) qui englobe le plus grand pôle national dans l'industrie agroalimentaire.

Dans l'optique d'apporter notre pierre à l'édifice, notre travail a comme objectif de développer une préparation alimentaire très demandée, au niveau nationale ; Le ketchup.

Ce dernier étant un condiment à basse calories, de consommation courante fabriqué principalement à base de tomates fraîches ou de concentrés tels que la purée de tomate et sauces tomate [2].

Afin d'atteindre l'objectif tracé, nous avons commencé par une pré-formulation en déterminant scientifiquement une base de travail à partir de l'analyse sensorielle, et physicochimique de trois ketchups industriels commercialisés. Par suite, nous avons réalisé une préparation optimale de Ketchup à l'aide de la méthodologie des plans d'expérience.

Ainsi, la démarche poursuivie lors de ce travail se base sur une confrontation permanente entre théorie et terrain. La théorie qui est divisée en trois chapitres est basée sur une recherche bibliographique diversifiée sur le ketchup et son constituant de base qui est la tomate et quelques généralités sur les plans d'expérience.

Introduction générale

La partie pratique, comporte deux chapitres qui s'articulent au tour du de l'exposition et traitement des données d'analyses physico-chimiques, sensorielles et microbiologiques des produits achetés (pré formulation) et de la formulation du ketchup par un plan d'expérience D-optimal.

Introduction générale

L'industrie agroalimentaire est l'un des secteurs qui évolue de jour en jour. C'est un utilisateur important des produits agricoles. Son principal défi aujourd'hui est de faire face à l'accroissement de la population mondiale tout en garantissant un développement durable et en offrant des produits sains. Tous les pays déploient des efforts considérables afin de développer ce secteur et faire de lui une base d'exportation et créateur d'emplois [1].

En Algérie, le secteur de l'industrie agroalimentaire constitue un maillon important du tissu industriel national du fait du rôle important qu'il joue dans l'économie du pays, particulièrement en ce temps de crise où la politique nationale s'oriente de plus en plus vers le développement et l'accroissement de ce secteur clé.

Au niveau de la wilaya de Bejaia existe un tissu industriel en particulier dans le secteur agroalimentaire assez dense mais peu diversifié. L'activité de ce secteur s'est fortement développée durant la dernière décennie (2000-2010) suite à l'ouverture du pays à l'économie de marché et la mise en place d'une nouvelle politique d'investissement. Celle-ci a permis à un certain nombre d'unités industrielles de transformation de voir le jour au niveau des zones d'activités industrielles de la wilaya, exemple de TAHARACHT (AKBOU) qui englobe le plus grand pôle national dans l'industrie agroalimentaire.

Dans l'optique d'apporter notre pierre à l'édifice, notre travail a comme objectif de développer une préparation alimentaire très demandée, au niveau national ; Le ketchup.

Ce dernier étant un condiment à basse calories, de consommation courante fabriqué principalement à base de tomates fraîches ou de concentrés tels que la purée de tomate et sauces tomate [2].

Afin d'atteindre l'objectif tracé, nous avons commencé par une pré-formulation en déterminant scientifiquement une base de travail à partir de l'analyse sensorielle, et physicochimique de trois ketchups industriels commercialisés. Par suite, nous avons réalisé une préparation optimale de Ketchup à l'aide de la méthodologie des plans d'expérience.

Ainsi, la démarche poursuivie lors de ce travail se base sur une confrontation permanente entre théorie et terrain. La théorie qui est divisée en trois chapitres est basée sur une recherche bibliographique diversifiée sur le ketchup et son constituant de base qui est la tomate et quelques généralités sur les plans d'expérience.

Introduction générale

La partie pratique, comporte deux chapitres qui s'articulent au tour du de l'exposition et traitement des données d'analyses physico-chimiques, sensorielles et microbiologiques des produits achetés (pré formulation) et de la formulation du ketchup par un plan d'expérience.

Chapitre 01: la tomate

I.1. Introduction

La **tomate** (*Solanum lycopersicum* L.) originaire du nord-ouest de l'Amérique du Sud est une espèce de plante herbacée de la famille des solanacées vivace, elle est proche parente de la pomme de terre, de l'aubergine et des piments... [3].

La culture de tomate s'impose comme une importante activité génératrice des revenus pour les paysans. En Algérie la filière de la tomate constitue l'une des activités essentielles de la branche agroalimentaire par sa contribution dans la croissance du secteur agricole et l'absorption de la main d'œuvre [4].

Au plan nutritionnel, la tomate est une source de minéraux (Ca, K, Mg, Na, Fe...) et de vitamines (A, B6, C et E), qui contribuent à la réduction de la carence en micronutriments chez le consommateur.

La tomate a été étudiée à de nombreuses reprises. Elle s'est révélée être riche en microconstituants antioxydants, et plus particulièrement, en caroténoïdes. D'après certaines études, une consommation régulière de tomates ou de produits à base de tomates réduirait les risques de cancers, mais également de maladies cardiovasculaires, de diabète et d'ostéoporose [5].

I.2. Historique

La tomate (*Solanum lycopersicum*) est originaire des vallées fertiles du Mexique. Elle a d'abord été cultivée et améliorée par les indiens du Mexique, ensuite elle a été ramenée en Europe par les conquistadores (aventurier espagnols principalement et portugais) [6].

En Europe, les Italiens ont été les premiers à la consommer dès le 16^{ème} siècle, notamment en sauce, et c'est sous cette forme qu'elle atteint la France par la Provence au 17^{ème} siècle, avant d'être popularisée à Paris lors de la révolution [6].

La tomate est introduite en Afrique du nord au 18^{ème} siècle, notamment au Maroc d'abord puis en Algérie et Tunisie. En 1983, la culture de la tomate dans le monde occupe une surface de 2.447.000 ha avec une production de 54.240.000 tonnes [5].

La tomate a longtemps été considérée comme toxique, et on lui associait tous types de vertus maléfiques à cause de sa ressemblance avec la mandragore. Elle a donc d'abord été utilisée en tant que plante ornementale, puis en 1778, elle a rejoint le catalogue de semence potagère de Vilmorin-Andrieu. Par la suite, la consommation de tomate a connu un essor au

19^{ème} siècle et la tomate se démocratise en étant cultivée dans les jardins familiaux et ouvriers [5].

La production et la consommation mondiales de tomates sont devenues très importantes. Par conséquent on cherche à développer de nouvelles variétés. Au XXe siècle, l'industrie de la tomate se développa peu à peu pour proposer des produits à base de tomate de plus en plus diversifiés. D'après le (F.A.O), la tomate est cultivée principalement dans quatre zones traditionnelles de production : le littoral : Annaba et Skikda, la mitija : Blida et Tipaza, et le chelif : Relizane et Mostaghanem.

I. 3. Exigences pédoclimatiques

I.3.1. Température et lumière

La tomate demande un climat relativement frais et sec pour fournir une récolte abondante et de qualité. Entretemps, cette plante s'est adaptée à une grande diversité de conditions climatiques, allant du climat tempéré vers le climat tropical chaud et humide.

Les plantes peuvent surmonter un certain intervalle de températures, mais en-dessous de 10°C et au-dessus de 38°C les tissus des plantes seront endommagés. La température optimale pour la plupart des variétés se situe entre 21 et 24°C.

L'intensité de la lumière affecte la couleur des feuilles, la mise à fruits et la couleur des fruits [6].

I.3.2. Eau et humidité

Une simple astuce permet de déterminer si les réserves en eau disponibles sont suffisantes pour cultiver la tomate, il faut pouvoir compter sur au moins trois mois de pluie. Le stress causé par une carence en eau et les longues périodes arides fait tomber les bourgeons et les fleurs et provoque le fendillement des fruits. Par contre, lorsque les averses sont très intenses et l'humidité est très élevée, la croissance des moisissures et la pourriture des fruits seront plus importants [6].

I.3.3. Sol

La tomate pousse sur les sols minéraux qui ont une bonne capacité de rétention d'eau, une bonne aération et qui sont libres de sels comme les terres limoneuses profondes et bien drainées. La tomate pousse le mieux dans des sols où la valeur du pH varie entre 5,5 et 6,8 et où l'approvisionnement en éléments nutritifs est adéquat et suffisant. En général, ajouter de la matière organique stimule une bonne croissance [6].

I.4. Composition biochimique du fruit

I.4.1. Constituants majeurs

Contrairement à la plupart des fruits, la tomate est un aliment très peu énergétique, car prise crue, elle n'apporte qu'environ 22 K cal/100 g et 26 K cal/100 g à l'état cuit. La tomate comme la plupart des légumes, présente une bonne densité nutritionnelle avec: 95% d'eau et 5% de matière sèche composée de 50% de sucres (fructose et glucose), 25% d'acides organiques (acides citrique et malique), 8% de minéraux, 2% d'acides aminés, de caroténoïdes et autres métabolites secondaire [7].

I.4.2. Constituants mineurs

La tomate contient aussi de nombreux minéraux et oligoéléments et comme la plupart des fruits et légumes, elle apporte beaucoup de potassium (245,0 mg/ 100g) ce qui fait d'elle une source appréciable de cet important minéral. Elle peut fournir également 50 à 160 mg de vitamine C et 22,5 à 90 mg de vitamine E. Parmi les phyto constituants, elle contient des polyphénols, des flavonoïdes, et des caroténoïdes, en particulier le lycopène [10].

I.5. La conservation des tomates

I.5.1. A l'air libre

- Les tomates mûres ne doivent pas être conservées au **réfrigérateur**, car elles perdent tous leurs arômes. Conserver les tiges en haut dans la cuisine, pas trop serrées si elles sont dans une corbeille à fruit et seules. De nombreux autres fruits émettent de l'éthylène, les tomates également, et se font mutuellement mûrir plus vite. Elles se garderont ainsi entre 2 et 5 jours selon leur état de maturation, la température, variété... etc. [11]
- Les **tomates vertes** se conservent pédoncule en bas, dans un endroit frais, dans un sac en papier, ou une caisse en carton. Elles mûriront petit à petit, mais si vous souhaitez accélérer le processus placez parmi elles une pomme. Pour au contraire le ralentir et conserver vos tomates plusieurs semaines, enrobez les individuellement dans du papier journal [11].

I.5.2. Par séchage :

Le **séchage au four** est beaucoup plus “moderne” et rapide surtout. Les tomates coupées en quartiers badigeonnées d’huile d’olive passées 2 à 3 heures au four à 100°C puis mises en **bocal** avant d’être totalement recouvertes d’huile. Elles se conserveront ainsi plusieurs mois [11].

I.5.3. Par déshydratant

Le déshydratant permet également de réaliser des tomates séchées, en absorbant l’eau de la tomate.

I.5.4. Par ajout de sucre

Populaire en Amérique du sud, les confitures avec des tomates vertes, la confiture de tomates rouges y est parfumé avec du clou de girofle et sucrée au sucre roux [11].

I.5.5. La stérilisation

La mise en conserve grâce à un **stérilisateur** permet une durée de conservation de plusieurs mois à un an par l’élimination des bactéries responsable du pourrissement de la tomate [11].

I.5.6. La congélation (le froid)

La congélation permet de conserver les légumes crus ou blanchis entre 10 et 12 mois et les plats cuisinés 3 à 4 mois ou plus par ralentissement et même arrêt de la prolifération bactérienne [11].

I.6. Les variétés de tomates

Il existe plusieurs milliers de variétés cultivées de tomates, mais il existe des variétés fixes et d’autres hybrides. La sélection faite par les hommes a privilégié les plantes à gros fruits. On distingue cependant plusieurs catégories de tomates selon les caractéristiques qui les font différencier à savoir:

1. Le type de croissance : déterminé ou indéterminé.
2. La longueur du cycle.
3. La période de la culture : saison chaude et humide, saison froide, toute l’année.
4. Les caractéristiques des feuilles : (Forme, Couleur, Pilosité,...).
- Les caractères des fruits : (Forme, Grosseur, couleur ,....).

- Utilisation : industriel, frais [10].

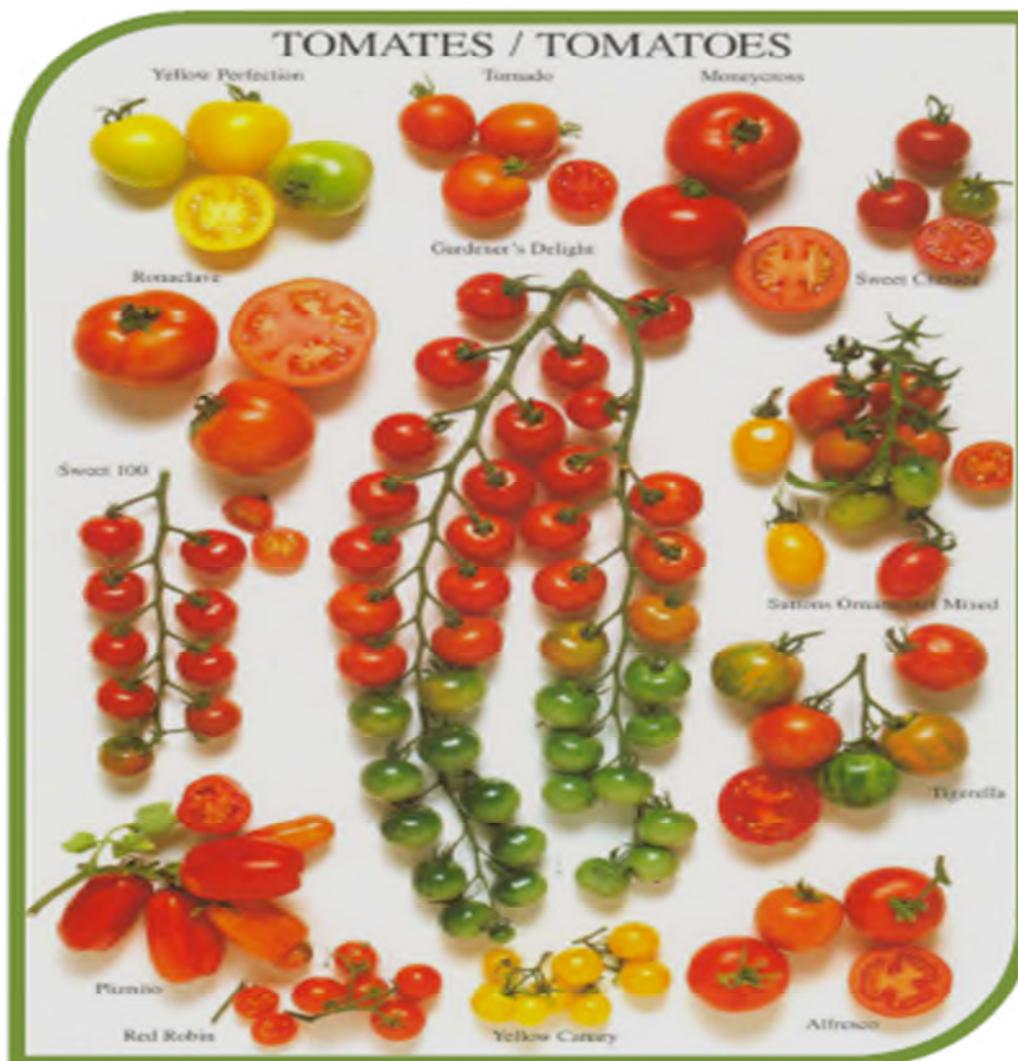


Figure I.1. La diversité des formes, tailles et couleurs des fruits de tomate.

En Algérie on trouve deux variétés fixes: La tomate Marmande et la tomate saint pierre. **La célèbre tomate Marmande** : Est une variété assez précoce, vigoureuse et productive, fruits de 150 à 250 g, chair ferme, sucrée, parfumée, de bonne qualité. En salade, à farcir, en gratin, sauce... etc (Voir figure I.2).

La tomate saint- pierre : Est une variété vigoureuse, demi-précoce, à gros fruits rouge vif, ronds et lisses, peu de graines, variété hâtive. (Voir figure I.3) [12].



Figure I.2. La tomate Marmande.



Figure I.3. La tomate saint-pierre.

Chapitre I : La tomate

I.7. La transformation des tomates

Le diagramme ci-dessous (figure I.4.) résume globalement les différentes voies qui permettent d'obtenir des produits dérivés de la tomate.

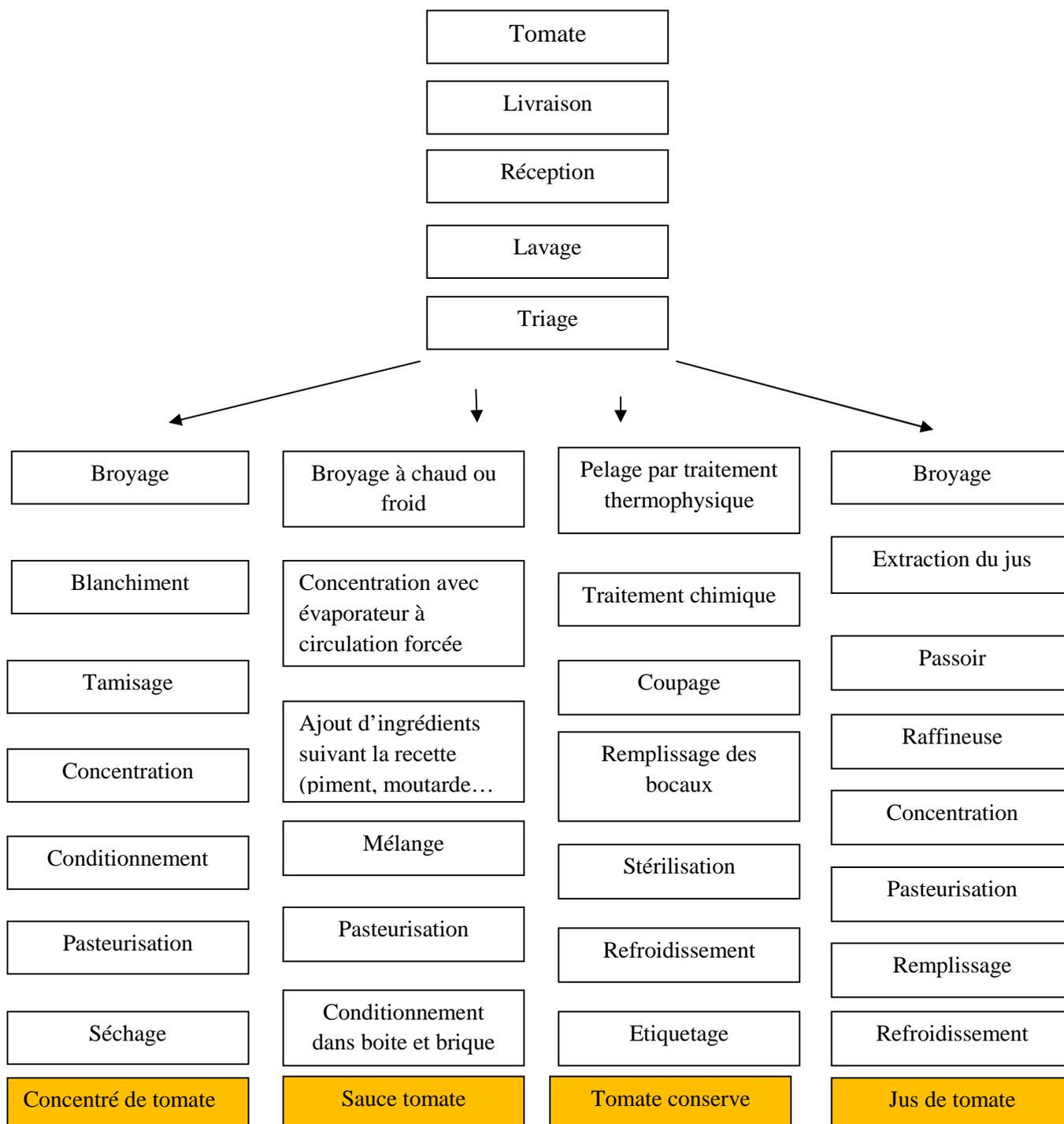


Figure I.4. Diagramme de transformation des tomates [13].

I.8. Quelques produits de la transformation des tomates

Les produits à base de tomate sont définis comme étant des fruits de tomate écrasés avant ou après élimination des peaux et des graines.

- **La pulpe de tomate** : il s'agit des tomates écrasées avant ou après élimination des peaux et des graines.
- **Le jus de tomate** : c'est le jus provenant des tomates entières écrasées dans lesquelles la peau et les graines ont été éliminées, et qui a été soumis à une fine désagrégation. Il est donné à la consommation sans dilution ou concentration.
- **La purée de tomate** : c'est le terme appliqué aux pâtes de tomates de faible concentration compris entre 8% et 24% de substances solides solubles.
- **Le sérum de tomate** : c'est le jus de tomate qui a été filtré ou centrifugé pour éliminer complètement les particules solides en suspension.
- **Le sirop de tomate** : il correspond au sérum de tomate qui a été concentré.
- **Les sauces tomates** : dans lesquelles on trouve :
 - **Le ketchup** : c'est une sauce de tomate fabriquée à partir de purée de tomate à laquelle on ajoute le vinaigre, le sucre, le sel, ail et le poivre.
 - **La sauce de chili** : la préparation de cette sauce est identique au ketchup sauf que les tomates sont utilisées entières et pelées [13].

Chapitre 02: ketchup

II.1. Introduction

Le ketchup est une sauce végétale produite à partir du concentré de tomate, sucre, vinaigre, sel, et les différentes épices (figure II.1). Le ketchup est un produit populaire qui est de plus en plus consommé en Algérie. Il est employé avec différentes nourritures parce qu'il améliore leur goût. Le ketchup classique est une sauce pauvre en matière grasse, légèrement acidulé, idéale pour assaisonner tous les plats.

Le ketchup est une suspension hétérogène, ou entre autre des agents épaississants, sont habituellement utilisés dans sa formulation. Ceux-ci fournissent une texture visqueuse, cohérente, et stable.



Figure II.1 Sauce ketchup.

Vu la consommation croissante du ketchup, les nouvelles formulations avec des ingrédients plus nutritifs est d'actualité. Pour être compétitif sur le marché mondial, ce produit comme les autres est soumis à une innovation continue. L'un des paramètres d'innovation étant la qualité sensorielle ; dans le sens où la majorité des consommateurs jugent cet aspect primordial dans leurs choix [14].

II.2. Historique du ketchup

Plusieurs théories existent sur l'origine du mot ketchup, nous avons choisit de rapporter celle qui est la plus répétée. L'origine du ketchup, remonterait au 18^{ème} siècle. A cette époque, les Chinois utilisaient depuis longtemps, de la sauce fermentée « Ké Tsiap » pour agrémenter leurs plats. Cette sauce était réalisée à partir du jus de poisson conservé [15].

Elle est ensuite arrivée jusqu'en Malaisie où elle était appelée « Kecap » prononcé «ketchap», ce qui signifie bromure de poisson. Cette sauce relevée et épicée ne contenait

Chapitre II : Le ketchup

aucune tomate, encore inconnue en Chine, à cette époque. Des anglais rapportèrent d'un voyage en Orient cette même sauce et y ajoutèrent de la tomate, des champignons et du sucre, afin d'adapter cette découverte à leur palais. Plus tard, les colons britanniques introduisirent la sauce en Amérique. C'est ainsi que naquit le ketchup que le monde actuel connaît. Ce n'est qu'à la fin du 19^{ème} siècle, qu'un dénommé Henri John Heinz commença à produire le ketchup en série [15].

Heinz est le leader incontestable des producteurs de ketchup, faisant partie des marques emblématiques pour les Américains, qui sont fidèles à sa recette, gardée secrète depuis 140 ans. Depuis sa création, la marque de Henry John Heinz conserve la même composition du ketchup et le même design, à l'exception de certaines améliorations occasionnelles. En 1869, Henry John Heinz crée son premier commerce de produits alimentaires. Il y vend du raifort, substitut de la moutarde, dans des bouteilles en verre. La décennie suivante, il lance son ketchup avec plus de tomates mûries et de vinaigre, recette inchangée jusqu'aujourd'hui. Vers la fin des années 1880, Henry John Heinz introduit sa marque en Europe, plus particulièrement à Londres, où il rencontre un fort succès [15].

II.3. Le rapport ketchup/ santé

Le ketchup est fait essentiellement à partir de tomates dont les principaux atouts nutritionnels sont sa richesse en vitamine C et en lycopenne, un caroténoïde (un pigment naturel) qui donne cette fameuse couleur rouge à la tomate. Celui-ci a l'avantage d'être un puissant antioxydant.

Autre points positifs : le ketchup contient, en règle générale, peu de graisses et apportant un faible nombre de calories (environ 110 calories pour 100 grammes), ce qui en fait un condiment moins calorique que la mayonnaise ou la moutarde.

Enfin, les ketchups ne contiennent pas de conservateur additionnel conformément à la législation qui interdit la présence de conservateurs dans le ketchup (la présence de conservateurs est d'ailleurs rendue inutile grâce à la présence du condiment acide), ni de colorant car la tomate comporte naturellement des colorants : le fameux lycopenne [16].

Cela dit, à cause de sa richesse en sucres. En effet, 100 grammes de ketchup comprennent 25 grammes de sucre. Le ketchup est un produit à surveiller et à consommer avec modération. Ainsi, lorsqu'une noisette de ketchup est mise dans une assiette (environ 20 grammes), cela correspond à 5 grammes de sucre (l'équivalent d'un morceau de sucre).

II.4. Processus de fabrication d'un ketchup industriel

La fabrication du ketchup est un processus simple, qui consiste à mixer tous les ingrédients composant la recette puis à pasteuriser le mélange obtenu, avant de le conditionner. Une pasteurisation adéquate du produit est l'étape critique qui doit assurer l'absence de germes végétatifs pathogènes et réduire le nombre d'organismes capable d'altérer le produit. De ce fait, la température et le temps de pasteurisation sont les paramètres critiques à surveiller, afin d'assurer un traitement thermique efficace et garantir ainsi la sécurité du consommateur. Peu de chiffre et d'informations sont communiqués à propos de ce produit. Cette sauce est consommée par un large pourcentage de la population, bien que dans l'idéologie populaire, elle soit souvent associée à la restauration rapide [14].

Les tomates sont récoltées un peu partout dans le monde entre la fin du mois de juillet et le mi- septembre période durant laquelle elles arrivent à maturité optimale pour la récolte. Les tomates sont triées lors de la récolte selon leur taille et leur maturité, puis elles sont transportées à l'usine de fabrication de concentré. Là, elles sont triées une deuxième fois en fonction de leur couleur, du taux d'acidité, de matière sèche, etc.

La matière de base du ketchup est le concentré de tomate, qui permet de fabriquer du ketchup tout au long de l'année. Ce concentré est obtenu par chauffage puis évaporation, puis envoyé aux usines de fabrication. A leur arrivée à l'usine les sacs de concentré de tomate sont vidés de leur contenu. Les concentrés ensuite dilués avec de l'eau sont ensuite additionnés des différents ingrédients, tel que le sucre, le sel, le vinaigre et les épices dans une cuve à mixer. Le mélange d'épices est ajouté au ketchup, une fois le mélange effectué. Puis le ketchup est chauffé à 85°C pendant 5 minutes pour ne pas perdre les qualités nutritionnelles de la tomate puis le ketchup est mis en bouteilles, les bouchons vissés hermétiquement. Le ketchup peut se conserver (non ouvert) pendant plusieurs mois. Puis les bouteilles sont étiquetées, le ketchup est goûté et contrôlé selon des critères de qualité très stricts. Les flacons de ketchup sont emballés par colis, qui partent afin d'être palettisés et stockés [14]

➤ Diagramme de fabrication du ketchup industriel

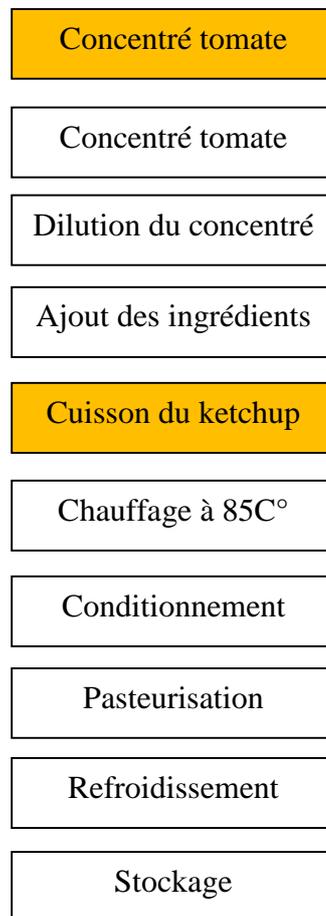


Figure II.2. Diagramme de fabrication d'un ketchup industriel

II.5. Propriétés physico-chimiques et sensorielles du ketchup

Les propriétés de texture des ketchups peuvent être déterminées par des techniques instrumentales aussi bien que l'analyse sensorielle, tandis que, les deux méthodes ont leurs avantages et inconvénients et se complètent. Les méthodes instrumentales employées pour décrire les propriétés sensorielles sont objectives, qu'on peut répéter, et dans le cas des mesures de texture également tout à fait rapide. L'analyse sensorielle est plus longue et ainsi plus chère, mais elle laisse déterminer la nature la plus acceptable du produit pour le consommateur.

Dans quelques matrices de nourriture, après vérification de la corrélation de la méthode instrumentale choisie avec des résultats sensoriels d'analyse, il est possible de décrire la gamme des valeurs mesurées au moyen d'un instrument qui seront acceptées par des consommateurs.

Chapitre II : Le ketchup

La vue sur différentes propriétés et leur description diffère légèrement. La texture des produits alimentaires comme le ketchup est généralement la manifestation sensorielle et fonctionnelle de leurs propriétés structurales, mécaniques, et extérieures détectées par les sens de la vision, et du contact.

La viscosité, en termes de propriétés physiques mesurables au moyen d'un instrument, décrit le débit produit par l'unité de la force. Dans le cas de l'analyse sensorielle, la viscosité est définie comme force requise pour transférer le liquide à partir d'une cuillère à sa langue [17].

II.6. Contrôle qualité du ketchup

Le contrôle de qualité est un aspect de la gestion de la qualité.

Le contrôle : est une opération destinée à déterminer, avec des moyens appropriés, si le produit (services, documents, code source) contrôlé est conforme ou non à ses spécifications ou exigences préétablies et incluant une décision d'acceptation, de rejet ou de retouche.

II.6.1. Contrôle physico-chimique

Contrôle physico-chimique aura pour rôle de vérifier la structure de la molécule et d'établir ses propriétés physiques et chimiques. Il a pour but de vérifier que dans un produit déterminé, il y a bien la substance annoncée (analyses qualitatives, réaction d'identification...)

Le contrôle physicochimique est réalisé en mesurant les différents paramètres (température, humidité, teneur en matière grasse, taux de sucre, pH...).

II.6.2. Contrôle Microbiologique

La maîtrise de la qualité microbiologique (hygiénique obligatoire et marchande souhaitée par le fabricant mais aussi le consommateur) passe par un ensemble de démarches qui vont du contrôle des matières premières brutes, en cours de transformation ou de l'aliment fini, aux pratiques de bonnes fabrications en passant par l'identification des principaux points critiques du système de production / distribution, le plus souvent par une démarche HACCP (Hazard Analyses Critical Control Point).

Chapitre II : Le ketchup

Ces analyses prennent aujourd'hui largement de places dans la plupart des usines et des réseaux de distribution et permettent, par la réalisation de contrôle judicieux, une bonne évaluation de la qualité et une mise en évidence d'éventuelles contaminations, les actions correctives qui en découlent sans pour autant trop alourdir les charges.

Le contrôle microbiologique de routine d'un produit alimentaire solide ou liquide consiste le plus souvent, en absence d'information sur l'éventuelle implication de ce produit à une maladie infectieuse, une toxi-infection ou une intoxication, en :

- Un contrôle de stérilité pour des produits soumis à des traitements antimicrobiens de stabilisation (température, additifs, etc.)
- Une estimation du nombre de contaminants (flore aérobie mésophile totale, coliformes, anaérobies sulfito-réducteurs) ou leur détection, identification (salmonella, listeria etc...).

Ce contrôle est actuellement long (plusieurs jours), ce qui implique souvent

- De stocker le produit en attendant la réponse (impossible pour les produits très périssables);
- De diffuser le produit sans connaître sa qualité bactériologique avec tous les risques qu'il comporte. [18]

II.6.3. Analyses sensorielles

L'analyse sensorielle est extrêmement importante dans la fabrication d'un ketchup, car elle permet l'arrangement de beaucoup d'aspects, tels que l'intensité de douceur d'un composé par rapport au sucrose, profil typique de goût dans différents produits alimentaires, acceptabilité chez le consommateur et ainsi de suite.

a- La couleur

La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. La couleur est souvent liée à la maturité, à la présence d'impuretés, à la mise en œuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique, à de mauvaises conditions d'entreposage et à un début de détérioration par les microorganismes.

b- La texture

Comme la couleur, la texture d'un aliment dépend en partie de l'observateur, le mot texture désigne ce que l'homme perçoit ou mesure des éléments structuraux présents dans l'aliment lorsque ceux-ci subissent des déformations mécaniques.

Les sensations qui se manifestent lors de cette perception sont celles du toucher, de la position.

Cette perception se fait d'abord par :

- 1- La main
- 2- La bouche

La texture détermine souvent l'acceptation ou le refus de l'aliment par le consommateur.

Les aliments d'après leurs textures sont classés comme suit :

- Liquide de viscosité plus ou moins forte.
- Gel, généralement plastique, parfois élastique de consistance plus ou moins faible, ou fondant à la température de la bouche (gel d'amidon, gélatine, Xanthane).
- Aliment sec (biscuit, friable...etc)

c- Saveur et odeur

La saveur et l'arome des aliments résultent de la stimulation simultanée par un très grand nombre des constituants des aliments, des récepteurs situés dans la bouche et de la cavité nasale.

La sensibilité aux quatre saveurs dites de base : le salé, sucré, acide et amer est plus ou moins importante selon les zones de la langue. [19]

Chapitre 03: plans d'expérience

Conclusion générale

Dans ce travail, on s'est fixé l'objectif de développer une nouvelle formule de ketchup par les plans d'expériences, et par la même occasion on voulait déterminer les facteurs qui influencent la qualité du produit et étudier leurs impacts sur ce dernier.

Pour atteindre le but fixé, une démarche méthodologique fut adoptée, nécessitant le passage par un enchaînement d'étapes aussi importantes les unes que les autres :

Après une recherche bibliographique assidue et une étude de pré formulation, nous avons choisi de retenir comme facteurs à optimiser : Les quantités en sucre, vinaigre et épaississant. Par suite, nous avons opté pour la viscosité et le caractère organoleptique comme réponse de notre plan d'expérience ou en d'autre terme comme paramètres garants de la qualité du ketchup.

Le plan D-optimal, nous a proposé 15 essais dont trois de répétition. Après les avoir réalisés, nous avons déterminé pour chacun d'entre eux, sa viscosité et ses caractères organoleptiques. Le MODD 6.0, nous a permis de d'obtenir les conditions optimales de la fabrication de notre ketchup. Ainsi, pour obtenir 100 g de ketchup, les quantités optimales des ingrédients seraient : 7.4 g de sucre, 6.7 g de vinaigre et 1.37g de xanthane : 1.37g

L'étude des effets des facteurs sur les réponses du plan d'expérience, nous a permis de comprendre l'effet de chaque ingrédient sur la qualité organoleptique et la viscosité de notre produit.

Des essais de validation de la préparation optimale ont été satisfaisants, dans le sens où : les résultats de l'analyse physicochimique sont conformes à la norme du JORA et sont pour la plus part assez proches de ceux des produits commercialisés.

Conclusion générale

Enfin, les résultats microbiologiques ont été satisfaisants, car notre produit ne contenait que des germes aérobies non pathogènes en quantité tolérée par le JORA.

En guise de perspectives, il serait intéressant d'enrichir et compléter ce travail en :

- Faisant une étude de stabilité en temps réelle pour déterminer la date limite de conservation (DLC),
- Utilisant comme matière première de la tomate locale fraîche,
- Ajoutant d'autres condiments, pour obtenir différents goûts : piquent, thon, barbecue...

Bibliographie

- [1] AURDROING, J-F.(1995), « Les industries agroalimentaires », Edition Economica, paris
- [2] Sahin,A., Ozdemir, F.,(2004), «Effect of Some Hydrocolloids on the Rheological Properties of Different Formulated Ketchups ». *Food Hydrocolloids*, 18, 1015–1022.
- [3] Atherton,J., Rudich,S. (1986), “The tomato crop: a scientific basis for improvement ” 186, p (56).
- [4] MADR, H., (2009), (Ministère de l’Agriculture et du Développement Rural), Direction des statistiques.
- [5] Degrou A.E., (1998), « Etude de l’impact des procédés de transformation sur la diffusion des caroténoïdes : Cas du lycopène de la tomate », 15, p(190),
- [6] De Broglie L. A., Guérout D.,(2005) « Tomates d'hier et d'aujourd'hui », 280 p(97).
- [7] Degioan, G., (1997), « La tomate », 14, P(115).
- [8] Shankara N., Lidt, J-F., Goffa, M., Hilmi, M., V. Damla, B., (2005), « Culture de la tomate (production, transformation et commercialisation », Ed ISBN Agromisa .
- [9] Davies, J-N., Hobson, G-E., (1981), “The constituents of tomato fruit - the influence of environment, nutrition, and genotype” , *CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 15, 205-280.
- [10] Beecher, G-R., “Nutrient content of tomatoes and tomato products”. *Proc. Soc. Exp. Biol. Med.* 218:98–100.1998.
- [11] Rutledge, A-D., (1999), « Experiences with Conservation Tillage Vegetables in Tennessee » *HortTechnology*, 3 366-372
- [12] Benard, C., Gautier, H., Bourgaud, F., Grasselly, D., Navez, B., Caris-Veyrat, C., Weiss, M., Genard, M., (2009), “ Effects of Low Nitrogen Supply on Tomato (*Solanum lycopersicum*) Fruit Yield and Quality with Special Emphasis on Sugars, Acids, Ascorbate, Carotenoids, and Phenolic Compounds.” *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 57(10):4112-4123.
- [13] Hayes, W.A., Smith, P.G., Morris, A.E.J., (1998), “The production and quality of tomato concentrates”, *Critical review in Food science and nutrition*, 38, 58.

Bibliographie

- [14] Berthouzoz, J., (2009), « validation des points de maitrise pour la production de ketchup », (160),p(10).
- [15] DECOSTERD, S.,(2009), « Fiche de produit *TOMATO KETCHUP « HOT »*, Reitzel », Suisse.
- [16] Rao, A-W., Waseem, Z., Agarwal, S., (1998), « Lycopene content of tomatoes and tomato products and their contribution to dietary lycopene », *Food Research International* 31 (10), 737–741.
- [17] Varela, P., Gambaro, A., Gimenez, A.M., Duran, I., Lema, P., (2003), « Sensory and Instrumental Texture Measures on Ketchup Made with Different Thickeners », *Journal of Texture Studies*, 34, 317–330.
- [18] JEANTET, R., (2006), « Stabilisation biologique et physicochimique, Destruction des micro-organismes à température constante » *Science des aliments*, chapitre 6.1, TEC&DOC, Lavoisier, Paris, 1, p 279 à p285
- [19] Zouari, N., Ayadi, M.A., Hadj-Taieb, S., Frikha, F., Attia, H., (2012), « Whey powder, carrageenan, and fat interactions and their influence on instrumental texture and sensory properties of turkey meat sausage using a mixture design approach », *International Journal of Food Properties*, 15, 1233–1246.
- [20] FATMI, S.,(2010), « Formulation et optimisation d'un comprimé à effet retard », mémoire de magister, université Houari Boumedién, Algérie.
- [21] Pangborn,N. (1963),” Relative taste intensities of selected sugars and organic acids”,
J. Food ; Sci. 28,
- [22] Chinachoti , P., (1990), “A model for quantitating energy and degree of starch gelatinization based on water, sugar and salt contents”, *J. Food Sci.* 55, 543-546.
- [23] Wootton, A., Bamunuarachchi, J., (1980), (Application of differential scanning calorimetry to starch gelatinization . Effect of sucrose and sodium chloride.) 32, 126.
- [24] Pangborn, A., (1963), “Relative taste intensities of selected sugars and organic acids”, *J. Food ; Sci.* 28, 726 -331, sugar and salt contents, *J. Food Sci.* 55, 543-546.
- [25] Koocheki, A., Ghandi, A., Razavi, S.M.A., Mortazavi, S.A., Vasiljevic, T. (2009), « The Rheological Properties of Ketchup as a Function of Different Hydrocolloids and Temperature. *International Journal of Food Science and Technology* », 44, 596–602.

Bibliographie

[26] Mamur,S., Yüzbaşıoğlu, D., Ünal, F., Yılmaz,S., (2010) «*Does potassium sorbate induce genotoxic or mutagenic effects in lymphocytes?* », *Toxicology in Vitro*, vol. 24, n° 3,.794–790 p.

Annexes

Annexe 01 : Analyse du sucre par la méthode de BERTRAND

Tableau : table de conversion du glucose en mg

glucose en mg	cuivre en mg	glucose en mg	cuivre en mg	glucose en mg	cuivre en mg
10	20,4	40	77,5	70	129,8
11	22,4	41	79,3	71	131,4
12	24,3	42	81,1	72	133,1
13	26,3	43	82,9	73	134,7
14	28,3	44	84,7	74	136,3
15	30,2	45	86,4	75	137,9
16	32,2	46	88,2	76	139,6
17	34,2	47	90,0	77	141,2
18	36,2	48	91,8	78	142,8
19	38,1	49	93,6	79	144,5
20	40,1	50	95,4	80	146,1
21	42,0	51	97,1	81	147,7
22	43,9	52	98,9	82	149,3
23	45,8	53	100,6	83	150,9
24	47,7	54	102,3	84	152,5
25	49,6	55	104,1	85	154,0
26	51,5	56	105,8	86	155,6
27	53,4	57	107,6	87	157,2
28	55,5	58	109,3	88	158,8
29	57,2	59	111,1	89	160,4
30	59,1	60	112,8	90	162,0

Annexes

Annexes 02 : analyses physicochimiques de pré formulation

Tableau V.1 Tableau récapitulatif des résultats physicochimiques effectués aux produits de pré formulation :

Produits à analyser	Nombre d'échantillon	Acidité (%)		pH	Brix° (%)	Humidité (%)	Sel (%)		Sucre (%)		Matière grasse (%)	densité	Viscosité Mpa.s
		Volume NaOH (ml)	Teneur en %				Volume AgNO ₃ (ml)	Teneur en %	Volume KMnO ₄ (ml)	Teneur en glucose			
Produits de pré formulation	Ketchup 01	7.2	2.016	3.80	>32	70.76	86.4	10.069	9.8	6.1	0	1.376	1000
	Ketchup 02	3.8	1.064	3.97	20.04	78.36	28.1	3.246	11.3	7.35	0	1.287	1100
	Ketchup 03	5.9	1.652	3.90	27.6	62.36	53.3	6.19	14.1	9.29	0	1.336	660

Annexes

Annexe 03 :

Tableau V.5.2 : Résultats physico-chimiques de la formulation optimale

Produits à analyser	Nombre d'échantillon	Acidité (%)		pH	Brix° (%)	Humidité (%)	Sel (%)		Sucre (%)		Matière grasse (%)	densité	Viscosité Mpa.s
		Volume NaOH (ml)	Teneur en %				Volume AgNO ₃ (ml)	Teneur en %	Volume KMnO ₄ (ml)	Teneur en glucose			
Produits de formulation optimale	01	3.1	0.868	3.80	14	70.76	25.4	2.93	10.5	6.78	0	1.022	800

Annexes

Chapitre 04: matériels et méthodes

IV.1. Introduction

Le contrôle qualité des produits alimentaires a pour but de s'assurer si les produits répondent soient aux normes professionnelles d'une part et à la législation d'une autre part.

Il peut également servir de comparer les produits obtenus avec ceux de la concurrence. Enfin certaines déterminations chimiques permettent de constater si les produits répondent aux règles fixées par l'exportation ou par les cahiers de charges de certaines administrations.

IV.2. Détermination de la formulation optimale de ketchup

Avant de se lancer dans la formulation, l'usage veut que l'on commence par quelques analyses sur des produits similaires. Cela afin d'obtenir le maximum d'information, cette étape est appelée pré-formulation.

IV.2.1. Pré formulation

Trois différents ketchups commercialisés en Algérie (Daily ketchup, ketchup Casbah et ketchup Louis Martin), ont été choisis et étudiés du point de vue physicochimique. Ainsi, nous avons réalisé sur les trois produits les analyses suivantes : pH, densité, viscosité, acidité, taux de sucre, taux de sel, matière grasse, indice de réfractométrie (brix°), teneur en humidité.

IV.2.2. Choix des facteurs et réponses

Afin d'avoir une démarche scientifique et organisée, un plan d'expérience fut réalisé à l'aide d'un logiciel d'optimisation le MODDE 6.

L'étape la plus essentielle dans ce cas est le choix des facteurs et des réponses du plan d'expérience ainsi que le choix des domaines d'études.

Les facteurs que l'on a jugé les plus pertinents sont :

Facteur 01 : quantité du condiment

Facteur 02 : quantité de sucre

Facteur 03 : quantité d'épaississant gomme xanthane

Afin de minimiser le nombre d'essais d'autres ingrédients ont été fixés : le sel = 1.5%, sauce tomate =30%, épices = 0.03% et l'eau change pour avoir les 100%.

Suite aux études réalisées dans les chapitres précédents deux réponses ont été retenues :

Réponse 01 : viscosité

Réponse 02 : caractère organoleptique

IV.2.3. Choix du plan d'expérience

Comme le but de cette étude est d'optimiser une recette de ketchup, le choix s'est porté sur un plan D-optimal, le plan retenu nous permettra en premier lieu d'évaluer l'influence des facteurs sur les réponses choisies et au final aboutir à la détermination des valeurs optimales de ces facteurs.

IV.2.4. Plan d'expérience retenu

Après avoir introduit les facteurs et les réponses cités en amont et choisit le modèle D- optimal, le logiciel a proposé la matrice suivante (tableau IV.1) :

Tableau IV.1.: La matrice d'étude

essai ingrédient 100g	Vinaigre %	Xanthane %	Sucre %	Viscosité (mpa.s) à 25C° et $\gamma=58.44s^{-1}$	Moyenne des caractères organoleptiques
01	4	1.1	4		
02	9	1.1	4		
03	4	1.1	10		
04	9	1.1	10		
05	4	0.5	7		
06	9	0.5	7		
07	4	1.7	7		
08	9	1.7	7		
09	6.5	0.5	4		
10	6.5	0.5	10		
11	6.5	1.7	4		
12	6.5	1.7	10		
13	6.5	1.1	7		
14	6.5	1.1	7		
15	6.5	1.1	7		

Cette matrice d'expérience propose 15 essais, dont deux sont des points du centre du domaine d'étude et 02 essais de répétition.

IV.2.5. Réalisation des essais de la matrice d'expérience

A partir de la matrice d'expérience, 15 essais de formulation ont été réalisés selon un protocole décrit (dans la partie IV.2.)

IV.2.5.1. Préparation des essais

i. Matières premières et matériels

1- Matières premières utilisées pour la fabrication d'un ketchup

En dehors de la sauce tomate, la fabrication d'un ketchup demande des adjuvants ou des ingrédients.

On entend par ingrédients, toutes les substances utilisées dans la fabrication ou la préparation d'une denrée alimentaire, et ces substances doivent être présente dans le produit fini éventuellement sous une forme modifiée.

Les condiments utilisés pour la préparation des sauces ont pour rôle de donner du goût ou pour exciter l'appétit dans un premier temps et certains d'entre eux tels-que le vinaigre, le sucre et le sel jouent un rôle de conservateur dans un deuxième temps. Quelques un sont des réels aliments, et s'ils modifient dans un plat, sa saveur gustative, ils en augmentent aussi la valeur alimentaire [21].

a- La sauce tomate

La variété de la tomate et sa transformation industrielle jouent un rôle très important dans la qualité du produit fini. Dans notre travail nous avons choisi de travailler avec la sauce tomate de marque « Jumbo ». N.lot: 0148

b- le sucre

Le sucre en association avec la déshydratation partielle par concentration, par cuisson de la sauce, la pasteurisation est fréquemment employée en complément, le sucre agit sur les produits concentrés par élimination d'une partie d'eau de constitution et empêchant le développement des microorganismes et augmente aussi la valeur alimentaire et la qualité du produit fini [22]. Dans notre travail nous avons choisi de travailler avec le saccharose de marque « skor cevital » N.lot : E3180104E.

c- Le sel

Le sel ralentit l'action des microorganismes en absorbant l'eau de constitution et permet de conserver le produit fini à l'abri de l'air et sous une concentration suffisante. La qualité du produit fini [23] Dans notre travail nous avons choisi de travailler avec le sel de marque « Oasisel » N.lot : 09

d- Les condiments

Les condiments sont les auxiliaires indispensables de l'art culinaire, utiles pour régler l'appétit. Ils sont fournis par le régime végétal et employés pour modifier le goût d'un plat.

Parmi les condiments utilisés :

- **Les épices**

- Ail
- Poivre blanc

La qualité du produit fini. Dans notre travail nous avons choisi de travailler avec le poivre blanc de marque « Tachfin » N.lot : 048

DLC : 25 /06/2019

- **Les condiments acides**

L'acide acétique : celui-ci excite l'appétit et provoque une forte sécrétion des glandes salivaires.

Le condiment acide agit aussi par son acidité en abaissant le pH qui s'oppose au développement des microorganismes, il est utilisé pour la conservation de divers produits alimentaires comme dans le cas du ketchup. La qualité du produit fini [24]. Dans notre travail nous avons choisi de travailler avec le condiment acide acétique de marque « Yan's » N.lot 016

DLC : 17/12/2018

e- Les hydrocolloïdes

Les hydrocolloïdes sont des polysaccharides composés d'unités simples de sucre et sont employés couramment dans l'industrie alimentaire comme agents de suspension, gélifiant, stabilisant et épaississant. Tous les hydrocolloïdes ont des molécules hydrophiles, qui se combinent avec de l'eau pour former les solutions visqueuses. Ils peuvent être ajoutés pour augmenter l'uniformité du ketchup à un contenu inférieur de solides totaux [25]. La qualité du produit fini. Dans notre travail nous avons choisi de travailler avec le **xanthane** obtenu généreusement chez la société KALLYLAIT N.lot 0654 DLC : 08/07/2020

f- Conservateur

Un conservateur est un additif alimentaire ajouté à de nombreux aliments tels que les yaourts aux fruits, les sauces, ketchup et les boissons dans le but d'en améliorer la conservation, le goût et l'aspect. La qualité du produit fini [26]. Dans notre travail nous avons choisi de travailler avec Le **sorbate de potassium** (E202) obtenu généreusement chez la société KALLYLAIT. N.lot : 0354

DLC : 19/03/2019

2- Matériels

Agitateur à hélice IKA[®] RW 14 basic

Plaque chauffante de la marque « VELP »

Thermomètre de marque « 7.6MM ISOLAB »

Bain marie de marque « Memmert »

ii. Méthode

Afin de préparer 100g de ketchup, nous avons suivi les étapes suivantes :

Une quantité de 30 g de la sauce tomate a été mise dans un bécher de 200 ml bien lavé et séché, nous avons ensuite sous agitation ajouté m1 (g) de sucre cristallisé, m2 (g) de condiment, 2g de sel et 0.2g poivre blanc.

Le mélange est porté à 85 C à l'aide d'un bain marie, ce dernier est laissé 10 minutes sous agitation. Par suite m3 de la gomme de xanthane et l'eau minérale (QSP) ont été ajoutées sans arrêter l'agitation pendant encore 20 minutes. A la fin, nous avons transféré les mélanges dans des flacons stériles et propres et nous les avons préservés dans le réfrigérateur.

Remarque : Nous avons ajouté le conservateur pour l'essai optimum à 0.02%.

IV.2.5.2. Analyses physico-chimiques

L'analyse physico-chimique est effectuée afin de juger le contenu des produits alimentaires, c'est-à-dire de la quantité de certaines substances par exemple : le sel, les acides organiques, des graisses, des additions étrangères et des métaux.

Les analyses physico-chimiques effectuées au cours de cette étude concernent :

- A. La détermination de l'acidité totale.
- B. Le ph
- C. Indice de réfractométrie (brix°)
- D. Teneur en humidité pour les ketchups achetés
- E. Teneur en sel
- F. Le taux de sucre (glucose)
- G. Le taux de matière grasse
- H. La densité
- I. viscosité

Ces analyses ont été appliquées pour :

- Les ketchups commercialisés.
- Le ketchup formulé.

A. Acidité totale

L'acidité du ketchup correspond principalement à la présence d'acides organiques utilisés et principalement l'acide citrique. Elle est déterminée par la méthode de titrimétrie.

Le principe de la méthode consiste en un titrage acido-basique, 2.5 g de ketchup dilué à 1/100 par d'eau distillée est titrée par une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) 0.1 N en présence d'un indicateur coloré « le phénol phtaléine » à 0.1%.

Le point d'équivalence est déterminé lors du virage de la couleur de l'échantillon vers le rose clair. [27]

L'acidité ou bien la quantité d'acide dans l'échantillon est obtenue par la loi suivante :

$$\text{Acidité (\%)} = ((40 * C * V * 0.07) * 100) / 100$$

$$\text{Loi abrégée} = 2.8 * C * V$$

Avec :

40 : Inverse de dilution

V : Volume NaOH

C : Concentration de NaOH 0.1 M

0.07: Facteur d'acidité

B. Détermination du pH

La détermination du pH consiste en la mesure de l'acidité ou de l'alcalinité d'un produit. Dans notre étude, la mesure du pH est réalisée avec un pH-mètre HACH en introduisant la sonde à l'intérieur de l'échantillon après l'avoir dilué à 10 %, le résultat est directement lu sur l'écran de l'appareil (voir figure IV.1). [27]

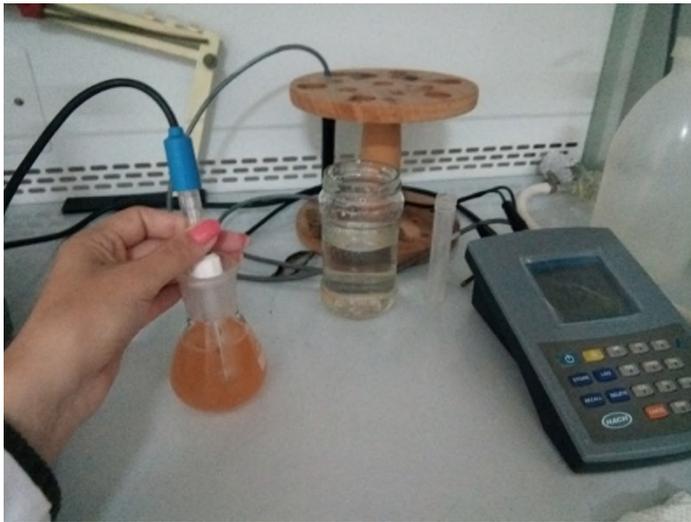


Figure IV.1. : Une photographie lors de la mesure du pH

C. Détermination du Brix (°Brix)

L'échelle de brix sert à mesurer le degré de Brix (°B ou °Bx) la fraction du saccharose dans un liquide, c'est-à-dire le pourcentage en matière sèche soluble. Plus le °Brix est élevé, plus l'échantillon est sucré.

L'appareil utilisé pour la mesure du degré Brix est un réfractomètre qui sert à déterminer l'indice de réfractométrie et il doit être préalablement étalonné. Et la méthode utilisée s'appelle la méthode de réfractométrie.

Son principe consiste à déposer sur le prisme du réfractomètre une petite quantité de l'échantillon, basculer la plaquette couvre-échantillon, puis orienter l'appareil vers la lumière pour faire la lecture du résultat où un trait horizontal doit apparaître de façon très nette. (Voir figure IV.2). La mesure est faite sur le réfractomètre qui nous donne l'indice et la concentration en %.[22]

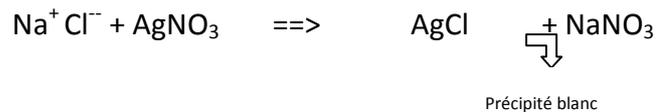


Figure IV.2. Une photographie du réfractomètre pour analyse du brix

D. Le dosage du sel (NaCl)

Le sel de cuisine NaCl est ajouté dans les conserves soit comme complément de goût à la concentration de 1.2% à 3% soit comme conservateur à la concentration supérieur de 5 à 7%.

La méthode de détermination du sel de cuisine est la méthode de titrimétrie. Elle se base sur la réaction entre les ions de Cl^- et le nitrate d'argent AgNO_3 . Le chlorure d'argent se précipite.



Cette méthode consiste en un titrage de 5g du ketchup avec une solution AgNO_3 à 0.1N en présence d'un indicateur coloré chromate de potassium.

Au point d'équivalence une faible concentration en ion Ag^+ provoque la coloration du K_2CrO_4 (chromate de potassium) qui vire au rouge brique.[23]



Méthode de calcul :

$$\text{Sel (\%)} = \frac{5.85 * (\text{Volume (AgNO}_3) \text{ échantillon} - \text{Volume (AgNO}_3) \text{ essai à blanc} * 0.1}{m_0}$$

Avec : volume (AgNO₃)_{essai à blanc} = volume versé de (AgNO₃) lors du titrage de l'eau distillée seule. m₀ : masse de la prise d'essai du produit à analyser.

E. Détermination de la teneur en humidité

Il existe plusieurs méthodes de détermination des substances sèches, par réfractomètre, par le séchage à l'aide des rayons infrarouge, par la méthode d'extraction par distillation.

Parmi ces méthodes la détermination des substances sèches par l'étuve à 105C° (la méthode de dessiccation) est la plus utilisée. Les matières sèches sont le résidu sec des produits alimentaires après l'évaporation de leur humidité qui sera la différence entre la masse finale et la masse initiale.[27] (Voir figure IV.4)



Figure IV.3. Une photographie du ketchup avant et après évaporation de l'humidité

Loi de calcul d'humidité totale :

Taux d'humidité (%) = ((masse initiale (g) – masse finale (g))/masse initiale (g))*100

F. Le taux de sucre

Il existe plusieurs méthodes de dosage des glucides, dans ce travail nous avons utilisés la méthode de G.BERTRAND.

Le principe de cette méthode repose sur l'emploi de la solution alcaline d'oxyde de cuivre dont l'excès est fait bouillir avec un volume connu de la solution du sucre à doser.

L'oxyde cuivreux ou oxydure (OCu₂) précipité est dosé volumétriquement à l'aide de la méthode de MOHR. L'oxydure est traité par une solution acide de sulfate ferrique.

OCu₂ se dissout à l'état SO₄ Cu, tandis qu'une proportion correspondante de sel ferrique passe à l'état de sel ferreux.



Chapitre IV : Matériels et méthodes

On dose ce dernier au permanganate de potassium. On calcule de Cu qui a été précipitée par le sucre en s'appuyant sur l'équation suivante :

$$m(\text{Cu}) = 5 \cdot V \cdot C \cdot M(\text{Cu})$$

Dosage des sucres réducteurs :

D'abord on prépare la (solution*) suivante :

- 5g de ketchup
- 20ml d'eau distillé
- 2ml HCL à 2.2N
- Homogénéisation de la solution
- Mettre la fiole dans un bain marie pendant 45 minutes à 75 C°
- Après 45 minutes, enlever la fiole du bain marie, laisse refroidir et ajouter 2 à 3 gouttes de phénol phtaléine.
- Avec la pro pipette Neutraliser avec NaOH à 2M jusqu'à avoir la couleur rose
- Compléter avec l'eau distillé jusqu'à 100ml.
- Dans un erlinmeyer mettre 10ml de liqueur de fihling A + 10 ml liqueur de fihling B + 10 ml de la solution * et porter à l'ébullition pendant 03 minutes exactement.
- Retirer du feu, laisser déposer le précipité de OCu_2 au fond de l'erlinmeyer en l'inclinant celui-ci sur un volet comme présent dans la figure IV.4



Figure IV.4. : Une photographie d'un erlinmeyer incliné pour déposition du précipité

- Filtration sur papier filtre après lavage 3 à 6 fois avec l'eau bouilli chaque lavage avec 20ml d'eau distillée chaude (voir figure IV.5).



Figure IV.5.: Une photographie lors de la filtration du précipité après chaque lavage à l'eau bouilli

- Changer l'erinmeyer pour le filtre et faire des lavages avec la solution ferrique 03 lavages chacun 10 ml.
- Remplir la burette avec la solution permanganate de potassium
- Faire le titrage avec la $KMnO_4$ et observer le point de changement de couleur [22].
- Marquer le volume, ensuite calculer le taux de sucre réduit par l'équation suivante :

D'abord déterminer dans la table de Bertrand (annexes 01) la valeur de sucre en mg, ensuite calculer le taux de sucre.

Exemple de calcul :

D'abord calculer le Cu précipité avec le sucre :

$$m(\text{Cu}) = 5 \cdot V \cdot C \cdot M(\text{Cu})$$

$$m(\text{Cu}) = 5 \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot 0.02 \cdot 63.5$$

Ensuite déterminer la valeur du sucre en mg dans la table de G. Bertrand

Exemple de calcul :

<u>SUCRE</u>	<u>CUIVRE</u>
mg	mg
10	20,4
11	22,4
12	24,3
13	26,3
14	28,3
15	30,3

Chapitre IV : Matériels et méthodes

Par exemple la valeur de $m(\text{Cu})$ trouvée :

$M(\text{Cu}) = (25.1\text{mg})$ se situe entre 24.3 et 26.3, calculer la valeur de m (sucre) par la méthode suivante :

$$\frac{26.3-24.3}{14-13} = \frac{25.1-24.3}{x-13}$$

$$X = 13.4\text{mg}$$

Calculer le taux de sucre par la loi suivante :

$$T_s(\%) = (x/1000) * (100/m_{\text{ketchup}}) * (100/10)$$

G. Détermination du taux de matière grasse

Elle est déterminée par la méthode de GERBER (acidobutyrométrie).

Le principe de cette méthode est qu'après la dissolution des protéines par acide sulfurique, et après ajout d'une quantité d'alcool iso amylique, la séparation de la matière grasse du ketchup est réalisée par centrifugation dans un butyromètre. Pour cela, nous avons suivi les étapes suivantes :

Mettre 01 g de l'échantillon de ketchup dans un butyromètre (voir figure IV.6).



Figure IV.6. Une photographie d'un butyromètre rempli de la solution

- Ajouter l'acide sulfurique jusqu'au sommet du godet.

Chapitre IV : Matériels et méthodes

- Mettre dans un bain marie pendant 30 minutes à 70 C°
- Enlever le butyromètre du bain marie et ajouter 01 ml de l'alcool isoamilique,
- Fermer et tourner le butyromètre cinq à six fois pour une bonne dissolution et homogénéisation
- Remettre dans le bain marie pendant 05 minutes à 65 C°
- Mettre dans une centrifugeuse de marque FUNKE GERBER pendant 10 minutes à chaud et remettre pour une dernière fois dans le bain marie pendant 05 minutes. [27] (Voir figure IV.7)



Figure IV.7. : Une photographie lors de la mise du butyromètre dans la centrifugeuse.

- Faire la lecture sur l'échelle du butyromètre

La teneur en matière grasse se calcule par l'équation suivante :

$$MG = (V_{sup} - V_{inf}) * 5$$

H. Mesure de la densité

La densité du ketchup représente la quantité de particules suspendues dans le sérum, en d'autres termes, le rapport à la phase liquide de la phase solide composée de particules insolubles des tomates. La méthode utilisée est la densitométrie.

La fiole utilisée s'appelle un pycnomètre. (Voir figure IV.8) elle est constituée d'un petit ballon d'environ 25ml sur lequel vient s'adapter un bouchon rodé creux surmonté d'un tube capillaire.

Lorsque l'on ajuste le bouchon sur la fiole, le trop-plein de liquide s'échappe par l'extrémité supérieure du tube et, dans la mesure où ce tube est très fin, le volume de liquide est déterminé avec une grande précision.

Chapitre IV : Matériels et méthodes

- D'abord mettre le pycnomètre ouvert dans l'étuve à 105C° pendant 15 minutes ;
- Après mettre le pycnomètre fermé dans un dessiccateur pour refroidissement, et ensuite le peser sur une balance magnétique adaptée ;
- Remplir le pycnomètre avec l'échantillon, remettre le bouchon et laisser sortir l'excès d'échantillon ;
- Peser le pycnomètre remplie. [27]

La détermination du taux de matière grasse se fait par simple lecture sur l'échelle du butyromètre :

La mesure de la densité s'appuie sur l'équation suivante :

$$\text{Densité} = \frac{\text{(masse pycnomètre remplie – masse pycnomètre vide)}}{\text{Volume du pycnomètre}}$$

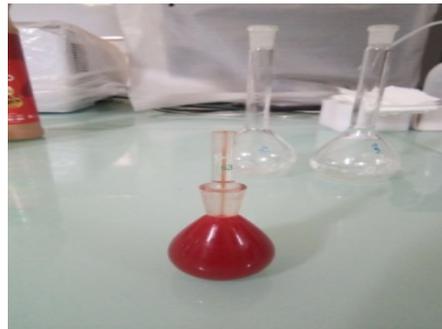


Figure IV.8.: Une photographie du pycnomètre remplie d'échantillon

I. Mesure de la viscosité apparente

La viscosité est un paramètre de qualité important pour les produits dérivés de tomates, la connaissance de cette propriété rhéologique des nourritures liquides et semi-solides est particulièrement importante pour régler les paramètres d'écoulement pendant la production.

Les données rhéologiques fiables et précises sont nécessaires pour installer et optimiser différentes opérations (pesé, mélange, chauffage, etc.) et pour assurer l'acceptabilité du produit.[25]

Pour réaliser ces tests de viscosité, le rhéomètre de couette cylindrique de marque HAAKE a été utilisé en travaillant avec température constante $T= 20\text{ C}^\circ$ et un taux de cisaillement $\gamma= 58.44\text{ s}^{-1}$ (Voir figure IV.9)



Figure IV.9. : Une photographie du viscosimètre de couette

La détermination de la viscosité s'effectue par la lecture sur le viscosimètre de couette à une température constante $T = 20\text{ C}^\circ$ et un taux de cisaillement $\dot{\gamma} = 58.44\text{ s}^{-1}$

IV.2.5.3 Analyses sensorielles

L'analyse sensorielle est extrêmement importante dans la fabrication d'un ketchup, car elle permet l'arrangement de beaucoup d'aspects, tels que l'intensité de douceur d'un composé par rapport au sucrose, profil typique de goût dans différents produits alimentaires, acceptabilité chez le consommateur et ainsi de suite.

A. Paramètres sensoriels

Dans notre travail, nous avons étudié les caractéristiques sensorielles suivantes :

Aspect : D'abord un contrôle primordial à coup d'œil pour déceler une anomalie sur l'échantillon si elle existe ensuite il faut distinguer si le produit est consistant ou liquide par la méthode simple d'écoulement du produit et aussi déterminer si le raffinage a été bien fait donc il faut pas trouver des particules.

Odeur : L'odeur du produit est détectée par les récepteurs olfactifs dans le nez si elle est agréable ou désagréable.

Chapitre IV : Matériels et méthodes

Saveur : Elle est détectée après la dégustation du produit par les bourgeons gustatifs de la bouche, les saveurs qu'on peut déceler sont le sucré, salé, acide, amère et piquant.

B. Déroulement de l'analyse

Le panel sensoriel est composé de dix assesseurs (sept femmes et trois hommes). Les assesseurs n'avaient aucun parfum, ils ne fumaient, ou n'avaient consommé aucune nourriture ou boissons qui pourraient influencer leur perceptions pendant une période d'une heure avant l'analyse.

Les échantillons ont été évalués sur : l'acceptabilité de la texture (aspect), le goût et l'odeur en utilisant une balance de cinq-point, où cinq correspond à l'excellence.

Echelle de dégustation

Note	Indication
01	Mauvais
02	acceptable
03	Bon
04	Très bon
05	Excellent

Chapitre IV : Matériels et méthodes

Fiche de dégustation

Nom du dégustateur :.....

Echantillons	Goût	Odeur	Aspect
01			
02			
03			
04			
05			
06			
07			
08			
09			
10			
11			
12			
13			
14			
15			

Une fois le test effectué, un jury calcul la moyenne des notes des dix dégustateurs pour chaque échantillon.

Chapitre IV : Matériels et méthodes

IV.2.5.4 Analyses microbiologiques

Les analyses microbiologiques sont indispensables afin de contrôler la qualité du produit fini.

On dissous 10g de l'échantillon dans 90ml du diluant TSE (Tryptone sel eau), sauf pour les salmonelles 25g d'échantillon dans 225 ml du TSE. Et on fait les analyses dans les conditions résumées dans le tableau IV.2.

Tableau IV.2.: Analyses microbiologiques effectuées

Microorganismes et bactéries	Milieu de culture	Période	Température
Germes aérobies	gélose	03 jours	30 °C
Coliformes totaux	Gélose VRBL	24h- 48h	30°C
Coliformes fécaux	Gélose VRBL	24h- 48h	44°C
Staphylococcus auréus	Soit sur Gelose Baird parker Soit sur bouillon (GC + tellurite de potssium)	24h- 48h	37°C
Clostridium S/R	Gélose VF		46°C→80°C → choc thermique
Levures/ Moisissures	Gélose OGA+oxytetracycline	3 – 5 jours	25°C
Salmonelles (25g)	Gélose SS	24h	37°C

Chapitre 05: résultats et discussions

V.1. Introduction

Notre partie expérimentale est articulée au tour de deux axes, la pré-formulation, qui est une étape incontournable lorsqu'on se lance dans le développement d'une nouvelle formulation, qui nous permettra de récolter un maximum d'information concernant le produit à formuler, et en deuxième lieu la formulation proprement dite, qui actuellement utilise les outils mathématiques et statistiques d'optimisation, tel que les plans d'expériences.

V.2. Pré-formulation

Lors de cette étape nous avons choisi de travailler sur trois différents ketchups industriels commercialisés en Algérie « Louis Martin », « ketchup kasbah » et « Daily sauce ».

V.2.1 Analyses physicochimiques des produits Ketchups

Les résultats des analyses effectuées sur les trois Ketchups sont résumés dans le **tableau V.1.** (Les résultats bruts, ainsi que les calculs sont présentés en annexe 2).

Tableau V.1. Résultats des analyses physicochimiques des trois ketchups commerciaux.

Produits à analyser	Acidité (%)	pH	°Brix (%)	Humidité (%)	Sel (%)	Sucre (%)	Matière grasse (%)	Densité	Viscosité Mpa.s
Ketchup 01	2.02	3.80	>32.00	70.76	10.07	6.10	0.00	1.38	1000.00
Ketchup 02	1.06	3.97	20.04	78.36	3.25	7.35	0.00	1.29	1100.00
Ketchup 03	1.65	3.90	27.60	62.36	6.19	9.29	0.00	1.34	660.00

En résumé :

- Le pourcentage massique du sucre est compris entre (6g et 10g)/ 100g de ketchup,
- Le pourcentage massique du vinaigre est compris entre (1g et 2g) / 100g de ketchup,
- La viscosité est comprise entre (660mpa.s) et (1100 mpa.s) à $\gamma = 58.44s^{-1}$ et $T = 20C$.
- La quantité d'eau et pH varient peu 70 % ± 8 et 3.9 respectivement.
- Absence de matière grasse.

Ces résultats serviront de base, pour le choix des facteurs à optimiser lors de la mise en place du plan d'expérience.

V.3. Formulation par les plans d'expériences

V.3.1. Réalisation des essais de la matrice d'expériences

A partir de la matrice d'expérience, on réalise les 15 essais (recettes) de ketchup. Ces derniers sont réalisés selon un protocole décrit en IV.2.3.2. Par suite, nous avons effectués deux analyses sur ces derniers ; La viscosité et l'analyse sensorielle. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau V.2.

Tableau V.2. La matrice d'étude complétée.

	Vinaigre %	Xanthane %	Sucre %	Viscosité (mpa.s) à 25C° et $\gamma=58.44s^{-1}$	Moyenne des caractères organoleptiques
01	4	1.1	4	715	1.80
02	9	1.1	4	415	2.03
03	4	1.1	10	600	2.40
04	9	1.1	10	620	2.03
05	4	0.5	7	210	1.76
06	9	0.5	7	145	2.00
07	4	1.7	7	1100	1.80
08	9	1.7	7	1100	2.56
09	6.5	0.5	4	185	1.96
10	6.5	0.5	10	230	2.13
11	6.5	1.7	4	1080	2.83
12	6.5	1.7	10	830	3.20
13	6.5	1.1	7	710	3.63
14	6.5	1.1	7	710	3.63
15	6.5	1.1	7	710	3.63

V.4. Analyse globale des résultats

V.4.1. Analyses statistiques

La figure V.4.1 représente un résumé des facteurs statistiques obtenus.

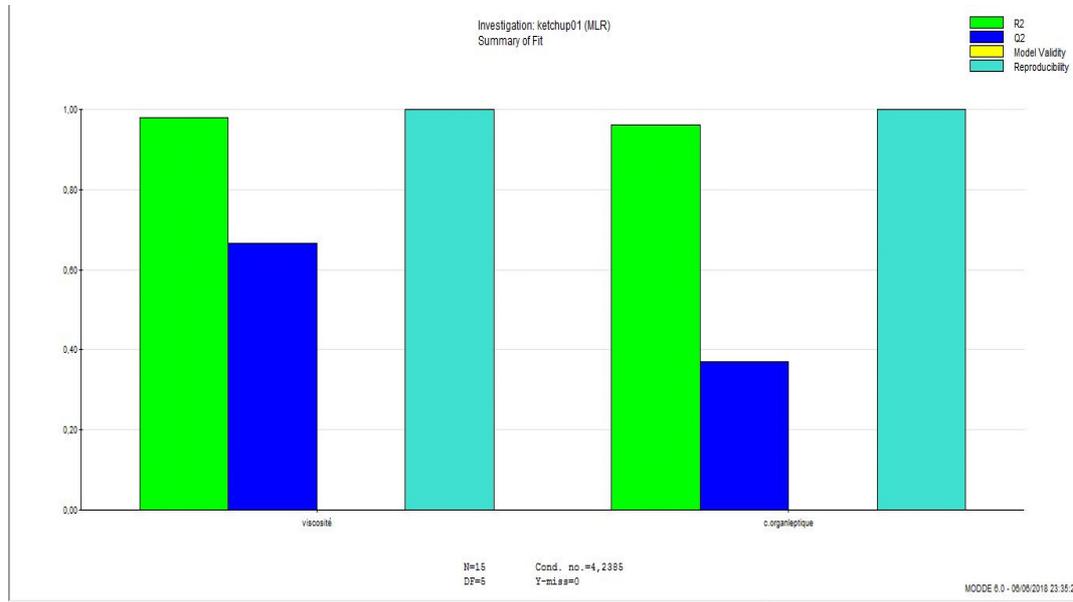


Figure V.1 Facteurs statistiques obtenus.

Pour mieux exploiter ces résultats, les valeurs numériques des caractéristiques statistiques les plus pertinents sont résumées dans le **Tableau V.3**.

Tableau V.3. Valeurs numériques des caractéristiques numériques.

Réponses	R ₂	Q ₂	Reproductibilité
Caractères organoleptiques	0.96	0.37	0.99
Viscosité	0.98	0.67	0.99

Les paramètres statistiques R₂ et Q₂ traduisent respectivement, l'explication et la prédiction du modèle associé aux résultats obtenus. Lorsque ces deux derniers tendent vers l'unité, le modèle associé explique la variation et prédit la réponse totalement. En revanche lorsque R₂ ou Q₂ tendent vers 0, alors le modèle ne peut être utilisé ni pour expliquer la variation ni la prédiction des réponses.

L'analyse de la variance (ANOVA) partitionne la variation totale de la réponse sélectionnée SS (Somme des carrés par rapport à la moyenne) en une partie dû au modèle de régression et l'autre partie dû aux résidus.

De ce fait il est important d'avoir pour une réponse donnée de bons coefficients de corrélation et de prédiction. Dans le cadre de cette étude d'optimisation, nous tiendrons compte des deux paramètres.

Du **tableau V.3** on déduit :

Pour la viscosité les deux paramètres $R^2=0.979$ et $Q^2= 0,665$ sont acceptables, cela veut dire que le modèle obtenu explique et prédit les pourcentages des facteurs (le sucre, le condiment et l'épaississant).

Pour les caractères organoleptiques les deux paramètres ont des valeurs $R^2 = 0,961$ et $Q^2 = 0,369$, cela veut dire que le modèle obtenu explique mais ne prédit pas avec certitude les valeurs optimisés.

Reproductibilité : pour les réponses nous avons une valeur très élevée (0,99), cela indique une maîtrise lors de la préparation du ketchup, étant donné que les paramètres figés, autres que ceux qui font l'objet du plan d'expérience, n'ont aucune influence sur les résultats obtenus.

V.4.2. Model mathématique proposé

Après modélisation le logiciel MODD 6, nous propose deux équations qui à Q^2 prédisent l'influence des facteurs utilisés sur les deux réponses choisies ;

Pour la viscosité :

$$y = a_0 + a_1x_2 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3.$$

$$y = 710 - 43.125x_2 - 14.375x_2 + 417.5x_3 - 32.5x_1^2 - 89.99x_2^2 - 38.74x_3^2 + 79.99x_1x_2 + 16.25x_1x_3 - 73.75x_2x_3.$$

Pour le caractère organoleptique :

$$y = a_0 + a_1x_2 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3$$

$$y = 3.63 + 0.083x_2 + 0.141x_2 + 0.341x_3 - 1.008x_1^2 - 0.558x_2^2 - 0.541x_3^2 - 0.15x_1x_2 + 0.083x_1x_3 + 0.050x_2x_3$$

Avec : x_1 : quantité de vinaigre (g) x_2 : quantité de sucre (g) x_3 : quantité xanthane (g)

V.4.3. Exploitation des résultats

On remarque que les essais 01, 05 et 07 ont les plus faibles valeurs en caractères organoleptiques, cela est due au fait que les dégustateurs n'ont pas été satisfaits du produit. Cela peut être expliqué par le fait que les deux facteurs qui influencent le goût (quantité de sucre et quantité du condiment) sont à leurs niveaux les plus bas.

V.4.4. Analyse des effets propres des facteurs sur les réponses

➤ Etudes des effets propres :

Les **figures V.2 et V.3** représentent respectivement les effets propres des facteurs sur la viscosité et les caractères organoleptiques.

Il y a des facteurs qui ont une influence positive sur les réponses (barre dirigée vers le haut), et ceux qui influent négativement sur ces réponses (barre dirigée vers le bas).

Aussi, plus le facteur est intense, plus il aura une influence importante sur les réponses.

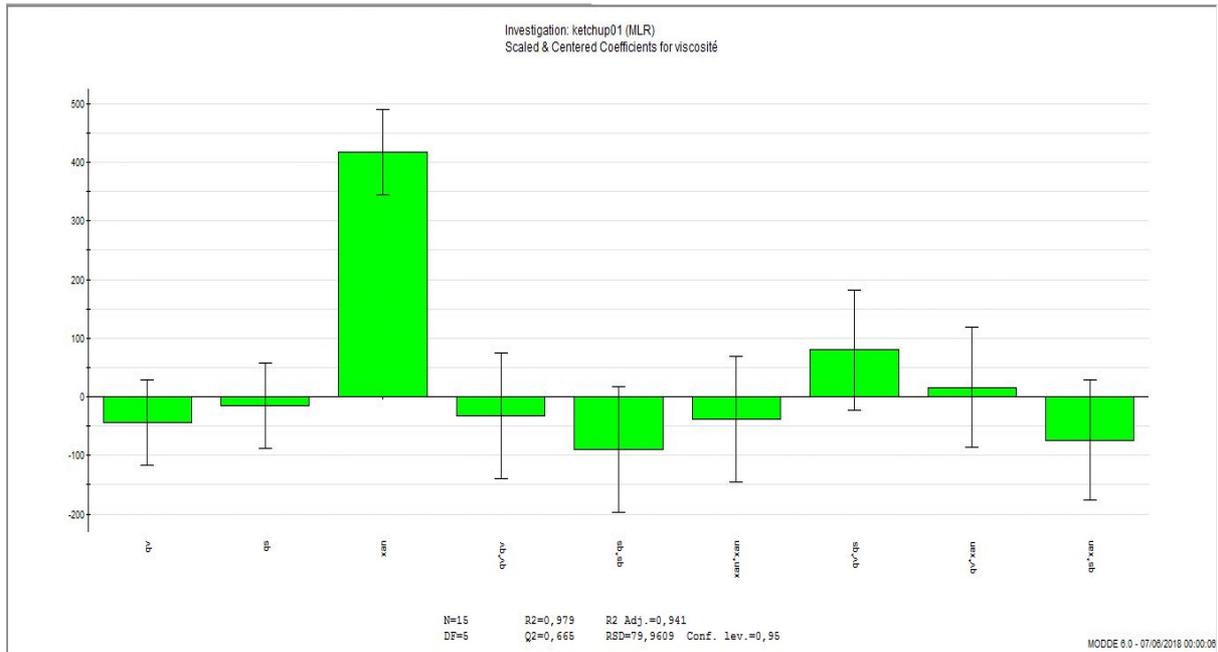


Figure V.2. Histogramme représentant l'influence des facteurs sur la viscosité.

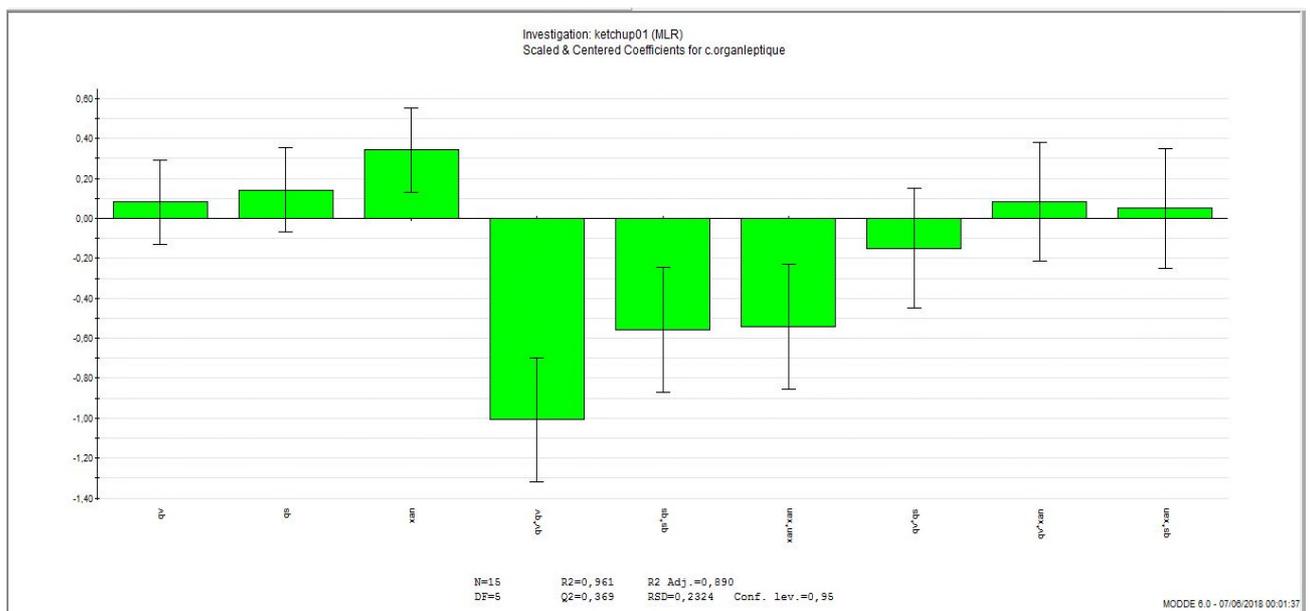


Figure V.3. Histogramme représentant l'influence des facteurs sur les caractères organoleptiques.

La figure V.2 montre que :

Les interactions entre l'eau, sucre et xanthane sont à l'origine du comportement rhéologique de ces macromolécules dans les préparations alimentaires où elles sont ajoutées.

Le xanthane influence positivement, car il présente une croissance significative de la viscosité du ketchup, cela peut être expliqué par le fait que le xanthane une fois en solution crée un réseau polymérique qui épaissit la dite solution. D'ailleurs, N. Singh *et al*, ont démontré dans leurs travaux ce caractère pseudo plastique du xanthane [25].

Le sucre et le vinaigre influencent négativement sur la viscosité cela peut être expliqué par le fait qu'il y'aura un effet de compétition entre les molécules de xanthane et celles du sucre ou d'acide acétique (composé du vinaigre), en d'autre terme, les interactions eau-sucre et eau-acide acétique affaiblissent et diminuent les interactions « xanthane-eau », ayant comme conséquence, la diminution de la quantité de xanthane dissoute et par suite la diminution de la viscosité.[25]

L'effet d'interaction « vinaigre - sucre » est positif sur la viscosité du ketchup, cela peut être expliqué par le fait que les molécules du sucre s'associent avec celles du vinaigre et offrent plus de chance aux molécules de xanthane pour se dissoudre, augmentant ainsi, la viscosité du ketchup.[21]

L'effet des interactions « xanthane - sucre » est considérablement négatif, ceci confirme les explications données plus haut, et indique que l'affinité vis-à-vis d'un milieu aqueux du xanthane est moins importante que celle du sucre. La littérature indique que d'une manière générale le saccharose à une solubilité aqueuse avoisinant les 2Kg/l, et étant donné que le xanthane est un polymère de saccharose (plusieurs unités liées entre elles), sa solubilité sera plus faible que le monomère [25].

La figure V.3 montre que :

Le vinaigre et le sucre influent positivement sur le caractère organoleptique et cela indique que le panel sondé a une sensibilité positive vis-à-vis du goût sucré-acide du ketchup.

Le xanthane influence positivement et de manière plus importante que le sucre et le vinaigre, cela s'explique par le fait que le panel sondé, a une préférence pour un ketchup d'une consistance assez importante. De plus cette caractéristique est primordiale au niveau industriel, car pour qu'une préparation de ketchup puisse être conditionnée, elle ne doit pas être trop liquide.

Quand on double la quantité du vinaigre, sucre ou bien du xanthane on aura une influence négative sur les caractères organoleptiques. Cela, s'inscrit dans la continuité des résultats obtenus, car cela indique que dépassé une certaine limite (domaine qui sera déterminé par les courbes iso-variances) un goût trop sucré, trop acidulé et/ une consistance trop solide ne plaie pas au panel de dégustateur étudié.

V.5. Détermination et validation de l'optimum

En introduisant les valeurs cibles dans le logiciel (Tableau V.4) :

- Viscosité : 880 mpa.s

- Caractères organoleptique : 3.73

Et en utilisant les équations de modélisation, ce dernier nous propose un optimum et un domaine d'optimalité.

Tableau V.4. Valeurs cibles de la viscosité et des caractères organoleptiques.

	Response	Criteria	Weight	Min	Target	Max
1	viscosité	Target	1	660	880	1100
2	c.organoleptique	Maximize	1	3,53625	3,73041	

V.5.1 Détermination de l'optimum

Le but de cette étape de travail est de déterminer une formulation optimale avec la contrainte qui présente les mêmes caractéristiques organoleptiques et de viscosité que le produit pris comme référence.

D'après les résultats de viscosité et les moyennes des résultats organoleptiques, la formulation optimale correspondra à la position optimale des facteurs de formulation considérés à savoir : la quantité de sucre, du condiment et la quantité d'épaississant susceptibles de conférer aux grandeurs observées que sont les réponses : la viscosité et les caractères organoleptiques, des valeurs cibles en utilisant les techniques d'optimisation des réponses.

Une fois la formulation optimale déterminée, il s'agira de réaliser des essais de confirmation tout en utilisant les valeurs optimales obtenues et dans des conditions aseptiques afin d'éviter la contamination bactériennes. Les quantités du vinaigre, sucre et épaississant optimales sont résumées dans le tableau V.5.

Tableau V.5. Détermination de l'optimum.

quantité vinaigre	quantité sucre	xanthane	viscosité	c.organleptique	iter	log(D)
6,5816	7,4102	1,3684	880,009	3,692	143	-1,7075
6,6315	7,4569	1,302	836,682	3,7	57	-1,4998
6,604	7,3997	1,3691	880,405	3,692	120	-1,7088
6,6137	7,404	1,29	830,281	3,7003	65	-1,425
6,5	7	1,34	870,8	3,6833	0	-1,5189
6,5	7	1,34	870,8	3,6833	0	-1,5189
6,5	7	1,34	870,8	3,6833	0	-1,5189
6,5	7	1,34	870,8	3,6833	0	-1,5189

Ainsi, l'optimum pour une formulation de 100g est obtenu lorsque les facteurs prennent les valeurs suivantes :

Quantité du vinaigre : 6.7 g, quantité du sucre : 7.4g et Quantité du xanthane : 1.37g.

V.5.2 Validation de l'optimum

L'intérêt de cette étape est de valider expérimentalement la solution retenue en vérifiant sa conformité aux exigences alimentaires. Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées pour la recette optimale du ketchup sont résumés dans le tableau V.6.

Tableau V.6. Analyses physico-chimiques de la formulation optimale.

V.6. Comparaison des résultats de la formulation optimale aux résultats du ketchup de pré formulation

a) Analyses physicochimiques

	Acidité (%) Teneur en %	pH	Brix° (%)	Humidité (%)	Sel (%)	Sucre (%)	Matière grasse (%)	densité	Viscosité Mpa.s
formulation optimale du ketchup	0.87	3.80	14,00	70.76	2.93	6.78	0	1.02	800

Le produit nommé ketchup optimal sera comparé aux ketchups, de façon à montrer s'il préserve les mêmes caractéristiques physico-chimiques.

1. En ce qui concerne l'acidité A=0.898%, on constate que notre produit à une acidité plus faible que celle des ketchups commercialisés, ce résultat peut avoir un impact

direct sur la durée de conservation de notre produit, d'où l'utilité de faire une étude de stabilité en temps réel.

2. Pour le brix $Bx^{\circ}=14\%$, on constate qu'on est en dessous des brix des ketchups de pré formulation, cela peut être dû au fait que la matière première (concentré de tomate) que l'on a utilisé contenait moins de tomate que celui utilisé par les industriels.
3. En ce qui concerne la teneur en sel $T_{NaCl}=2.93\%$, on est très proche de la moyenne, de plus 3% est une quantité qui permet même aux personnes ayant un souci de tension artérielle de consommer notre produit. De même, un taux de glucose (sucres totaux) $S_T= 6.78\%$, est proche du taux moyen des échantillons étudiés lors de pré formulation et permet aux personnes diabétiques de le consommer.
4. Notre produit, comme ceux étudiés a un taux de matière grasse nul, cela était prévisible car il n'y a pas de source de matière grasse dans toutes les matières premières utilisées.
5. En dernier, la viscosité du ketchup optimal est $\mu=800$ mpa.s, cette dernière est proche de la moyenne des viscosités des ketchups de pré formulation. De plus, le fait d'avoir utilisé du xanthane, nous permet d'obtenir un comportement caractéristique du ketchup, à savoir fluidification à l'effort et durcissement au repos.

b) Analyses sensorielles

Après l'analyse de notre préparation optimale, on constate que :

La couleur du ketchup optimal n'est pas vraiment franche et caractéristique ce qui est due à l'absence du colorant alimentaire et à la concentration à l'air libre. Cela dit, l'aspect paraît meilleur, car le ketchup optimal préparé est plus consistant et mieux homogène que ceux de pré formulation. Concernant, l'odeur et la saveur, le produit a reçu une très bonne appréciation par tous les jurys de dégustation.

c) Analyse microbiologique

Tableau V.7 : tableau résumant les résultats d'analyses microbiologiques

Le ketchup peut devenir le siège d'un développement de levures et de moisissures. Les bactéries souvent responsables d'altération du goût et de l'odeur de ce produit et de la production de gaz, elles peuvent être détruites par chauffage à 85C° pendant 02 minutes.

Le ketchup renferme en général du sel à une concentration de 1,5% à 03%, et du sucre à une concentration qui peut atteindre 15%. L'action combinée de ces deux agents empêche le développement de nombreux microorganismes et offre une très bonne conservation du produit. Il est aussi à signaler que le « ketchup » avec son pH inférieur à 4.5 nous pousse à utiliser la pasteurisation car la plupart des microorganismes ne se développent pas et d'autre part cette opération permet à ce produit de lui faire garder au maximum ces caractéristiques organoleptiques et nutritives [18].

M.organismes	Germes aérobies à30°	Coliformes totaux à 30°	Coliformes fécaux à44°	Staphylococcus aureus à 37°	Clostridium à 40°	Levures / moisissures à 25°	salmonelle
Normes	≤10 ⁵	Abs	abs	abs	abs	abs	abs
Echantillon 01	99	Abs	Abs	abs	abs	abs	abs
Echantillon 02	100	Abs	Abs	abs	abs	abs	abs
Echantillon 03	100	Abs	Abs	abs	abs	abs	abs
Echantillon 04	101	Abs	Abs	abs	abs	abs	abs
Echantillon 05	97	Abs	Abs	abs	abs	abs	abs

Les résultats d'analyses microbiologiques sont satisfaisants, dans le sens ou nous remarquons l'absence de germes pathogènes, signe de propreté et garanti de qualité.

Compte aux germes aérobies, leurs présences restent dans les normes fixées par le Journal Officiel Algérien (JORA), ce qui présume d'un temps de conservation assez long.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce travail, on s'est fixé l'objectif de développer une nouvelle formule de ketchup par les plans d'expériences, et par la même occasion on voulait déterminer les facteurs qui influencent la qualité du produit et étudier leurs impacts sur ce dernier.

Pour atteindre le but fixé, une démarche méthodologique fut adoptée, nécessitant le passage par un enchaînement d'étapes aussi importantes les unes que les autres :

Après une recherche bibliographique assidue et une étude de pré formulation, nous avons choisi de retenir comme facteurs à optimiser : Les quantités en sucre, vinaigre et épaississant. Par suite, nous avons opté pour la viscosité et le caractère organoleptique comme réponse de notre plan d'expérience ou en d'autre terme comme paramètres garants de la qualité du ketchup.

Le plan D-optimal, nous a proposé 15 essais dont trois de répétition. Après les avoir réalisés, nous avons déterminé pour chacun d'entre eux, sa viscosité et ses caractères organoleptiques. Le MODD 6.0, nous a permis de d'obtenir les conditions optimales de la fabrication de notre ketchup. Ainsi, pour obtenir 100 g de ketchup, les quantités optimales des ingrédients seraient : 7.4 g de sucre, 6.7 g de vinaigre et 1.37g de xanthane : 1.37g

L'étude des effets des facteurs sur les réponses du plan d'expérience, nous a permis de comprendre l'effet de chaque ingrédient sur la qualité organoleptique et la viscosité de notre produit.

Des essais de validation de la préparation optimale ont été satisfaisants, dans le sens où : les résultats de l'analyse physicochimique sont conformes à la norme du JORA et sont pour la plus part assez proches de ceux des produits commercialisés.

Conclusion générale

Enfin, les résultats microbiologiques ont été satisfaisants, car notre produit ne contenait que des germes aérobies non pathogènes en quantité tolérée par le JORA.

En guise de perspectives, il serait intéressant d'enrichir et compléter ce travail en :

- Faisant une étude de stabilité en temps réelle pour déterminer la date limite de conservation (DLC),
- Utilisant comme matière première de la tomate locale fraîche,
- Ajoutant d'autres condiments, pour obtenir différents goûts : piquent, thon, barbecue...

Bibliographie

- [1] Aurdroing, J-F.(1995), « Les industries agroalimentaires », Ed Economica, paris
- [2] Sahin,A., Ozdemir, F.,(2004), « Effect of some hydrocolloids on the rheological properties of different formulated ketchups ». *Food hydrocolloids*, 18, p(1015–1022).
- [3] Atherton,J., Rudich,S. (1986), “The tomato crop: a scientific basis for improvement ” 186, p (56).
- [4] Madr, H., (2009), (Ministère de l’agriculture et du développement rural), Direction des statistiques.25, p(4-12)
- [5] Degrou A.E., (1998), « Etude de l’impact des procédés de transformation sur la diffusion des caroténoïdes : Cas du lycopène de la tomate », 15, p(190),
- [6] De Broglie L. A., Guérout D., (2005) « Tomates d'hier et d'aujourd'hui », 280, p(97).
- [7] Degioan, G., (1997), « La tomate », 14, P(115).
- [8] Shankara N., Lidt, J-F., Goffa, M., Hilmi, M., V. Damla, B., (2005), « Culture de la tomate (production, transformation et commercialisation », Ed ISBN Agromisa, 20, p(84-97)
- [9] Davies, J-N., Hobson, G-E., (1981), “The constituents of tomato fruit - the influence of environment, nutrition, and genotype”, *CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 15, p(205-280).
- [10] Beecher, G-R., (1998), “ Nutrient content of tomatoes and tomato products”. *Proc. Soc. Exp. Biol. Med.* 218, p(98–100).
- [11] Rutledge, A-D., (1999), « Experiences with conservation tillage vegetables in Tennessee » *Hort Technology*, 3,p(366-372)
- [12] Benard, C., Gautier, H., Bourgaud, F., Grasselly, D., Navez, B., Caris-Veyrat, C., Weiss, M., Genard, M., (2009), “ Effects of low nitrogen supply on tomato (*Solanum lycopersicum*) fruit yield and quality with special emphasis on sugars, acids, ascorbate, carotenoids, and phenolic compounds.” *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 57, p(4112-4123).
- [13] Hayes, W.A., Smith, P.G., Morris, A.E.J., (1998), “The production and quality of tomato concentrates”, *Critical review in Food science and nutrition*, 38, p(58-76).

Bibliographie

- [14] Berthouzoz, J., (2009), « validation des points de maitrise pour la production de ketchup », (160), p(10).
- [15] DECOSTERD, S.,(2009), « Fiche de produit *TOMATO KETCHUP « HOT »*, Reitzel », Suisse.
- [16] Rao, A-W., Waseem, Z., Agarwal, S., (1998), « Lycopene content of tomatoes and tomato products and their contribution to dietary lycopene », *Food Research International* 31 (10), p(737–741).
- [17] Varela, P., Gambaro, A., Gimenez, A.M., Duran, I., Lema, P., (2003), « Sensory and Instrumental Texture Measures on Ketchup Made with Different Thickeners », *Journal of Texture Studies*, 34, p(317–330).
- [18] JEANTET, R., (2006), « Stabilisation biologique et physicochimique, Destruction des micro-organismes à température constante » *Science des aliments*, chapitre 6.1, TEC&DOC, Lavoisier, Paris, 1, p (279 - 285).
- [19] Zouari, N., Ayadi, M.A., Hadj-Taieb, S., Frikha, F., Attia, H., (2012), « Whey powder, carrageenan, and fat interactions and their influence on instrumental texture and sensory properties of turkey meat sausage using a mixture design approach », *International Journal of Food Properties*, 15, p(1233–1246).
- [20] FATMI, S.,(2010), « Formulation et optimisation d'un comprimé à effet retard », mémoire de magister, université Houari Boumedién, Algérie.
- [21] Pangborn, N. (1963), "Relative taste intensities of selected sugars and organic acids", *J. Food ; Sci.* 28,
- [22] Chinachoti, P., (1990), "A model for quantitating energy and degree of starch gelatinization based on water, sugar and salt contents", *J. Food Sci.* 55, p(543-546).
- [23] Wootton, A., Bamunuarachchi, J., (1980), (Application of differential scanning calorimetry to starch gelatinization . Effect of sucrose and sodium chloride.) 32, p(126).
- [24] Pangborn, A., (1963), "Relative taste intensities of selected sugars and organic acids", *J. Food ; Sci.* 28, 726 -331, sugar and salt contents, *J. Food Sci.* 55, p(543-546).
- [25] Koocheki, A., Ghandi, A., Razavi, S.M.A., Mortazavi, S.A., Vasiljevic, T. (2009), « The Rheological Properties of Ketchup as a Function of Different Hydrocolloids and Temperature. *International Journal of Food Science and Technology* », 44, p(596–602).

Bibliographie

- [26] Mamur,S., Yüzbaşıoğlu, D., Ünal, F., Yılmaz,S., (2010) « *Does potassium sorbate induce genotoxic or mutagenic effects in lymphocytes?* », *Toxicology in Vitro*, 24,p((794–790
- [27] Cortopassi-Laurino, M., Gelli,DS., (1991), (Analyse pollinique, propriétés physico-chimiques et action antibactérienne des miels d'abeilles africanisées *Apis mellifera* et de Méliponinés du Brésil). INRA 22, p(61-73)

Annexes

Annexe 01 : Analyse du sucre par la méthode de BERTRAND

Tableau : table de conversion du glucose en mg

glucose en mg	cuivre en mg	glucose en mg	cuivre en mg	glucose en mg	cuivre en mg
10	20,4	40	77,5	70	129,8
11	22,4	41	79,3	71	131,4
12	24,3	42	81,1	72	133,1
13	26,3	43	82,9	73	134,7
14	28,3	44	84,7	74	136,3
15	30,2	45	86,4	75	137,9
16	32,2	46	88,2	76	139,6
17	34,2	47	90,0	77	141,2
18	36,2	48	91,8	78	142,8
19	38,1	49	93,6	79	144,5
20	40,1	50	95,4	80	146,1
21	42,0	51	97,1	81	147,7
22	43,9	52	98,9	82	149,3
23	45,8	53	100,6	83	150,9
24	47,7	54	102,3	84	152,5
25	49,6	55	104,1	85	154,0
26	51,5	56	105,8	86	155,6
27	53,4	57	107,6	87	157,2
28	55,5	58	109,3	88	158,8
29	57,2	59	111,1	89	160,4
30	59,1	60	112,8	90	162,0

Annexes

Annexes 02 : analyses physicochimiques de pré formulation

Tableau V.1 Tableau récapitulatif des résultats physicochimiques effectués aux produits de pré formulation :

Produits à analyser	Nombre d'échantillon	Acidité (%)		pH	Brix° (%)	Humidité (%)	Sel (%)		Sucre (%)		Matière grasse (%)	densité	Viscosité Mpa.s
		Volume NaOH (ml)	Teneur en %				Volume AgNO ₃ (ml)	Teneur en %	Volume KMnO ₄ (ml)	Teneur en glucose			
Produits de pré formulation	Ketchup 01	7.2	2.016	3.80	>32	70.76	86.4	10.069	9.8	6.1	0	1.376	1000
	Ketchup 02	3.8	1.064	3.97	20.04	78.36	28.1	3.246	11.3	7.35	0	1.287	1100
	Ketchup 03	5.9	1.652	3.90	27.6	62.36	53.3	6.19	14.1	9.29	0	1.336	660

Annexes

Annexe 03 :

Tableau V.5.2 : Résultats physico-chimiques de la formulation optimale

Produits à analyser	Nombre d'échantillon	Acidité (%)		pH	Brix° (%)	Humidité (%)	Sel (%)		Sucre (%)		Matière grasse (%)	densité	Viscosité Mpa.s
		Volume NaOH (ml)	Teneur en %				Volume AgNO ₃ (ml)	Teneur en %	Volume KMnO ₄ (ml)	Teneur en glucose			
Produits de formulation optimale	01	3.1	0.868	3.80	14	70.76	25.4	2.93	10.5	6.78	0	1.022	800

Annexes

Résumé :

Le but de ce travail est le développement d'une nouvelle formulation de ketchup par les plans d'expériences, et par la même occasion la détermination des facteurs qui influencent la qualité du produit et l'étude de leurs impacts sur ce dernier.

Nous avons commencé par une pré formulation en effectuant des analyses physico-chimiques sur trois ketchups commercialisés en Algérie.

Afin de minimiser le nombre des expériences trois facteurs ont été choisis (quantité de vinaigre, quantité de sucre et quantité de xanthane), alors que les autres ingrédients (sel, épices, sauce tomate et l'eau (QSP)) avec deux réponses (la viscosité et les caractères organoleptiques) ont été fixés. Et comme notre travail est une optimisation nous avons choisi le plan D-optimal et le logiciel MODDE pour faciliter l'optimisation.

Après avoir obtenu une matrice qui comporte 15 essais, nous avons préparé 15 formulations et ensuite on a effectué des analyses sensorielles à l'aide d'un panel de 10 personnes sur les caractéristiques (odeur, saveur et aspect) et aussi des analyses de viscosité.

Par suite nous avons réalisé et analysé la formulation optimale obtenue et nous l'avons validée par des analyses physico-chimiques, sensorielles et microbiologiques.

Mots-clés : ketchup, plans d'expérience, D-optimale, tomate, analyses physico-chimiques, analyses sensorielles, analyses microbiologiques

Abstract :

The aim of this work is the development of a new formulation of ketchup by the experimental designs, and consequently occasion the determination of the factors which influence the quality of the product and studies it of their impact on this last.

We started with a pre formulation by carrying out physicochemical analyzes on three ketchups marketed in Algeria.

In order to minimize the number of the experiments three factors were selected (quantity of vinegar, quantity of sugar and quantity of xanthane), whereas the other ingredients (salt, spices, tomato sauce and water (QSP)) with two answers (viscosity and organoleptic characters) were fixed. And as our work is an optimization we chose the D-optimal plan and software MODDE to facilitate optimization.

After having obtained a matrix which comprises 15 tests, we prepared 15 formulations and then one carried out sensory analyzes using a panel of 10 people on the characteristics (odor, savor and aspect) and also of the analyzes of viscosity.

Consequently we realized and analyzed the optimal formulation obtained and we validated it by physicochemical, sensory and microbiological analyzes.

Key words: ketchup, experimental designs, D-optimal, tomato, analyzes physicochemical, sensory analyzes, microbiological analyzes