

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane MIRA de Bejaïa
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires

Mémoire de fin de cycle

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Biotechnologie
Agro-ressource, Aliment et Nutrition
Option : Sciences des Alimentaires*



THEME

Analyses physico-chimiques et microbiologiques de quelques boissons non réglementées

Présenté par :

M^{elle} GHEDJGHOUDJ CHABHA

M^{elle} HADDAB IMENE

Membres de jury :

Président : *M^r BOUDRIES.H*

Promoteur: *M^r MANSOURI*

Promoteur: *M^r MOUSSI.K*

Co-promoteur: *M^r MADANI*

Examinatrice 1: *M^{me} TAMENDJARIS*

Examineur 2: *M^r BACHIR BEY.M*

2012/2013

REMERCIEMENT

*Au nom d'Allah le plus grand merci lui revient de nous avoir aidées
tout au long de ce travail.*

*Nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères et les plus
profonds aux personnes qui nous ont apporté leur aide et qui ont
contribué à l'élaboration de ce mémoire ainsi qu'à la réussite de nos
études universitaires.*

*On tient dans un premier temps à remercier M^r MOUSSI et M^r
MADANI qui ont encadré notre travail.*

*Nos remerciements s'adressent également au chef du laboratoire
QUALILAB, à M^r Mansouri et M^{me} Mansouri, ainsi qu'à toute
l'équipe de laboratoire qui nous a beaucoup aidés : Salima, Fouzia,
Samia, Fahima, Hassiba et Razika, pour leur aide, et leurs conseils.*

Enfin nous tenons à remercier l'ensemble des membres de jury :

*M^r BOUDRIES.H, M^{me} TAMENDJARI.S et M^r BACHIR.BEY.M
d'avoir accepté d'être member de jury*

Dédicace

Dédicace

 Je dédie ce mémoire à ... 

A la mémoire de mes chères grands-mères.

A mon grand-père

A mes très chers parents qui ont toujours été là pour moi, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance. J'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute ma reconnaissance et tout mon amour.

A mes chers frères : Mazigh et Massi.

A mes tantes et à mes oncles.

A mes cousins et cousines et à toute ma famille.

A mes meilleurs amis

A mon binôme Iméne qui a partagé avec moi les moments difficiles de ce travail et à sa famille.

*******СНАВНА*******

Dédicace

Dédicace



Je dédie ce mémoire à ... ✍️

Mes chers parents qui se sont sacrifié pour que je réussisse dans les études et je leurs exprime toute ma tendresse et ma reconnaissance.

A mes deux frères

A mes grands parents

A la mémoire de mon grand père "Hamou" et grande mère "Nouara"

A ma chère tante Ghania

A ma meilleure amie Sarah et tous mes amis

A mes oncles, tantes, cousins, cousines et toute ma famille.

A ma binôme chabha qui a partagé avec moi les moments difficiles de ce travail et à sa famille.

***** **IMENE** *****

Liste des abréviations

Aw : Activité de l'eau.

AFNOR : Agence Française de Normalisation.

BP : Baird Parker.

CEN : Comité Européen de Normalisation.

E.D.T.A. : Acide Ethylène Diamine Tétracétique.

EPIC : Etablissement Public à Caractère Industriel et Commercial.

FAO : L'Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (Food and Agriculture Organisation of the United Nations).

GN : Gélose Nutritive.

IANOR : Institut Algérien de Normalisation.

ISO : Organisation Internationale de Normalisation.

JORA : Journal Officiel de la République Algérienne.

MGLA : Matière Grasse de Lait Anhydre.

NGAA : Normes Général Codex pour les Additifs Alimentaires.

OGA : Gélose Glucosée à l'Oxytétracycline (Oxytetracycline-Glucose-Yeast Extract Agar).

OMS : Organisation Mondiale de la Santé.

PH : Potentiel Hydrogène.

SFB : Bouillon au Sélénite de Sodium.

SS : Gélose Salmonella-Shigella.

UFC : Unité Formant Colonie.

VRBL : gélose Lactosée Biliée au Cristal Violet et au Rouge neutre.

LISTE DES FIGURES

| | | |
|---------------------|--|----|
| Figure N°1 : | Aspect du champ de vision observable dans l'oculaire..... | 26 |
| Figure N°2 : | Schéma représentatif du dénombrement des coliformes..... | 36 |
| Figure N°3 : | Schéma représentatif du dénombrement des levures et moisissures. | 37 |
| Figure N°4 : | Schéma représentatif du dénombrement des levures osmophiles.... | 38 |

LISTE DES TABLEAUX

| | | |
|-----------------------|--|----|
| TABLEAU I : | La composition chimique moyenne de 100ml du lait..... | 5 |
| TABLEAU II : | Paramètres physico-chimiques du lait pasteurisé..... | 8 |
| TABLEAU III : | Paramètres physico-chimiques des eaux fruitées..... | 9 |
| TABLEAU IV : | Paramètres microbiologiques du lait pasteurisé..... | 12 |
| TABLEAU V : | Paramètres microbiologiques de l'eau fruitée..... | 13 |
| TABLEAU VI : | Méthodes d'analyse des paramètres physico-chimiques de l'eau fruitée lactée..... | 29 |
| TABLEAU VII : | Méthodes d'analyse des paramètres microbiologiques de l'eau fruitée lactée..... | 39 |
| TABLEAU VIII : | Résultats d'analyses physico-chimiques du lait pasteurisé..... | 40 |
| TABLEAU IX : | Résultats d'analyses physico-chimiques des eaux fruitées..... | 41 |
| TABLEAU X : | Résultats d'analyses physico-chimiques des eaux fruitées lactées..... | 42 |
| TABLEAU XI : | Résultats d'analyses microbiologiques du lait pasteurisé..... | 44 |
| TABLEAU XII : | Résultats d'analyses microbiologiques des eaux fruitées (orange)..... | 45 |
| TABLEAU XIII : | Résultats d'analyses microbiologiques des eaux fruitées (cocktail)..... | 46 |
| TABLEAU XIV : | Résultats d'analyses microbiologiques des eaux fruitées (cocktail)..... | 46 |
| TABLEAU XV : | Résultats d'analyses microbiologiques des eaux fruitées lactées..... | 47 |

SOMMAIRE

| | |
|---|----|
| Introduction..... | 1 |
| PARTIE THÉORIQUE | |
| I. Dispositifs réglementaires..... | 2 |
| I-1. Historique..... | 2 |
| I-2. Généralités sur les normes..... | 2 |
| I-2-1 Définition d'une norme..... | 2 |
| I-2-2. Comment prouver la conformité aux normes | 3 |
| I-2-3. La différence entre une norme et une réglementation | 3 |
| I-3. Présentation des principaux organismes intervenant dans la normalisation.... | 3 |
| I-3-1. Le Codex Alimentarius..... | 3 |
| I-3-2. Organisation Internationale de Normalisation (ISO)..... | 4 |
| I-3-3. Agence Française de Normalisation (AFNOR) | 4 |
| I-3-4. Institut Algérien de normalisation (IANOR) | 4 |
| II. Généralités sur quelques produits à étudier..... | 5 |
| II-1. Définition et caractéristiques | 5 |
| II-1-1. Définition et caractéristiques du lait reconstitué pasteurisé | 5 |
| II-1-2. Définition et caractéristiques des eaux fruitées..... | 6 |
| II-1-3. Définition et caractéristiques des eaux fruitées lactées..... | 6 |
| II-2. Classification des produits alimentaires selon le codex alimentarius | 7 |
| II-2-1. Système de classification du lait reconstitué pasteurisé | 7 |
| II-2-2. Système de classification des eaux fruitées et eaux fruitées enrichies en lait | 7 |
| III. Paramètres de contrôle des produits étudiés..... | 8 |
| III-1- Les paramètres du contrôle physico-chimique | 8 |
| III-1-1. Les paramètres physico-chimiques exigés par la réglementation Algérienne..... | 8 |
| III-1-2. Caractéristiques des paramètres physico-chimiques recherchés..... | 8 |
| III-2- Les paramètres de contrôle microbiologique..... | 12 |
| III-2-1. Les paramètres microbiologiques exigés par la réglementation algérienne.. | 12 |
| III-2-2. Caractéristiques des germes recherchés..... | 13 |

PARTIE PRATIQUE

| | |
|---|----|
| I. Présentation du laboratoire QUALILAB | 17 |
| I-1.Présentation du laboratoire QUALILAB | 17 |
| I-2. Situation géographique | 17 |
| I-3.Description du laboratoire QUALILAB..... | 17 |
| II. Matériels et méthodes..... | 19 |
| II-1. Analyses physico-chimiques..... | 19 |
| II-1-1. Préparation de l'échantillon..... | 19 |
| II-1-2. Analyses physico-chimiques du lait..... | 19 |
| II-1-3. Analyses physico-chimiques des eaux fruitées..... | 23 |
| II-1-4. Analyses physico-chimiques des eaux fruitées lactées..... | 29 |
| II-2. Analyses microbiologiques..... | 32 |
| II-2-1. Analyses microbiologiques du lait pasteurisé..... | 32 |
| II-2-2. Analyses microbiologiques des eaux fruitées..... | 35 |
| II-2-3. Analyses microbiologiques des eaux fruitées lactées..... | 39 |
| III. Résultats et interprétation | 40 |
| III-1. Les résultats des analyses physico-chimiques..... | 40 |
| III-1-1. Résultats des analyses physico-chimiques du lait | 40 |
| III-1-2. Résultats des analyses physico-chimiques des eaux fruitées | 41 |
| III-1-3. Résultats des analyses physico-chimiques des eaux fruitées lactées | 42 |
| III-2. Les résultats des analyses microbiologiques..... | 44 |
| III-2-1. Résultats des analyses microbiologiques du lait..... | 44 |
| III-2-2. Résultats des analyses microbiologiques des eaux fruitées..... | 45 |
| III-2-3. Résultats des analyses microbiologiques des eaux fruitées lactées | 47 |
| Conclusion..... | 48 |
| Bibliographie | |
| Annexe | |

Glossaire

Arrêté : L'arrêté est un acte émanant d'une autorité administrative autre que le président de la République ou le Premier ministre. Il peut s'agir des ministres.

Contaminations : Introduction ou présence d'un contaminant dans un aliment ou dans un environnement alimentaire.

Contrefaçon : La contrefaçon est une violation d'un droit de propriété intellectuelle par le fait de reproduire ou d'imiter un produit sans en avoir le droit ou en affirmant ou laissant présumer que la copie est authentique.

Contrôle de qualité : Le contrôle est une opération destinée à déterminer, avec des moyens appropriés, si le produit contrôlé est conforme ou non à ses spécifications ou exigences préétablies et incluant une décision d'acceptation, de rejet ou de retouche

Critères microbiologiques : Un critère microbiologique pour un aliment définit l'acceptabilité d'un procédé, d'un produit ou d'un lot de produit basé sur l'absence ou la présence, ou le nombre de microorganismes/ou une quantité de leur(s) toxine/métabolites, par unité de masse, de volume ou de surface.

Décret : un décret est une norme émanant du pouvoir réglementaire. Dans la hiérarchie des normes, il prend une valeur supérieure aux arrêtés.

Fièvres typhoïdes et paratyphoïdes : une maladie infectieuse causée par une bactérie de la famille Entérobactérie, du genre des salmonelles. La contamination se fait par l'ingestion de boissons ou aliments souillés par les selles d'un homme infecté, malade, ou porteur sain

Fraude : Action faite pour tromper, pour contourner les lois

Innocuité : l'innocuité alimentaire englobe toutes les mesures à prendre afin d'éviter les risques relatifs à une éventuelle toxicité des aliments. À la maison, l'innocuité se traduit par des méthodes adéquates de manipulation et d'entreposage des aliments

Intoxication alimentaire : infections causées par l'ingestion d'aliments contaminés par certains agents infectieux ou par leurs toxines.

Intoxination : la pathologie n'est pas due à la prolifération d'un microorganisme dans l'aliment mais à l'ingestion d'une toxine sécrétée par la bactérie et préformée dans l'aliment avant son ingestion.

Législation : La Législation (ou loi statutaire) est une loi écrite qui a été officiellement proclamée (ou votée) par une législature ou un autre organe gouvernemental. On parle parfois de législation comme synonyme de loi même si la législation englobe également le règlement qui lui aussi fixe des règles générales et impersonnelles, mais dont l'auteur est le pouvoir exécutif.

Lignes directrices: Les lignes directrices ne sont pas définies dans un règlement comme le sont les normes, mais elles peuvent aussi servir à déterminer la conformité avec les articles de la Loi sur les produits alimentaires.

Lois : est une règle juridique suprême, générale et impersonnelle. prescrite par le parlement, représentant du peuple

Maladie infectieuse est une maladie provoquée par la transmission d'un micro-organisme : virus, bactérie, parasite, champignon.

Mycotoxines : Les mycotoxines (du grec, *mukos*, champignon) sont des toxines élaborées par diverses espèces de champignons microscopiques telles que les moisissures.

Qualité : tel que définie par l'AFNOR : "un produit ou service de qualité est un produit dont les caractéristiques lui permettent de satisfaire les besoins exprimés ou implicites des consommateurs".

Risque : le risque est défini comme étant « *la fonction de probabilité d'un effet néfaste sur la santé et de la gravité de cet effet résultant d'un ou de plusieurs dangers dans un aliment* » (AFNOR).

Sécurité : La « sécurité des aliments » est l'assurance que les aliments ne causeront pas de dommages aux consommateurs quand ils sont préparés et/ou consommés conformément à l'usage auquel ils sont destinés.

Salmonellose : est une infection bactérienne due aux entérobactéries de type *Salmonella* à l'exception des *Salmonella Typhi* et *paratyphi*. La plupart des personnes infectées par les *Salmonella* développent de la diarrhée, de la fièvre, et des crampes abdominales dans un délai de 12 à 48 heures après l'infection. La maladie dure en général de 4 à 7 jours,

Tout produit alimentaire, de toute nature, doit présenter une garantie contre tout risque susceptible de porter atteinte à la santé et/ou à la sécurité du consommateur, pour mieux répondre à **la loi 09-03** relative à la protection du consommateur.

Cependant, le contrôle de la qualité est l'une des opérations qui permet de vérifier l'innocuité des produits. Pour cela les industries alimentaires sont toujours amenées à faire appel à divers laboratoires pour effectuer des contrôles à des fins réglementaires (législation) ou volontaires, en vue d'apporter la preuve de la conformité de leurs produits (**Bonnefoy et al, 2002**).

Selon la nature de l'aliment et le type de contrôle effectué, les paramètres microbiologiques et physico-chimiques évalués seront différents, ainsi les méthodes d'analyse dépendent de la nature de l'aliment, du paramètre étudié et des critères fournis par la réglementation.

Le produit offert à la consommation doit répondre aux normes homologuées et aux spécifications légales et réglementaires qui le concernent et le caractérisent (**article 03 du JORA n°6, 1989**). Mais on note une faiblesse, voire même absence de la réglementation pour certains produits.

Notre travail effectué au niveau du laboratoire **QUALILAB** est basé d'une part sur l'analyse physico-chimique et microbiologique de ce type de produits tel que, les catégories « eau fruitée » et « eau fruitée lactée » qui ne sont pas clairement définies et réglementées. D'autre part sur la procédure de classification de ces produits qui est jugée floue. L'usage abusif de la dénomination **jus** pour les « eaux fruitées », et **boisson lactée** pour « les eaux fruitées enrichies en lait » par les consommateurs est un sérieux problème.

L'objectif de cette étude est de :

- ✚ Différencier les « eaux fruitées » des **jus**, et les « eaux fruitées enrichies en lait » des **boissons lactées** en essayant de les classer selon le codex.

- ✚ Réaliser une fiche technique spécifique déterminant les paramètres de contrôle de ces produits non réglementés en se basant sur leurs analyses physico-chimiques et microbiologiques.

1. Historiques :

Les véritables lois en matière de contrôles sont apparues parallèlement au développement des sciences au cours de la deuxième moitié du XIX^{ème} siècle.

Dans les années 1940, la préoccupation du consommateur a joué un rôle dans l'intensification de la procédure de normalisation. Dans le même temps, les outils technologiques et scientifiques se développent. Ainsi, l'émergence de la microbiologie et de la chimie alimentaire, a permis une sensibilisation accrue du public à la qualité et à l'innocuité de son alimentation, ainsi qu'un élargissement des connaissances à ce sujet (**ISF, 2011**).

Avec l'ouverture de l'économie aux marchés internationaux, l'Algérie a dû entreprendre une transformation totale de son dispositif normatif pour être en harmonie avec la législation internationale en la matière, mais aussi pour prémunir son économie contre des risques de plus en plus accrus (tels que la contrefaçon) liés à l'ouverture du marché national (**Anonyme 1, 2013**).

2. Généralités sur les normes:

2.1 Définition d'une norme :

Une norme est un document de référence approuvé par un institut de normalisation reconnu, il désigne un ensemble de spécifications décrivant un objet, un être ou une manière d'opérer. Il en résulte un principe servant de règle et de référence technique, elle n'est pas obligatoire, son adhésion est un acte volontaire, certaines sont rendues obligatoires par un texte réglementaire ou décret de loi (**Anonyme 1, 2009**).

2.2. Comment prouver la conformité aux normes :

La conformité aux normes peut faire l'objet d'une déclaration du fournisseur sous sa seule responsabilité. Il s'engage par là sur la qualité de sa production, de ses prestations ou de son organisation. Le fournisseur ou le client peut aussi demander que cette conformité soit attestée par un tiers, (laboratoire, organisme d'inspection, organisme de certification...), qui se charge de vérifier que le produit, le service ou le système concerné répond aux exigences de la norme (**Anonyme 1, 2009**).

2.3. La différence entre une norme et une réglementation :

La réglementation relève des pouvoirs publics. Elle est l'expression d'une loi ou d'un règlement, son application est imposée.

Les normes ont un caractère volontaire, s'y conformer n'est pas une obligation, elles traduisent l'engagement des entreprises de satisfaire un niveau de qualité et sécurité reconnu et approuvé.

Les normes peuvent soutenir la réglementation en étant citées comme documents de référence, seules 1% des normes sont d'application obligatoire (**Anonyme 1, 2009**).

3. Présentation des principaux organismes intervenant dans la normalisation :

3.1. Le Codex Alimentarius :

La Commission du Codex Alimentarius créée par la FAO et l'OMS en 1963, met en œuvre le programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires dans le but de protéger la santé des consommateurs et d'assurer des pratiques loyales dans le commerce alimentaire. Le Codex Alimentarius (en latin Loi ou Code alimentaire) est un recueil de normes alimentaires adoptées à l'échelon international présenté de manière uniforme. La publication du Codex Alimentarius vise à guider et à promouvoir l'élaboration et l'établissement de définitions et d'exigences concernant les denrées alimentaires, à faciliter leur harmonisation et, ce faisant, à faciliter le commerce international (**Codex alimentarius, 2000**).

3.2. Organisation Internationale de Normalisation (ISO):

L'ISO est le premier producteur de Normes internationales d'application volontaire dans le monde. C'est une organisation non gouvernementale, Créée en 1947, elle fait intervenir des secteurs publics et privés dans le processus de normalisation. L'ISO regroupe aujourd'hui un réseau de 157 pays.

Les normes ISO sur les denrées alimentaires sont un gage de confiance envers les produits et les boissons que nous consommons (**Lazarte, 2012**).

3.3. Agence Française de Normalisation (AFNOR) :

Créée en 1926, elle compte aujourd'hui environ 3500 entreprises adhérentes. L'AFNOR anime le système central de normalisation en France. À l'échelle internationale, AFNOR défend les intérêts français en tant qu'institut membre des associations de normalisation européenne (CEN) et internationale (ISO). Son influence y est à la fois technique et stratégique, essentielle pour les entreprises françaises car 90% des normes françaises sont mondiales (**Anonyme 2, 2013**).

3.4. Institut Algérien de normalisation (IANOR) :

La mise en œuvre de la politique algérienne de normalisation a été confiée dès 1998 à l'IANOR (membre permanent en ISO), établissement public à caractère industriel et commercial (EPIC), placé sous la tutelle du ministère de l'Industrie et de la Promotion des Investissements, la gestion et le fonctionnement de l'institut sont assurés par un directeur général assisté d'un conseil d'administration (**Décret n°98-69 du JORA n°11, 1998**).

Il est chargé de :

- L'élaboration, la publication et la diffusion des normes algériennes.
- La centralisation et la coordination de l'ensemble des travaux de normalisation.
- La constitution, la conservation et la mise à la disposition de toute documentation ou information relative à la normalisation.
- L'application des conventions et accords internationaux dans les domaines de la normalisation auxquels l'Algérie est partie (**Décret n°98-69 du JORA n°11, 1998**).

1. Définition et caractéristiques :

1.1. Définition et caractéristiques du lait reconstitué pasteurisé :

Le lait reconstitué est obtenu par :

- ❖ **Reconstitution** : qui constitue un mélange d'eau et de lait en poudre.
- ❖ **Recombinaison** : est un mélange de lait reconstitué et de matière grasse de lait anhydre (MGLA) qui subit une homogénéisation à une température de 60 à 65°C, afin d'éviter la remontée de la matière grasse dans le produit (**Boularak, 2005**).
- ❖ **Pasteurisation** : traitement thermique aboutissant à la destruction de la presque totalité de la microflore pathogène, en s'efforçant de ne pas affecter notamment la structure physique du lait, sa constitution, son équilibre chimique, ses enzymes et ses vitamines.

Ce traitement de pasteurisation consiste à soumettre le lait :

- soit à une T° de 63°C pendant une durée de 30 minutes.
- soit à une T° de 85°C pendant une durée de 15 à 20 secondes.
- soit encore instantanément à une T° de 95°C.

Pendant toute la durée de l'opération de pasteurisation, la température ne doit pas s'abaisser au dessous du minimum requis par le procédé utilisé, en quelque point que ce soit de la masse de lait à traiter.

- ❖ **Refroidissement** : Le lait pasteurisé ainsi traité doit être refroidi dans les 60 min qui suivent son traitement thermique, à une température n'excédant pas les 6°C (**JORA n°69, 1993**).

TABLEAU I : La Composition chimique moyenne de 100ml du lait (**Vierling, 2008**).

| Composants | Teneurs en grammes | Valeurs extrêmes |
|--------------------------|--------------------|------------------|
| Eau | 90,50 | 90-91 |
| Dérivés azotés | 3,44 | 3,18-3,82 |
| Matière grasse | 3,7 | 3,4-4,2 |
| Glucides | 4,8 | 4,6-5,1 |
| Lactose | 4,7 | |
| Minéraux | 0,8 | 0,7-0,9 |
| Extrait sec total | 12,8g | 12,5-13 |

1.2. Définition et caractéristiques des eaux fruitées :

Boissons préparées à partir d'eau potable et de jus de fruits, concentrés de jus de fruit, ou un mélange de ces composants dans une proportion égale ou supérieure à 10 % , et inférieure à 25%. La restitution de son arôme se fait ; au moyen des substances aromatisantes synthétisées.

Cette catégorie est, de par sa composition et les besoins satisfaits, plus proche des sodas (sans le gaz) ou des mélanges (eau+ sirop) que des jus de fruits. L'absence de réglementation et le manque de maturité du marché entretiennent jusqu'à présent ces confusions (**Boudra, 2007**).

❖ Composition :

L'eau fruitée est composée en plus du concentré de fruits, de l'eau, sucre, émulsions, arômes naturels ou artificiels, antioxydants, conservateurs, colorants, acides et épaississants.

1.3. Définition et caractéristiques des eaux fruitées lactées :

Ces boissons pasteurisées et réfrigérées sont fabriquées à partir de la poudre du lait à 0% de matière grasse, et de concentrés de jus de fruits, ce mélange est stabilisé par la pectine, qui joue un rôle d'épaississant pour empêcher la séparation du mélange.

Les boissons lactées à ne pas confondre avec les jus comprenant du lait. Cette différence est de taille sur le plan marketing (**Boudra, 2007**).

Pour les boissons comprenant du lait, le consommateur achète un jus comme produit de base et le lait comme bénéfice additionnel. A l'inverse, en achetant une boisson lactée, il achète d'abord du lait, agrémenté de jus de fruits par exemple.

❖ Composition :

Les compositions de ce type de boissons varient en fonction de la qualité du lait, de sa proportion dans la boisson, des arômes ajoutées (naturels ou de synthèse), à base de jus ou de concentré de fruits et de la quantité de sucre.

L'eau fruitée lactée est composée de : l'eau, jus ou concentré de fruit, lait écrémé, sucre, stabilisants (pectines), vitamines, colorants et arômes.

2. La classification des produits alimentaires selon le codex alimentarius « CODEX STAN 192-1995 » :

Le système de classement des denrées alimentaires par catégories aux fins de la NGAA du codex est hiérarchique et inclut tous les produits alimentaires, le système inclut une description des produits alimentaires relevant de chaque catégorie.

2.1. Système de classification du lait reconstitué pasteurisé :

Catégorie : 01.0 Produits laitiers et similaires.

01.1 Lait et boissons lactées.

01.1.1 Lait et babeurre (nature).

01.1.1.1 Lait (nature).

2.2. Système de classification des eaux fruitées et eaux fruitées enrichies en lait :

De nouvelles boissons « eaux fruitées », et « eaux fruitées + lait » sont commercialisées depuis quelques années.

Selon CODEX STAN 247-2005 relative aux jus et les nectars de fruits, la dénomination « jus de fruit » est réservée aux produits naturels, provenant de la pression des fruits frais, sains et murs. Cependant les « eaux fruitées », de part leur composition et le procédé de fabrication qui n'est pas compatible à la spécification d'un jus de fruit (voir annexe I et III), ne peuvent être classés à la catégorie **14.1.2.1 Jus de fruits.**

Ainsi que pour les boissons qui sont à base d'eau fruitée enrichies en lait (en faible teneur), ils ne peuvent appartenir à la catégorie **01.1.2 Boissons lactées** ; qui est consacré aux boissons à base de lait. (Voir annexe III)

Les eaux fruitées et les eaux fruitées enrichies en lait, et selon leur composition qui est à base d'eau, sont classées dans la catégorie :

14.0 Boissons à l'exclusion des produits laitiers.

14.1 Boissons sans alcool.

14.1.4 Boissons aromatisées à base d'eau.

14.1.4.2 Boissons aromatisées à base d'eau, non gazeuses.

1. Paramètres du contrôle physico-chimique :

L'appréciation de la qualité des produits alimentaires se base sur la mesure de paramètres physico-chimiques susceptibles de favoriser le développement de micro-organismes, indicateurs d'une plus ou moins bonne qualité.

1.1. Les paramètres physico-chimiques exigés par la réglementation Algérienne:

❖ Pour le lait pasteurisé :

La connaissance des propriétés physico-chimiques du lait revêt une importance incontestable car elle permet de mieux évaluer la qualité de la matière première et de prévoir les traitements et opérations technologiques adaptés.

La législation Algérienne dans sa définition du lait, dans l'Article 8 et 19 de l'arrêté interministériel du **JORA n°69** du 18 août 1993, relatif aux spécifications et à la présentation de certains laits de consommation, mentionne le fait qu'un lait pasteurisé doit répondre aux spécifications suivantes :

TABLEAU II : paramètres physico-chimiques du lait pasteurisé (**JORA n°69, 1993**).

| <i>Paramètres</i> | <i>Spécifications</i> |
|---|-----------------------|
| Acidité en g/l | 1.4 -1.8 |
| Stabilité | Stable |
| Teneur en Matière grasse (lait entier) | Min 2.8% |
| Teneur en Matière grasse (lait partiellement écrémé) | 1.5% - 2% |
| Teneur en Matière grasse (lait écrémé) | Max 0.15% |
| Analyse sensorielle | Sans défauts |
| Densité | 1030-1034 |

Mais, Il n'existe pas dans la réglementation algérienne relative au lait de spécifications pour caractériser le PH du lait. La littérature cite des valeurs diverses avec un pH pouvant se situer entre 6,4 et 7.

❖ Pour les eaux fruitées :

Parmi les nombreux critères stipulés, certains d'entre eux peuvent être sélectionnés et sont ceux qui rendent compte de la qualité du jus de fruit.

TABLEAU III : paramètres physico-chimiques des eaux fruitées.

| <i>Paramètres</i> | <i>Normes</i> |
|-------------------------|---------------|
| PH | - |
| Densité | - |
| Extrait sec | - |
| Taux de sucre | - |
| Acidité titrable | - |
| Teneur en pulpe | - |

NB : Pour les normes, on se réfère à la fiche technique délivrée par le producteur (client).

❖ Pour les eaux fruitées lactées :

NB : vue l'absence de réglementation pour ce produit, on va le traiter dans la partie pratique.

1.2. Caractéristiques des paramètres physico-chimiques étudiés :

1.2.1 .Le potentiel Hydrogène (PH) :

Le PH est une mesure quantitative de l'acidité ou de basicité d'une solution, c'est un paramètre qui permet de mesurer la concentration en ions H⁺ dans une solution. il s'agit d'une grandeur sans unité, introduite par *Søren Peder Lauritz Sørensen* en 1909 (**Cachau-Herreillat, 2009**).

1.2.2. L'acidité titrable:

L'acidité titrable mesure tous les ions H⁺ disponibles dans le milieu, dissociés ou non (acidité naturelle + acidité développée), reflétant ainsi les composés acides d'une solution.

L'acidité nous renseigne sur l'état du produit, sur la gravité des altérations microbiologique (**Bonder et Silvestre, 2005**).

1.2.3. La densité à +20°C :

La densité d'un liquide est toujours définie par rapport à l'eau pure à des conditions de pression et de température de référence. De ce fait, la notion de densité liquide caractérise le comportement d'un liquide dans l'eau.

La densité est une grandeur sans dimension et sa valeur s'exprime sans unité de mesure. Étant donné qu'elle varie pour un mélange en fonction de la teneur en matière sèche, matière grasse et de la température, il importe de spécifier cette dernière en rapportant les résultats (**Lagiere, 1996**).

1.2.4. La matière grasse du lait :

La matière grasse est le constituant le plus variable du lait, elle se compose principalement d'un mélange de lipides simples (glycérides 99%) et de phospholipides, de cérébrosides, du cholestérol et des acides gras libres (**Vignola, 2002**).

1.2.5. L'extrait sec:

L'extrait sec total ou matières sèches totales est l'ensemble de toutes les substances qui, dans des conditions physiques déterminées, ne se volatilisent pas. Il est bien entendu en corrélation avec la valeur de la densité (**Paturel, 1909**).

1.2.6. La stabilité du lait:

La stabilité du lait dépend de certains facteurs dont le pH, la concentration en urée, en lactose et en divers sels. En technologie laitière, on s'intéresse particulièrement aux changements de l'acidité au cours des traitements, qui peuvent influencer la stabilité des constituants du lait (**Vignola, 2002**).

1.2.7 .Le taux de sucre :

Le résidu sec soluble est la concentration en saccharose d'une solution aqueuse, elle est déterminée en masse et en pourcentage. La concentration des sucres augmentent la densité des solutions (**Bonder et Silvestre, 2005**).

Selon CODEX STAN 247-2005, l'ajout de sucre à savoir sucrose (sucre blanc ou Saccharose), glucose et fructose sont autorisés dans les jus de fruits.

Le lactose est le sucre naturel du lait (un diholoside, composé d'une molécule de glucose et d'une molécule de galactose) (**Marteau et Marteau, 2005**). Le dosage du lactose s'avère important, il est considéré comme paramètre clé pour l'estimation de la proportion du lait dans un produit.

1.2.8.La teneur en pulpe:

Une pulpe ou purée de fruit est le produit fermentescible mais non fermenté obtenu par tamisage de la partie comestible de fruit entiers ou épluchés sans élimination de jus (**Espiard, 2002**), elle présente conventionnellement le volume du dépôt de l'insoluble ou celui du culot de centrifugation par rapport au volume total.

Pour la production du jus à base de concentrés, des procédés adaptés sont utilisés et peuvent être associés à la diffusion simultanée de cellules ou de pulpe de fruits dans l'eau, d'après CODEX STAN 247-2005.

1.2.9.Les propriétés organoleptiques :

Il est important de fournir des produits dont les qualités organoleptiques sont bien maîtrisées et suivies, pour s'assurer de la fidélité de la clientèle (**Roudaut et Lefrancq, 2005**). Ainsi l'analyse sensorielle reste l'un des instruments nécessaires pour l'appréciation et le contrôle de ces produits (**Charnay et al., 2006**). Cette composante essentielle de l'acte alimentaire reste une notion très subjective, car elle résulte de la comparaison entre la perception par rapport aux sens (vue, ouïe, odorat, toucher, goût) et les préférences personnelles, qui sont très variables dans le temps, dans l'espace et en fonction des situations de consommation propre à chaque individu (**Roudaut et Lefrancq, 2005**).

2. Les paramètres de contrôle microbiologique :

L'évolution du cadre réglementaire conduit à s'interroger sur l'intérêt réel des examens microbiologiques de denrées. Il s'avère nécessaire de prendre en compte les principes techniques de tels examens et les limites de leur emploi, pour optimiser leur utilisation dans ce contexte et parvenir à garantir la protection de la santé du consommateur (**Bornert, 2000**).

L'analyse microbiologique évalue :

- ✓ la pollution bactérienne globale qui reflète les contaminations ou les altérations subies lors des manipulations ou lors du stockage.
- ✓ la contamination d'origine fécale ou « test hygiène » qui indique le niveau d'hygiène apporté au cours des étapes de transformation des aliments.
- ✓ la présence de bactéries pathogènes susceptibles d'être à l'origine d'une intoxication alimentaire.

2.1. Les paramètres microbiologiques exigés par la réglementation Algérienne:

Les paramètres de contrôle microbiologique exigés selon **JORA n°35** du 27 mai 1998 portant sur les critères microbiologiques relatifs à certaines denrées alimentaires, et **JORA n°42** du 15 juin 2005 rendant obligatoire une méthode de recherche des *salmonella* dans le lait et les produits laitiers sont:

❖ Pour le lait pasteurisé conditionné :

TABLEAU IV : paramètres microbiologiques du lait pasteurisé (**JORA n°35, 1998**).

| Germes (UFC/ml) | n | c | m |
|--|---|---|-------------------|
| Germes aérobies à 30°C | 1 | - | 3.10 ⁴ |
| Coliformes | 1 | - | 1 |
| Coliformes fécaux | 1 | - | absence |
| <i>Staphylococcus aureus</i> | 1 | - | 1 |
| Phosphatase | 1 | - | négative |
| <i>Salmonella</i> (JORA n°42, 2005) | 1 | - | absence |

❖ Pour l'eau fruitée :

TABLEAU V : paramètres microbiologiques de l'eau fruitée (JORA n°35, 1998).

| Germes (UFC /ml) | n | c | M |
|-------------------------------------|---|---|---------|
| Coliformes | 5 | 2 | absence |
| Levures Osmophiles /1L | 5 | 2 | <20 |
| Moisissures /100ml | 5 | 2 | 10 |
| <i>Leuconostoc citrovorum</i> /ml | 5 | 0 | absence |
| <i>Clostridium butyrique</i> /100ml | 5 | 1 | absence |

Avec :

m : seuil au-dessous duquel le produit est considéré comme étant de qualité satisfaisante.

n : nombre d'unités composant l'échantillon.

c : nombre d'unités de l'échantillon donnant des valeurs situées entre « m » et « M ».

M : seuil limite d'acceptabilité au-delà duquel les résultats ne sont plus considérés comme satisfaisants, sans pour autant que le produit soit considéré comme toxique.

M= 10m lors du dénombrement effectué en milieu solide.

M= 30m lors du dénombrement effectué en milieu solide.

❖ Pour l'eau fruitée lactée :

NB : Produit non réglementé (traité dans la partie pratique).

2.2. Caractéristiques des germes recherchés :

2.2.1. Les germes aérobies à 30°C :(ou flore totale)

La flore aérobie mésophile à 30°C représente l'ensemble des microorganismes se développant en présence d'oxygène, (multiplication active de 20°C à 45°C).

Cette microflore peut comprendre des micro-organismes pathogènes pour l'Homme mais aussi des micro-organismes d'altération, leur détection dans les aliments traduit une altération qui amoindrit la qualité intrinsèque de la denrée (goût, odeur, aspect) (Bonnefoy et al., 2002).

Les aliments les plus souvent contaminés sont : Tous les aliments prêts à consommer susceptibles d'avoir été conservés dans des conditions de température trop élevée et/ou de durée trop longue (Jean, 2007).

2.2.2. Les Coliforme totaux et coliformes fécaux :

Les coliformes sont des entérobactéries (bacilles gram -, asporulés, glucose+ (F), oxydase-, nitrate réductase+, aéro-anaérobies facultatifs).

A la différence des coliformes totaux qui fermentent le lactose avec production de gaz à 30°C ou (35°C), les coliformes fécaux le fermentent à 44°C ; se sont d'origine intestinale, on les assimile souvent aux **coliformes thermo tolérants**.

La croissance de certains de ces germes est possible sur un très grand nombre de milieux ou d'aliments entre -2 et 50°C, et à un pH entre 4,4 et 9.

La résistance des coliformes totaux et fécaux aux conditions extérieures défavorables est faible (traitements technologiques divers, entreposage...etc.). Leur présence dans un aliment cuit ou pasteurisé signifie que la contamination est postérieure au traitement thermique (**George, Servais, 2002**), et constitue un bon indice de mauvaises conditions de manipulation ou de traitement des aliments (pasteurisation insuffisante par exemple).

Ces coliformes représentent environ 1 % de la flore intestinale et ne provoquent généralement pas de maladie chez l'homme adulte ; leur nombre est voisin de 10⁸ par g de matière fécale (**Chevalier et al., 2003**).

2.2.3. *Staphylococcus aureus* :

Coque à gram positif de 0,5 à 1 µm de diamètre, non sporulé, immobile, aéro-anaérobie facultatif, possédant une catalase. Appartient à la famille des staphylocoques, elle se caractérise par la production de pigment, d'une coagulase et la fermentation de divers sucres (**Jean, 1997**).

Staphylococcus aureus se développe bien sur les milieux minimum (milieux de bases), c'est une bactérie mésophile (37 °C de croissance optimal), neutrophile (pH 7 optimal) et sensible aux acides (pH minimum de croissance de 4) elle est halophile (se développe à de fortes concentrations de NaCl) tolère une activité de l' eau exceptionnellement basse pour une bactérie (a_w minimum de 0,83 en aérobiose, 0,90 en anaérobiose). Elle est relativement résistante aux inhibiteurs bactériens comme le cristal violet et le tellurite de potassium.

Staphylococcus aureus est le germe le plus pathogène, sa présence dans les aliments constitue un risque pour la santé humaine parce que certaines souches sont capables de produire des entérotoxines à 10°C et 48°C dont l'ingestion provoque une intoxication (**Leyral, Vierling, 2007**).

2.2.4. Levures et moisissures :

Les levures et moisissures sont des agents importants de détérioration des aliments acides ou à faible activité d'eau. Les mycotoxines qu'ils excrètent et présentes dans les aliments inspirent des préoccupations croissantes (Meyer et al., 2004). Les champignons microscopiques (mycètes) se divisent en 2 groupes :

❖ **Les levures** : sont des champignons unicellulaires aptes à provoquer la fermentation des matières organiques animales ou végétales. La forme la plus fréquente est ovalaire ou sphérique.

La température optimale de culture des levures se situe en général entre 25 °C et 30 °C, elles sont aérobie ou aéro-anaérobie facultatives avec parmi elles : des levures préférant un métabolisme soit fermentaire soit respiratoire même en présence d'oxygène.

Les levures tolèrent donc des gammes de pH très larges, théoriquement de 2,4 à 8,6.

La plupart des souches ne peuvent se développer pour une activité de l'eau inférieure à 0,90 ; mais certaines tolèrent des pressions osmotiques plus élevées, correspondant à une activité de l'ordre de 0.60 ; ces levures sont dites les **levures hoshmophiles**, elles se développent bien dans des milieux fortement sucrés (Meyer et al., 2004).

❖ **Les moisissures** : elles sont définies comme l'ensemble des champignons filamenteux, saprophytes présentant une végétation notable et qui ont de l'importance dans l'industrie humaine. Elles peuvent êtres :

- Nuisibles, car agents d'altération des aliments ;
- Utiles, car intervenant dans la production d'aliments, d'antibiotiques, d'enzymes et dans diverses fermentations (Meyer et al., 2004).

Elles se développent a la surface d'un substrat (produits alimentaires : la source la plus fréquemment utilisé est les glucides), leurs exigences et tolérance vis-à-vis de l'eau sont variables selon les groupes : certains moisissures ne se développent que sur des substrats humides, et d'autres sur des substrats dont l'humidité est très faible (le cas des moisissures hérophiiles).

Les moisissures généralement tolèrent une T° de 3 à 40° C, elles se développent mieux en milieu légèrement acide et tolère parfois un PH très bas, la végétation maximale est produite entre 20 et 30°C (Leyral et Vierling, 2007).

2.2.5. *Salmonella* :

Les salmonelles sont des entérobactéries, bâtonnets, à Gram négatif, anaérobies facultatives, mobiles, oxydase-, elle fermente le glucose, et réduit les nitrates en nitrites, à forte contagiosité, responsable des toxi-infections alimentaires (tel que salmonellose). les salmonelles se multiplient entre 4 et 50°C, leur température de croissance optimale se situe entre 35 et 37°C elles sont également assez sensibles au sel. Elles se développent à un PH compris entre 4 et 9 avec un optimum entre 6,5 et 7,5.

Les nombreuses espèces de Salmonelles diffèrent énormément entre elles quant à leur pouvoir pathogène. Bien que la plupart des espèces puissent se retrouver dans les aliments, les normes visent en général celles qui sont à l'origine de toxi-infections plutôt que celles qui sont à l'origine des maladies infectieuses graves (fièvres typhoïdes et paratyphoïdes) (**Anonyme 2, 2009**).

2.2.6. *Clostridium butyrique* :

Clostridium tyrobutyricum appelée communément « butyrique », est une bactérie non pathogène ,anaérobie dans certains conditions de vie, elle produit des spores capables de résister à la chaleur et à de nombreux éléments chimiques, et possède de ce fait, une durée de vie quasi illimitée. Ces spores n'ont pas d'activité mais constituent un risque permanent de contamination. En l'absence de l'oxygène et à des températures comprises entre 10 et 50°C (optimum 37°C), les spores germent et donnent naissance à des formes végétatives capables de fermenter le lactate présent dans le lait. Elles se développent à un PH assez bas (entre 4,6 et 7,5 avec un optimum à 5,8) et résiste assez bien au sel (**Anonyme 2, 2009**).

2.2.7. *Leuconostoc* :

Se sont des bactéries lactiques , Gram + (coques ou bacilles), produisant de l'acide lactique par fermentation des glucides simples ou oses (fermentation lactique), tolérant des pH acides, de niches écologiques anaérobies ou anaérobies facultatives et se montrant catalase négative (**Hermier et al., 1992**).

1. Présentation du laboratoire *QUALILAB* :

QUALILAB est un laboratoire d'analyse et de contrôle de la qualité et de la conformité ; bien équipé, doté d'un matériel répondant aux normes du développement actuel dans le contrôle des produits alimentaires, agricoles, d'entretien, cosmétiques et d'environnement. Ce qui nous a permis de réaliser la majorité des analyses dans de bonnes conditions de travail.

2. Situation géographique :

Le laboratoire *QUALILAB* est situé dans les hauteurs de la ville de Bejaia, Algérie, sa localisation est faite pour éviter toutes contaminations atmosphériques.

3. Description du laboratoire *QUALILAB* :

Le laboratoire est composé de sept pièces :

❖ A l'entrée on trouve le **hall de réception** :

Les différents échantillons sont prélevés par le personnel du laboratoire ou envoyés directement par les entreprises dans des glacières conservées à des températures comprises entre 2 à 6°C pour les analyses microbiologiques ou physico-chimiques selon la demande du client.

La réception des échantillons se fait au niveau du hall, et sont enregistrés par une imprimante Data barre.

Les échantillons sensibles (lait, yaourt...) sont conservés au réfrigérateur ou bien passent immédiatement à l'analyse, acheminés par des chariots spéciaux.

❖ **La salle de préparation des milieux de culture** :

A ce niveau se fait la préparation des échantillons pour l'analyse, la préparation des solutions et des milieux de culture, ainsi que leur conservation.

❖ **La salle de manipulation ou le laboratoire proprement dit** :

C'est la salle dans laquelle on effectue les analyses des échantillons. On distingue :

La Salle de microbiologie et la *Salle de physico-chimie* : qui disposent de tout le matériel, et verreries nécessaires pour effectuer les manipulations.

❖ **La salle d'incubation et de lecture :** Dans cette salle on trouve :

- Trois étuves réglées à températures différentes (30°C ; 37°C et 46°C), selon le germe recherché pour l'incubation des boîtes de pétri.
- Un stéréo zoom : loupe pour faciliter la lecture des boîtes et le dénombrement des micro-organismes.
- Lampe à UV pour détecter des germes fluorescents.
- Aw-mètre pour la mesure de l'activité de l'eau.

❖ **La salle d'observation Microscopiques:**

Où se fait la lecture microscopique, dotée d'un bec benzène, microscope et d'une lampe UV.

❖ **La laverie :**

C'est la salle dans laquelle on traite les produits et matériels utilisés pour l'analyse et fournit la verrerie et le matériel propre et stérile ; elle est dotée d'un autoclave pour la stérilisation de ces derniers.

NB : Le laboratoire d'analyse *QUALILAB* dispose de :

- Un espace suffisant avec une circulation limitée.
- Murs, plafonds et sol lisses mais non glissants, non absorbants, faciles à nettoyer et à désinfecter.
- Eclairage naturel ou/et artificiel de bonne qualité.
- Portes coulissantes.
- Distributeur de gel désinfectant, et de sèche main, installée dans chaque coin du laboratoire.

1. Analyses physico-chimiques:

1.1. Préparation de l'échantillon :

- **Principe :**

Cette opération consiste à rendre l'échantillon homogène, par simple agitation en retournement successive et répété, et le ramener à la température à laquelle est effectuée l'analyse (aussi voisine que possible de +20°C).

1.2. Analyse physico-chimique du lait :

1.2.1. La détermination du PH: Méthode *NF V05-108* «potentiométrie»

- **Principe :**

Détermination en unité pH la différence de potentiel existant entre deux électrodes plongés dans le produit.

- **Mode opératoire :**

- Etalonner le pH-mètre à l'aide des deux solutions tampons (PH4 et PH7), après avoir vérifié son fonctionnement. Prélever un petit volume de l'échantillon suffisamment important ; pour permettre l'immersion des électrodes dans un bûcher.
- Détermination : pour la mesure du PH de la prise d'essai à température $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, la valeur du PH est lue directement sur l'échelle de l'appareil.
- Effectuer deux déterminations sur un échantillon. Laver la sonde à l'eau distillée et la sécher avec un papier absorbant, entre deux mesures.

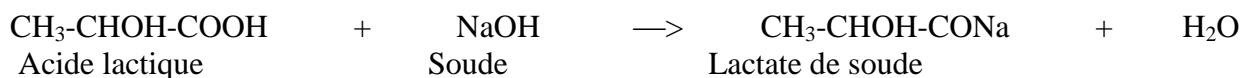
- **Expression des résultats :**

Prendre la moyenne arithmétique de deux déterminations, dans le cas où la différence est très grande ; on effectue une autre détermination.

1.2.2. Détermination de l'Acidité titrable: NF V04-206 Ou « Titrimétrie »**• Principe :**

L'opération de mesure de l'acidité titrable, consiste à doser l'acide lactique avec la soude NaOH, en présence de phénolphthaléine jusqu'à virage de celle-ci en rose.

✓ Réaction mise en jeu :

**• Mode opératoire :**

- Dans un bêcher, introduire **10ml** du lait ; prélevés à l'aide d'une pipette.
- Pour le dosage : Ajouter 2 à 3 gouttes de l'indicateur coloré « phénolphthaléine ».
- Après rinçage de la burette de (25ml), titrer avec une solution NaOH à *0.11N*, jusqu'au virage du milieu au «rose pale», facilement perceptible par comparaison avec le témoin constitué du même lait. On considère que le virage est atteint lorsque la coloration rose persiste pendant une dizaine de secondes, lire en suite, le volume de NaOH titré sur la burette.
- Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon.

• Expression des résultats :

L'acidité titrable est exprimée en gramme d'acide lactique par litre, puis convertie en degré dornic °D. Elle est donnée par la formule suivante:

$$A = 10 * V_0$$

Avec: V_0 : volume lu sur la burette

1.2.3. Détermination de la densité à 20°C: Méthode NF V04-204**• Principe :**

La densité est mesurée à l'aide d'un thermo-lactodensimètre. Elle est ramenée à 20°C. La mesure de la densité du lait sert à l'étude de mouillage du lait.

• Mode opératoire :

- Après chauffage du lait à 20°C. Verser lentement 250ml du lait dans une éprouvette en évitant la formation de mousse. Plonger le lactodensimètre avec un mouvement de rotation dans l'éprouvette pleine ; qui débordera pour éventuellement éliminer la mousse.
- Après stabilisation de celui-ci on effectue la lecture.

- **Expression des résultats :**

Attendre que l'équilibre soit établi, et faire la lecture de la graduation sur la tige du lactodensimètre.

1.2.4. Détermination de la teneur en matière grasse : Méthode NF V04-210 ou «Acido-butyrique de GERBER»

Le dosage s'effectue à l'aide d'un butyromètre. Ce contrôle peut être utile dans plusieurs cas : détecter la fraude de l'écémage du lait frais, vérifier la standardisation du taux de matière grasse du lait avant la pasteurisation ou la stérilisation.

- **Principe :**

Le principe consiste en une dissolution des éléments de la formule lactée reconstituée, matière grasse exceptée par l'acide sulfurique. Sous l'influence de la force centrifuge et grâce à l'adjonction d'une petite quantité d'alcool isoamylique, la matière grasse se sépare en une couche claire et transparente.

- **Mode opératoire :**

- Travailler sous une hotte. Dans un butyromètre, introduire à l'aide d'une pipette graduée, en mettant le point de pipette inclinée au contact avec la base du col du butyromètre :

10ml d'acide sulfurique; pour dissoudre les constituants du lait autres que la matière grasse. Ajouter **11ml** du lait, et **1ml** d'alcool isoamylique ($C_5H_{11}OH$) ; pour dissoudre la matière grasse du lait ; cette dernière se sépare et monte au sommet du butyromètre.

- Nettoyer le col du butyromètre et bouché soigneusement.
- Agiter soigneusement jusqu'à la dissolution des protéines par action d'acide sulfurique ; (disparition totale des grumeaux), puis tourner le butyromètre du haut en bas ; (la température augmente : réaction exothermique).

- Mettre à centrifuger pendant (10 min). Puis, lire directement la valeur de la matière grasse sur le butyromètre.

- **Expression des résultats :**

Après 10 minutes de centrifugation à chaud, nous avons procédé immédiatement à la lecture : butyromètre vertical, pointe en l'air, Puis il faut lire rapidement sur l'échelle du butyromètre : chaque centimètre dans l'échelle correspond à 10 grammes de matière grasse par litre de lait.

1.2.5. Détermination de l'extrait sec: Méthode NF V04-207

- **Principe :**

La teneur en matière sèche est estimée, par évaporation d'une certaine quantité du lait à 103°C pendant trois heures à l'étuve, puis dessiccation et peser du résidu de ce dernier.

- **Mode opératoire :**

- Peser une Capsule vide à l'aide d'une balance analytique, et mentionner son poids (m_0).
- Introduire 10g du lait dans la capsule, prélevés à l'aide d'une pipette. Homogénéiser, puis noter le nouveau poids (m_1).
- Réaliser 2 essais. Placer les capsules dans l'étuve à 103°C /3h.
- Sortir les échantillons de l'étuve, et laisser refroidir les capsules dans un dessiccateur, puis peser les capsules (m_2) après dessiccation.

- **Expression des résultats :**

Le résidu sec total est exprimé en pourcentage de la masse :

$$\%M = \frac{(m_2 - m_0) \times 100}{m_1}$$

Où :

m_0 : La masse en gramme de la capsule vide.

m_1 : La masse en gramme de la prise d'essai avant dessiccation.

m_2 : La masse en gramme de la prise d'essai précédente après dessiccation.

1.2.6. Détermination de la stabilité du lait : Par « *chauffage du lait à ébullition* »**• Principe :**

Le chauffage du lait cause la perte de gaz carbonique, peut décomposer le lactose en acides organiques divers ou causer le blocage des groupements aminés des protéines et provoque alors une augmentation de l'acidité.

✓ De même, aux températures élevées, le phosphate tricalcique peut précipiter et causer une augmentation de l'acidité déclenchée par la dissociation des radicaux phosphates.

• Mode opératoire :

Introduire dans un tube à essai, 5 ml du lait à analyser. Placer le tube dans un bain marie à 100°C pendant 5 mn. Après ébullition ; refroidir et tourner le tube deux à trois fois sans agitation.

• Expression des résultats :

Si le lait s'écoule le long des parois du tube, sans laisser de traces de grumeaux ; le lait est donc normal. Si le lait laisse des grumeaux le long des parois du tube, ce lait donc est coagulé.

1.3. Analyse physico-chimique des eaux fruitées :**1.3.1. Mesure du PH:** Méthode *NF V05-108* Ou « *potentiométrie* »**1.3. 2. Détermination de l'acidité titrable:** Méthode *NF V04-206* Ou « *Titrimétrie* »**• Principe :**

Cette mesure est réalisée par neutralisation de l'acidité totale ; (*Acide citrique monohydraté*), avec une solution de soude (0.1N). L'évolution de la neutralisation est suivie à l'aide d'un indicateur coloré (phénolphtaléine). On arrête le dosage lorsque le pH atteint 8.2 (point de virage de la phénolphtaléine de l'incolore au rose pale).

- **Mode opératoire :**

- Travailler sous la hotte, on mesure comme suit l'acidité titrable :
- Préparer les dilutions : Introduire **2.5ml** de l'échantillon dans un bêcher à l'aide d'une pipette. Puis, **22.5ml** d'eau distillée à l'échantillon prélevé. Ajouter 2 à 3 gouttes de phénolphthaléine.
- Remplir la burette avec la solution de NaOH à 0.1N et la fixer au statif. Ajuster le niveau de la solution à la marque zéro.
- Tout en agitant, titrer avec la solution d'NaOH jusqu'à ce que l'indicateur vire au rose (persistante pendant 30sec). Et enfin, noter le volume de la chute burette en millilitres.

- **Expression des résultats :**

Ou :

A : l'acidité titrable

V₀: volume de la prise d'essai

V₁: volume du NaOH titré

$$A = \frac{250}{25} \times \frac{V_1}{10} \times \frac{100}{V_0} = 100 \times \frac{V_1}{V_0}$$

1.3. 3. Détermination de la densité à 20°C: Méthode « Pycnométrie »

- **Principe pour la densité d'un liquide :**

Le flacon utilisé s'appelle un pycnomètre. Il est constitué d'un petit ballon d'environ 10ml sur lequel vient s'adapter un bouchon rôdé creux dans lequel se trouve un tube capillaire.

- **Mode opératoire :**

Sur une balance de précision, on pèse :

- Le pycnomètre vide et sec, tarer son poids.
- Le pycnomètre rempli de liquide environ **10ml**, jusqu'au trait de jauge, puis mentionner son poids **M_L**.
- Pendant toutes les opérations qui vont suivre, il ne faut pas tenir le pycnomètre à pleine main.

- **Expression des résultats :**

L'expression de la densité du liquide est :

$$d = \frac{\text{masse volumique}_l}{\text{masse volumique}_e}$$

Ou :

d : la densité du liquide.

m_l: masse de la prise d'essai.

V_l: volume de la prise d'essai.

Masse volumique de l'eau=1 donc :

$$d = \text{masse volumique}_l = \frac{m_l}{V_l}$$

1.3. 4. Détermination du taux de sucre : Méthode « Réfractométrie »

- **Principe :**

Un jus sucré dévie la lumière (réfraction) à 20°C. Cette propriété est utilisée pour estimer la teneur en sucre. Il est convenable d'appeler sucre, indice réfractométrique (IR) ou Degré BRIX, le pourcentage de matière sèche soluble contenue dans une boisson, L'instrument de laboratoire, utilisé est le *réfractomètre d'Abbe*.

- **Mode opératoire :**

- Tout d'abord, nettoyer le prisme du réfractomètre avec un coton imbibé d'alcool, et sécher avec du papier absorbant.
- Déposer le liquide en quantité suffisante à l'aide d'une pipette sur la surface du prisme, après étalonnage du réfractomètre avec de l'eau distillée. Puis, fermer le couvercle du prisme mobile.

- ❖ Pour le réglage de la mire :

En agissant sur un bouton droit, amener dans le champ de vision la limite de séparation des deux zones claire et obscure. Cette ligne de séparation est plus ou moins nette. Tourner le bouton gauche ; afin de supprimer l'irisation due à la lumière incidente, la ligne de démarcation est alors nette.

Enfin, réutiliser le bouton droit, pour ajuster cette ligne de séparation à l'intersection du réticule

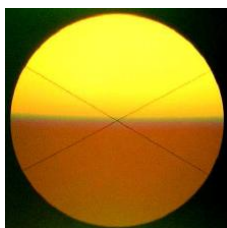


Figure N°1: Aspect du champ de vision observable dans l'oculaire

- **Expression des résultats :**

Une fois ces opérations effectuées, il suffit de regarder dans l'oculaire et de lire la valeur de l'indice de réfraction sur l'échelle supérieure en Degré BRIX.

1.3. 5. Détermination du résidu sec total: Méthode NF V05-105

- **Principe :**

La teneur en matière sèche est estimée par évaporation, puis dessiccation de l'échantillon 3 heures à l'étuve à $70 \pm 2^\circ\text{C}$.

- **Mode opératoire :**

- Peser la capsule vide et mentionner son poids (m_0).
- Homogénéiser l'échantillon (cas de présence de pulpes). A l'aide d'une pipette, introduire un volume de l'échantillon dans la capsule .Peser la capsule avec 10g d'échantillon (m_1).
- Séchage de la capsule contenant l'échantillon a l'étuve $72^\circ\text{C}/3\text{h}$.Puis, transférer l'échantillon dans un dessiccateur, et le laisser refroidir. Ensuite, Peser de nouveau l'échantillon (m_2).
- Réaliser deux essais.

- **Expression des résultats :**

Le résidu sec total est exprimé en pourcentage de la masse :

Où :

m_0 : Le poids en grammes de la capsule vide

m_1 :Le poids en grammes de la pris d'essai avant dessiccation

m_2 : Le poids en grammes de la prise d'essai après dessiccation

$$\%M = \frac{(m_2 - m_0) \times 100}{m_1}$$

1.3.6 .Détermination de la Contenance : Méthode « Volumétrie »

- **Principe :**

Le contrôle consiste à vérifier la contenance des bouteilles également déclarée sur l'étiquette.

- **Mode opératoire :**

- Verser dans un récipient gradué de grande contenance, le contenu d'une bouteille d'échantillon à analyser (eau fruitée). Noter en suite, le volume lu sur les graduations du récipient.

- **Expression des résultats :**

Comparer le volume noté avec la contenance déclarée sur l'emballage.

1.3.7. Détermination de la pulpe : Méthode « Sédimentation »

- **Principe :**

La sédimentation ou décantation est l'un des procédés de séparation des mélanges. Il consiste à laisser se sédimenter les particules en suspension dans le liquide pour pouvoir les séparer. C'est un principe utilisé par certaines stations d'épuration de l'eau (bassin de décantation).

- **Mode opératoire :**

- Dans un récipient en verre et gradué, verser le contenu d'une bouteille de l'échantillon à analyser (eau fruitée). Laisser décanter, puis noter le volume du culot (pulpe sédimentée).

1.3.8. Détermination des propriétés organoleptiques : Méthode « Analyse Sensorielle »

L'analyse sensorielle est un examen des propriétés organoleptiques d'un produit par les organes des sens, elle est ainsi à la base de tout jugement d'un produit alimentaire (**Charnay et al, 2006**). Elle vise à assurer la satisfaction du consommateur tout en minimisant les pertes pour le fabricant et le revendeur (**Roudaut, Lefrancq, 2005**).

1.3.8.1. Détermination de la Couleur : Méthode « Examen Visuelle »**• Principe :**

On détermine directement la couleur de l'échantillon analysé visuellement.

• Mode opératoire :

- La couleur, se révèle près d'une source lumineuse sur fond blanc.

1.3.8.2. Détermination du goût: par simple test de « Dégustation »**• Principe :**

Le goût est un sens complexe qui s'appuie sur la perception des saveurs, il s'entremêle avec d'autres sens (olfaction, sensation,...), pour définir le goût d'un produit, on utilise en fait tout les autres sens (**Charreau et al., 2006**).

La dégustation des jus ou eaux fruitées est un événement au cours duquel on évalue leurs caractéristiques organoleptiques.

• Mode opératoire :

- Avec un test olfactif et gustatif, en goûtant une quantité de l'échantillon.

1.4. Analyse physico-chimique des eaux fruitées lactées :

Les eaux fruitées lactées sont des produits obtenus à partir d'un mélange du lait et eau fruitée, par défaut d'absence de réglementation spécifique à ces produits, leurs paramètres analytiques sont déterminés par combinaison de ceux du lait reconstitué et d'eau fruitée, dans le tableau ci-dessous :

TABLEAU VI : méthodes d'analyse des paramètres physico-chimiques de l'eau fruitée lactée

| <i>Paramètres analytiques à déterminer</i> | <i>Méthode</i> |
|--|------------------------------|
| PH | NF V05-108 Ou potentiométrie |
| Acidité titrable | NF V04-206 Ou titrimétrie |
| Densité | Pycnométrie |
| Taux de sucre | Réfractométrie |
| Extrait sec | NF V05-105 |
| Contenance | Volumétrie |
| Couleur | Examen Visuelle |
| Goût et odeur | Dégustation et olfaction |
| Taux de lactose | NF V 04-213 |

NB : En plus des paramètres à déterminer dans cette partie, le dosage du lactose est considéré comme paramètre de contrôle primordial pour ce type de boisson, qui permet d'estimer la proportion du lait dans le produit. Le goût et la couleur peuvent aussi révéler la présence du lait dans le produit.

✚ Détermination de la teneur en lactose : Méthode « NF V04-21 »

- **Principe :**

L'échantillon est déféqué par l'haxacyanoferrate II de zinc, une solution cupro-alcaline est réduite à chaud : le précipité d'oxyde cuivreux est formé est dissout par une solution de sulfate ferrique et le sulfate ferreux formé est dosé par manganimétrie en présence d'orthophénantroline comme indicateur.

• Mode opératoire :

Prélever à la pipette, 20 ml de l'échantillon.

Défécation : dans une fiole jaugée de 200ml, introduire successivement :

- La prise d'essai, 2ml de solution d'hexacyanoferrate II de potassium, et agiter
- 2ml de solution d'acétate de zinc. Agiter.
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée tout en mélangeant. Agiter, laisser reposer 10 à 15 min, et filtrer. Filtrer à nouveau si le filtrat n'est pas absolument limpide.

Réduction : dans la fiole conique, introduire :

- 10 ml du filtrat obtenu après défécation, exactement mesurés.
- 10 ml d'eau distillée
- 20 ml de solution cuivrique
- 20 ml de solution tartro-alcaline

Porter le mélange à ébullition modérée et maintenir celle-ci pendant 3min exactement.

Refroidir ensuite immédiatement le contenu de la fiole sous un courant d'eau froid et laisser déposer le précipité d'oxyde cuivreux formé. Le liquide surnageant doit demeurer de couleur bleu. Dans le cas contraire, recommencer la détermination sur une dilution appropriée.

Lavage et dissolution de l'oxyde cuivreux : verser le liquide surnageant sur un filtre en amiante ou en verre fritté, en activant la filtration par aspiration. Il faut éviter d'entraîner le précipité sur le filtrat et de la laisser au contact de l'air.

Laver trois fois le précipité d'oxyde cuivreux avec 20ml d'eau distillée bouillie froide. Décanter et filtrer à chaque fois le liquide sur le filtre. Rejeter ce filtrat.

Dissoudre ensuite le précipité par une quantité suffisante de solution ferrique (20 à 30ml). Filtrer la solution obtenue sur le même filtre en ayant soin de dissoudre complètement tout le précipité et de recueillir le filtrat dans la fiole conique à filtrer propre. Rincer la fiole et le filtre avec trois fois 20ml d'eau distillée bouillie froide.

Titration du sel ferreux formé : ajouter à ce dernier filtrat une goutte d'orthophénantroline ferreuse et titrer avec la solution de permanganate de potassium (0.1N).

Le virage est obtenu lorsque la couleur passe du brun orangé au vert foncé.

Soit V le nombre de millimètres de solution titré nécessaire.

Remarque : l'addition de l'indicateur à l'orthophénantroline peut être supprimée, le virage se produit alors du vert pâle au rose.

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon.

- **Expression des résultats :**

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des résultats obtenus lors des déterminations.

La teneur en lactose, exprimée en gramme de lactose hydraté par litre de lait :

$$\frac{M \times 1000 \times 200}{1000 \times 20 \times 10} = M$$

La teneur en lactose, exprimée en gramme de lactose hydraté pour 100g :

$$\frac{M \times 100 \times 200}{1000 \times E \times 10} = \frac{2M}{E}$$

Où :

E : masse de la prise d'essai en gramme.

M : masse de lactose déshydraté en milligramme, lue sur le tableau A en fonction du volume V de solution de permanganate de potassium nécessaire.

2. Analyse microbiologique

2.1. Analyse microbiologique du lait pasteurisé :

2.1.1. Préparation de dilution pour essai :

Il est nécessaire de rendre l'échantillon homogène en agitant soigneusement l'échantillon. Ouvrir aseptiquement l'emballage après avoir nettoyé à l'éthanol la surface d'ouverture. Puis, procéder à la préparation des dilutions :

Une dilution au 1/10 est obtenue en transférant aseptiquement 1 ml de lait à l'aide d'une pipette de 1 ml stérile dans 9 ml de diluant. Une dilution au 1/100 est obtenue en transférant 1 ml de la dilution au 1/10 à l'aide d'une nouvelle pipette de 1 ml stérile dans un second tube de diluant. Procéder de manière identique pour les dilutions suivantes. Mélanger soigneusement chacune des dilutions au moment de leur préparation et avant les ensemencements.

- La réglementation exige un seul échantillon.

2.1.2. Dénombrement des micro-organismes aérobies à 30° C : Selon le J.O n°70. Arrêté du 11.09.2004.

❖ Ensemencement en masse :

- Prélever à l'aide d'une micropipette **1ml** de la dilution (1/10), le transférer dans une boîte de Pétri stérile. Couler 12 à 15 ml de **GN**, fondu au préalable et refroidi dans un bain d'eau à 45 °C. Mélanger soigneusement l'inoculum au milieu et laisser solidifier en posant les boîtes sur une surface fraîche et horizontale. Placer les boîtes de Pétri retournées dans une étuve à 30°C pendant 48h.

• Expression des résultats :

Retenir pour comptage, les boîtes de Pétri contenant un nombre de colonies compris entre 10 et 300. Utiliser, si nécessaire, une loupe d'un grossissement de 1,5 au maximum.

- **Mode de calcul :** Calculer le nombre de micro-organismes par millilitre de lait à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Nombre/ml} = \frac{\text{Nombre total de colonies comptées}}{\text{Volumeensemencé de l'échantillon}}$$

2.1 .3. Dénombrement des coliformes totaux et fécaux : Selon le J.O n°70. Arrêté du 11.09.2004.

❖ **Ensemencement en masse :**

- Transférer **1 ml** de la dilution (1/10) dans une boîte de Pétri stérile. Couler 15 ml de gélose **VRBL** et mélanger l'inoculum avec le milieu, homogénéiser et laisser solidifier.

➤ **Coliformes totaux :**

Placer la boîte de Pétri retournée dans une étuve à 37°C pendant 24 à 48 heures.

➤ **Coliformes fécaux :**

Placer la boîte de Pétri retournée dans une étuve à 46° C pendant 24 à 48 heures.

• **Expression des résultats**

✓ **Sélection des boîtes :** Retenir pour comptage, les boîtes de Pétri contenant moins de 150 colonies caractéristiques rouge foncé d'un diamètre d'au moins 0,5 mm.

- **Mode de calcul :** Donner le résultat des coliformes par millilitre de lait après avoir effectué la moyenne arithmétique des colonies comptées sur boîtesensemencées par le même volume de l'échantillon.

2.1 .4. Dénombrement de *Staphylococcus aureus* : Selon le J.O n°70. Arrêté du 11.09.2004.

• **préparation de la boîte :**

- Au moment de l'emploi, après fusion du milieu **Baird Parker** dans un bain d'eau à 50° C, couler la gélose dans une boîte de Pétri stérile à raison de 15 ml ou 20 ml du milieu. Laisser solidifier, puis sécher la boîte en la plaçant dans une étuve entre 45° C et 53° C durant 30 minutes. Procéder à l'ensemencement dans les 30 minutes qui suivent la fin du séchage.

❖ Ensemencement en surface :

- À l'aide d'un étaleur en verre stérile, étaler **1ml** de la dilution (1/10) à la surface du milieu **BP**. Puis, placer la boîte de Pétri retournée dans une étuve à 37°C pendant 24 à 48 heures.

• Lecture :

Colonies noires, brillantes, convexes, entourées d'une zone transparente qui peut être translucide. Retenir pour comptage, les boîtes contenant 150 colonies caractéristiques.

Prélever en vue de l'épreuve de la coagulase un nombre maximum de cinq colonies.

❖ Epreuve de la coagulase :

- Ensemencer la colonie dans un bouillon cœur et incuber dans une étuve à 37° C / 20 à 24 h.
- Pour l'épreuve de la coagulase, utiliser un plasma de lapin contenant de l'E.D.T.A, à défaut ajouter une solution d'E.D.T.A. de sorte que la concentration finale dans le plasma réhydraté soit de 0,1 %.
- L'épreuve est reconnue positive lorsque le coagulum occupe plus des trois quarts du volume initial.

• Expression des résultats

Si au moins 80 % des colonies examinées sont coagulase positive, considérer que la totalité des colonies dénombrées correspond à *Staphylococcus aureus*.

2.1 .5. Recherche des *Salmonella* : Selon le J.O n°42. Arrêté du 23.01.2005**❖ Pré enrichissement**

- Afin de réduire la charge de travail, mélanger aseptiquement 3 unités de lait et les rassembler dans un récipient stérile. Prélever aseptiquement 25ml du lait à partir de ce mélange, et les introduire dans 225ml du bouillon **SFB** avec un additif (sous forme de disque).Mélanger soigneusement et incuber à l'étuve à 37° C, pendant 20h à 24 heures.

✓ Après l'incubation, si le résultat est positif : virage du milieu au rouge brick + un dépôt rougeâtre on procède à l'isolement.

❖ Isolement :

- On fait un repiquage vers un milieu **SS** ou **hektoen** (milieu sélectif pour l'isolement des entérobactéries pathogènes) et incubé à 37°C pendant 24h.

• Lecture :

- Gélose Hektoen : colonies bleu-vert avec/ou sans centre noir.
- Gélose SS : Colonies rouges : lactose +
Colonies incolores : lactose – (salmonelles, shigelles)

Un autre caractère biochimique que l'on peut suivre sur ces milieux, est la **production d'H₂S** à partir de thiosulfate. Elle se traduit par l'obtention de colonies à centre noir, coloration due à la formation de sulfure de fer. Ce caractère est important car il permet de différencier les *Salmonella* (H₂S +) des *Shigella* (H₂S -).

2.2. Analyse microbiologique des eaux fruitées :**2.2.1. Préparation de l'échantillon pour l'analyse :**

- La réglementation exige cinq unités composant l'échantillon (5 bouteilles) numérotés.
- Préparer les boîtes de pétrie (mentionner : la date, le germe recherché, le numéro de l'échantillon).
- Travailler auprès du bec Bunsen, désinfecter les mains et nettoyer la paillasse avec l'alcool.
- Nettoyer l'ouverture de la bouteille avec un coton imbibé d'alcool et flamber.
- Agiter par retournement la bouteille pour homogénéiser le produit.
- Ouvrir aseptiquement le bouchon.

2.2.2. Recherche des coliformes totaux et fécaux (méthode MFHBP-19 canada) :

❖ Ensemencement en masse :

- Le milieu utilisé : le milieu **VRBL** préparé au préalable (fondu au bain mari a T° 95°C et refroidit).

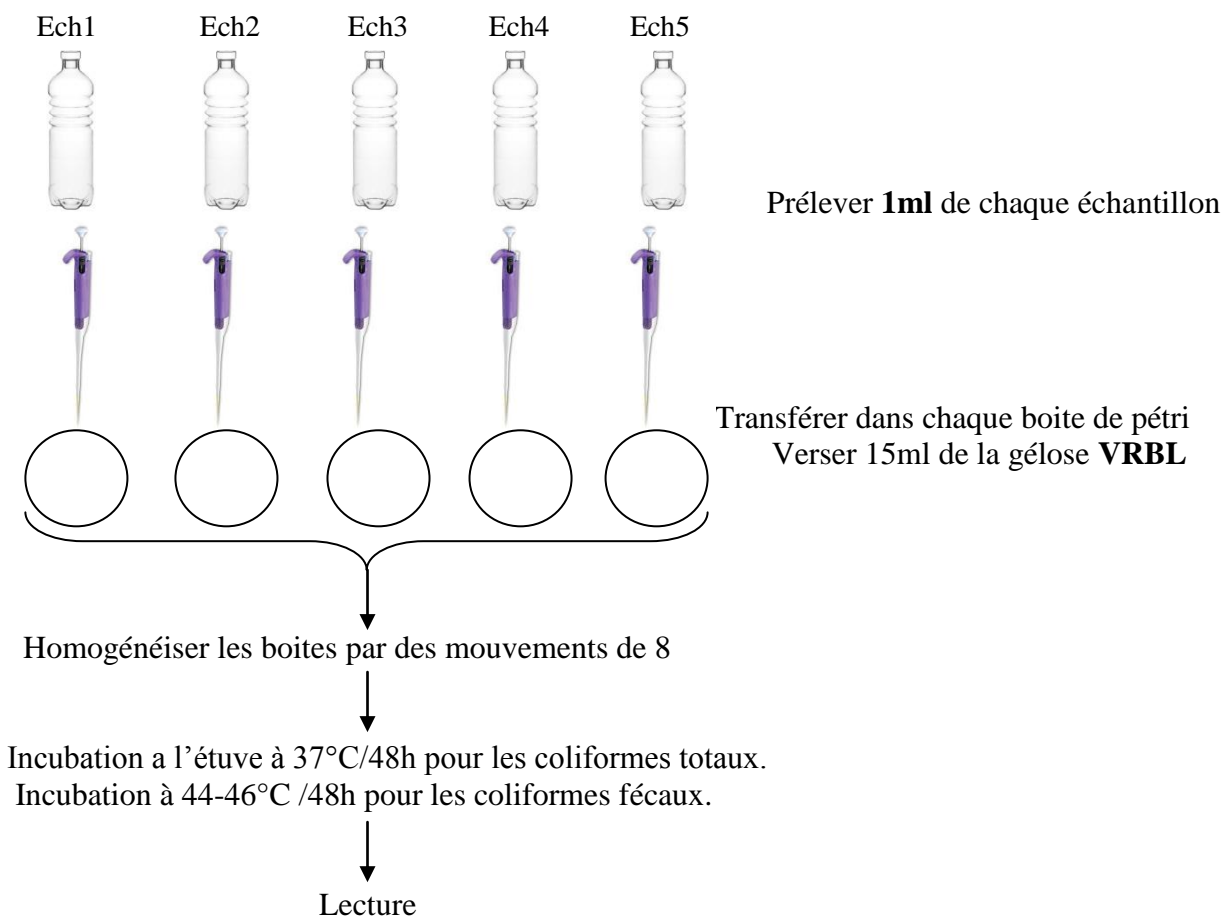


Figure N°2 : Schéma représentatif du dénombrement des coliformes

• Lecture :

Colonies rouge ou violette de diamètre 0.5 mm minimum, entourées d'un halo violet de sels biliaries précipités.

La présence simultanée de cristal violet et de sels biliaries assure l'inhibition des bactéries à Gram positif.

La fermentation du lactose se traduit par une acidification, révélée par le virage au rouge de l'indicateur pH (rouge neutre), et par la précipitation d'acides biliaries autour des colonies.

2.2.3. Recherche des levures et moisissures: (méthode ISO7954)

❖ Ensemencement en masse :

- Le milieu utilisé: le milieu **OGA** préparé au préalable (fondue au bain marie à T° 95°C et refroidit). Ajouter à 250ml du milieu de base OGA, 20ml de la solution d'oxytétracycline (antibiotique) et bien mélanger.

NB : Le supplément sélectif Oxytétracycline 50 mg est constitué par un antibiotique, l'oxytétracycline. Présenté sous forme lyophilisée, il permet d'inhiber la plupart des bactéries, afin de favoriser le développement des levures et des moisissures.

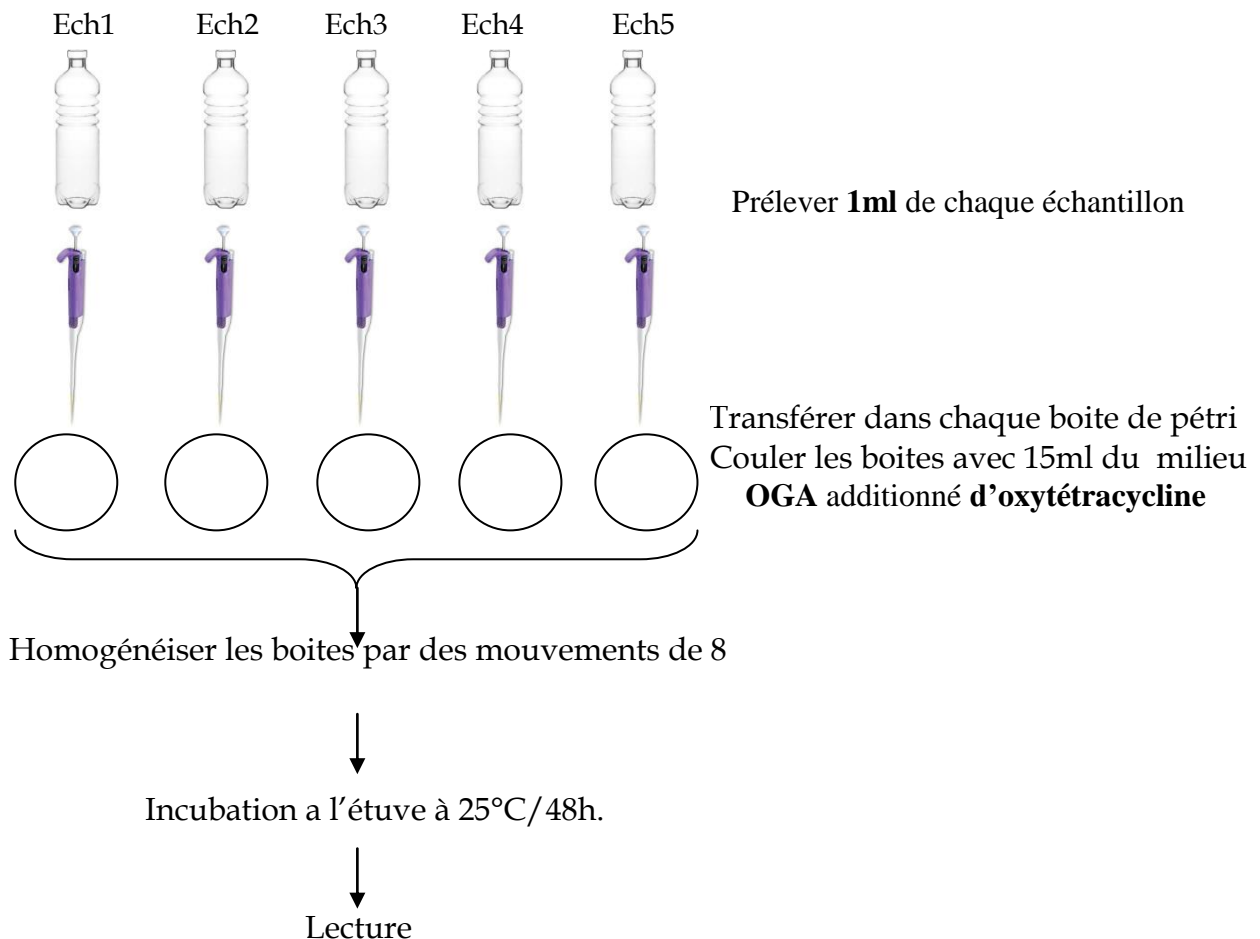


Figure N°3 : Schéma représentatif du dénombrement des levures et moisissures

• Lecture :

Colonies rondes avec aspect régulier c'est des levures.

Les colonies qui ont un aspect filamenteux et irrégulier, sont des moisissures.

2.2.4. Recherche des levures osmophiles (méthode ISO7954)

❖ Ensemencement en masse :

Le milieu utilisé: le milieu **OGA hypersaccharosé**, préparé au préalable (fondue au bain mari a T° 95°C et refroidit). Ajouter à **250ml** du milieu de base OGA hypersaccharosé, **20ml** de la solution d'oxytétracycline (antibiotique) et bien mélanger.

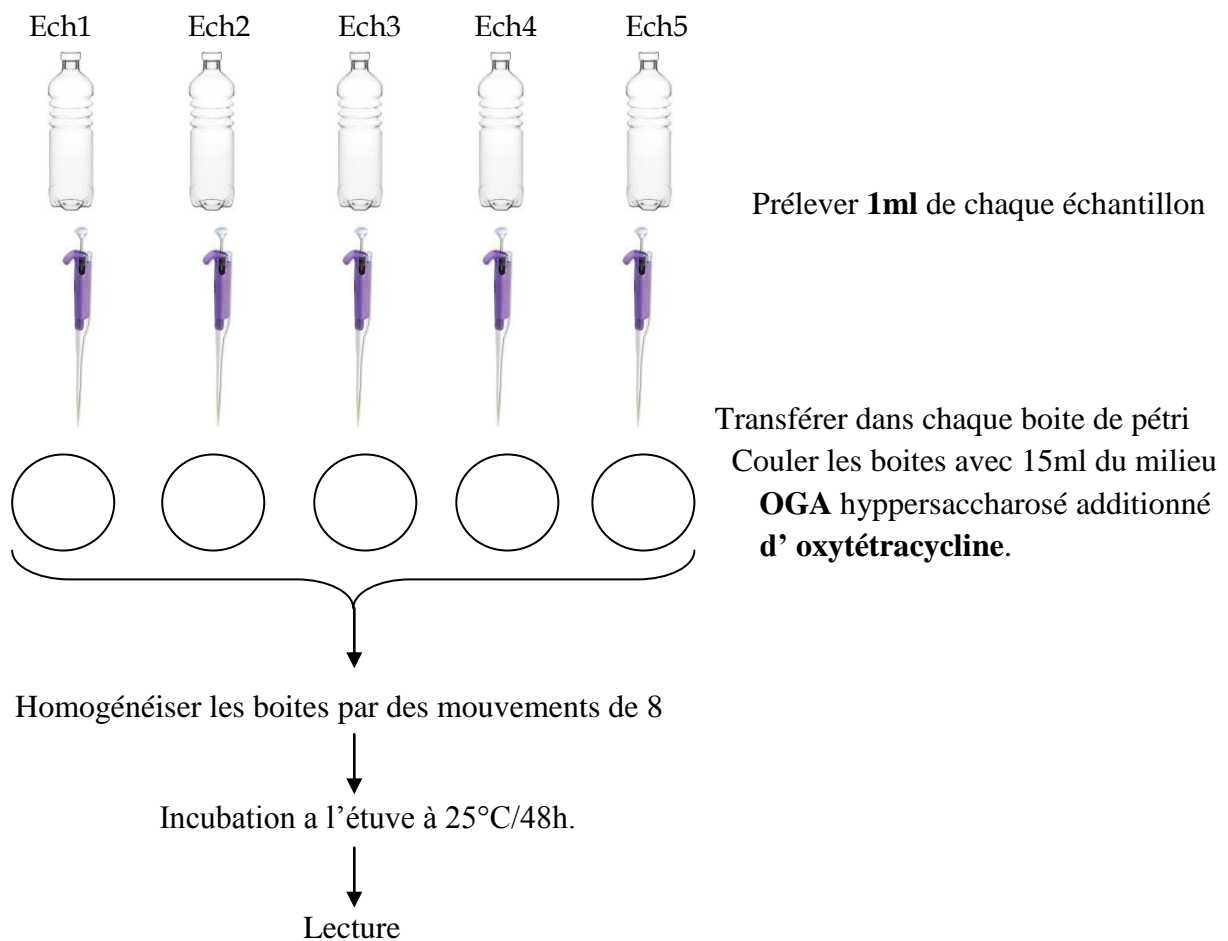


Figure N°4: Schéma représentatif du dénombrement des levures osmophiles.

• Lecture :

L'aspect des colonies caractérisant les levures osmophiles dans ce milieu est sous forme de colonies lenticulaires.

2.3. Analyses microbiologiques des eaux fruitées lactées :

L'eau fruitée lactée est une boisson non réglementé à l'échelle nationale et internationale, actuellement il n'existe aucune norme ou réglementation régissant le contrôle de ce produit, pour cela on procède à une combinaison entre les paramètres des eaux fruitées et du lait qui sont les deux composants d'une eau fruitée lactée.

Par défaut d'absence de méthodes d'analyse réglementée pour le contrôle microbiologique de cette boisson, on fait appel à des méthodes harmonisées globales pour tous les aliments.

TABLEAU VII : méthodes d'analyse des paramètres microbiologiques de l'eau fruitée lactée.

| <i>Paramètres microbiologiques</i> | <i>Méthode</i> |
|------------------------------------|-----------------|
| Germes aérobies à 30°C | MFO-24 |
| Coliformes Totaux et Fécaux | MFHBP-19 CANADA |
| <i>Staphylococcus aureus</i> | méthode MFO-22 |
| Levures et moisissures | ISO7954 |
| Levures osmophiles | ISO7954 |

Remarque : Selon la demande du client parfois, on peut négliger la recherche des germes qui ne sont pas suspectés être présent dans l'aliment le cas de *Clostridium butyrique* et *Leuconostoc citrovarum* dans les eaux fruitées et les eaux fruitées lactées.

1. Les résultats des analyses physico-chimiques :

1.1. Résultats des analyses physico-chimiques du lait :

TABLEAU N° VIII : Résultats d'analyses physico-chimiques du lait pasteurisé.

| Date de prélèvement | 12/03/2013 | 01/04/2013 | 04/04/2013 | Norme |
|--|------------------|------------|------------|-------|
| <i>Produit</i> <i>Détermination</i> | <i>Résultats</i> | | | |
| | <i>P1</i> | <i>P2</i> | <i>P3</i> | |
| PH | 6.72 | 6.45 | 6.60 | / |
| Acidité titrable °D | 16 | 18 | 16 | / |
| Densité à 20°C | 1.032 | 1.031 | 1.032 | / |
| Extrait sec% | 10.48 | 10.45 | 10.41 | / |
| Matière grasse g/l | 16 | 17 | 19 | 15-20 |
| Stabilité | Stable | Stable | Stable | / |

P : produit

Le pH varie modérément dans les trois produits à des valeurs proches, entre 6 et 7, cela nous renseigne beaucoup plus sur la stabilité du lait et celle de ces micelles et protéines (Vignola, 2002). Ainsi pour l'acidité titrable qui dépend de la teneur en acide lactique dans le lait, elle augmente avec la dégradation du lactose en acide lactique (Bonder et Silvestre, 2005). D'après les résultats obtenus, les trois produits analysés sont de bonne qualité par rapport à la fiche technique du producteur.

La densité est en relation avec le taux de la matière grasse et l'extrait sec du lait (Lagiere, 1996), l'écémage (élévation de la densité), ou le mouillage (diminution de la densité) laisse soupçonner une fraude. Mais un lait simultanément mouillé et écémé aura une densité normale.

La matière grasse est conforme selon le journal officiel n°69 Art 12 du 27/10/1993, le reste des paramètres ne sont pas réglementés se référer à la fiche technique du produit.

D'après les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, on remarque que les valeurs obtenues pour tous les paramètres sur les différents échantillons du lait, sont conformes aux normes fixées par l'entreprise cliente.

1.2. Résultats des analyses physico-chimiques des eaux fruitées :

TABLEAU N° IX: Résultats des analyses physico-chimiques des eaux fruitées.

| Date de prélèvement | 09/03/2013 | 11/03/2013 | 11/03/2013 | 21/03/2013 | Norme |
|--------------------------|---------------------------|------------|-----------------------------|------------|-------|
| Produit Détermination | <i>Eau fruitée orange</i> | | <i>Eau fruitée cocktail</i> | | |
| | Résultats | | | | |
| | P1 | P2 | P1 | P2 | |
| PH | 3.05 | 2.39 | 2.25 | 2.62 | / |
| Acidité titrable g/l | 3.64 | 1.62 | 1.42 | 2.80 | / |
| Densité à 20°C | 1.052 | 1.054 | 1.059 | 1.054 | / |
| Extrait sec% | 12.21 | 13.72 | 13.72 | 11.75 | / |
| Taux de sucre % | 11.75 | 13.50 | 13.75 | 12.50 | / |
| Teneur en pulpe | 10.50 | 10.55 | 10.45 | 10.35 | / |
| Contenance L | 2 | 2 | 2 | 2 | / |
| Gout et couleur | Identifié | identifié | identifié | identifié | / |

Le pH des produits est acide et varie entre (2.25 et 3.05), cela peut être à l'origine de plusieurs facteurs tels que la variété du concentré de fruit utilisé : étant « l'orange, cocktail », les additifs ajoutés pour standardiser le produits final : régulateur d'acidité, arôme, colorants...

Ces résultats confirment les résultats de comparaison de l'acidité présentés dans le même tableau puisque le pH et l'acidité sont en étroites corrélation.

La densité est fonction de la quantité du concentré utilisé dans la boisson (**Paturel, 1909**), sa valeur est presque stable dans les différents échantillons analysés, elle est au environ de (1.055)

L'extrait sec varie entre (11.75 et 13.72), cela peut être expliqué par la teneur de l'échantillon en concentré, et à la quantité d'eau ajoutée.

Dans cette analyse, on mettra en évidence les sucres présents dans les eaux fruitées (faits à partir des concentrés). La teneur en sucres dans les échantillons analysés varie entre (11.75 et 13.75), cela peut être dû à la quantité du sucre et à la nature du sucre ajouté, lors de sa préparation, et celle contenue dans le concentré.

Le goût et la couleur est spécifique pour chaque type de concentré du fruit utilisé.

La majorité des produits sont conformes en se référant à la fiche technique, par défaut d'absence de réglementation.

1.3. Résultats des analyses physico-chimiques des eaux fruitées lactées :

TABLEAU N° X : Résultats d'analyses physico-chimiques des eaux fruitées lactées

| Date de prélèvement | 27/ 03/2013 | | | | Norme |
|--------------------------|-------------|-----------|-----------|-----------|-------|
| Produit Détermination | Résultats | | | | |
| | E1 | E2 | E3 | E4 | |
| PH | 4.65 | 4.30 | 4.01 | 4.03 | / |
| Acidité titrable g/l | 3.36 | 3.08 | 3.92 | 3.96 | / |
| Densité à 20°C | 1.060 | 1.061 | 1.064 | 1.045 | / |
| Extrait sec % | 15.03 | 14.51 | 11.78 | 13.78 | / |
| Taux de sucre % | 14.50 | 14.25 | 11.50 | 13 | / |
| Contenance cl | 20 | 20 | 20 | 20 | / |
| Couleur | Identifié | Identifié | Identifié | Identifié | / |
| Gout et odeur | Identifié | Identifié | Identifié | Identifié | / |
| Taux du lactose g/20g | 8 | 8,3 | <1 | <1 | / |

Le pH des échantillons analysés est compris entre (4 et 4.65), ce ph résulte du mélange du lait qui à un pH (6.6), et des eaux fruitées qui présentent en général des ph acides.

Les résultats du tableau ci -dessus montrent que : l'acidité titrable se situe entre (3 et 4), elle est exprimée par rapport à l'acide citrique ajouté ou contenu dans le concentré de fruit.

La densité varie d'un échantillon à l'autre, entre (1.045 et 1.064), cette petite différence est en fonction de l'extrait sec (**Paturol, 1909**), compris entre (11.78 et 15.03) qui représente la quantité du concentré de jus de fruit, et celle de la poudre du lait mélangés, le sucre et les arômes ajoutés.

On remarque, après séchage à l'étuve, que *l'échantillon 1* est coloré et opaque par rapport aux autres. Du fait de l'ajout des arômes, et colorants.

Le taux de sucre dans les boissons analysées varie entre (11.50 et 14.50), il englobe le sucre du lait (lactose), le sucre du concentré de jus, ainsi qu'à celui ajouté.

Le lactose est un paramètre important, permettant d'estimer la proportion du lait dans les eaux fruitées lactées. Une eau fruitée lactée doit contenir au maximum 8.6g du lactose dans 20g.

La teneur en lactose dans les échantillons 1 et 2 est acceptable (8 et 8,3) pour les classer parmi les boissons lactées. Par contre dans l'échantillon 3 et 4, elle est faible (<1g/20g d'échantillon), donc ces boissons sont juste enrichies en lait, mais pas à base de lait, ce qui annule leurs dénomination «boissons lactées».

Parmi les critères de qualité, les boissons lactées doivent avoir la couleur, l'arôme et la saveur caractéristique. Lors de l'analyse sensorielle on a perçue, une odeur du lait, alors que la poudre utilisée est à 0% de matière grasse, qui doit être responsable de cette odeur spécifique du lait, cela nous a conduits à suspecter l'usage d'arômes du lait.

2. Les résultats des analyses microbiologiques :

2.1. Résultats des analyses microbiologiques du lait :

TABLEAU N° XI : Résultats des analyses microbiologiques du lait pasteurisé.

| <i>Date de prélèvement</i> | 12 /03/2013 | 01/04/2013 | 04/04/2013 | <i>Norme (UFC/ml)</i> |
|------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------------|
| <i>Produit</i> | <i>Résultat</i> | | | |
| <i>Paramètres</i> | Lait N°1 | Lait N°2 | Lait N°3 | |
| Germes aérobies à 30°C | < 3.10 ⁴ | < 3.10 ⁴ | < 3.10 ⁴ | 3.10 ⁴ |
| Coliformes | Abs | Abs | Abs | 1 |
| Coliformes Fécaux | Abs | Abs | Abs | absence |
| <i>Staphylococcus aureus</i> | Abs | Abs | Abs | 1 |
| Salmonella | Abs | Abs | Abs | absence |

Les résultats sont conformes aux normes exigées, les germes sont absents dans les trois échantillons du lait analysés, avec une prolifération de quelques germes aérobies à 30° en nombre inférieur à la norme.

Le lait a subi un traitement de pasteurisation, et pour cela la majorité des germes sont éliminés.

Donc on peut conclure que les trois échantillons du lait sont de qualité microbiologique satisfaisante, selon l'arrêté interministériel du 24 janvier 1998 et du 11 septembre 2004 concernant les *Salmonella*.

2.2. Résultats des analyses microbiologiques des eaux fruitées :

Puisque les instructions (par rapport à la contenance des bouteilles) indiquées dans la réglementation (JORA n°35), ne sont pas compatibles à celles des échantillons analysés, la conformité est exprimée par rapport à des seuils plus stricts.

TABLEAU N° XII : Résultats des analyses microbiologiques des eaux fruitées (orange)

| <i>Date de prélèvement</i> | 09 / 03 / 2013 | | | | | <i>Norme (UFC/ml)</i> |
|----------------------------|------------------|-----------|---------------------------|-----------|-----------|---------------------------|
| <i>Produit</i> | <i>Résultats</i> | | | | | |
| <i>Paramètres</i> | Ech1 | Ech2 | Ech3 | Ech4 | Ech5 | |
| Coliformes | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | Absence |
| Levures osmophiles | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | Absence |
| Levures | Abs | 83 | 1,5 10² | 09 | 70 | Absence |
| Moisissures | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | Absence |

Il n'y a pas de prolifération des coliformes (PH minimum=4,4) dans les cinq échantillons d'eau fruitée, du fait du PH acide (3,05) qui rend ce milieu défavorable à leur développement. Ainsi que pour les levures osmophiles qui exigent pour leur croissance, un taux extrêmement élevé en sucre (activité de l'eau très faible) ; ce qui justifie leur absence dans les cinq échantillons.

Mais on remarque un développement des levures dans les échantillon 2, 3, 4 et 5 d'eau fruitée qui est un produit présentant un taux de sucre modérément élevé (11,75%) ce qui permet la prolifération des levures qui se développent bien dans tel milieu sucrés et acides.

On conclue que ce produit est de qualité microbiologique **Non satisfaisante** selon la fiche technique.

TABLEAU N°XIII : Résultats des analyses microbiologiques des eaux fruitées (cocktail)

| <i>Date de prélèvement</i> | 11/ 03 / 2013 | | | | | <i>Norme (UFC/ml)</i> |
|----------------------------|------------------|------|------|------------|------|---------------------------|
| <i>Produit</i> | <i>Résultats</i> | | | | | |
| <i>Paramètres</i> | Ech1 | Ech2 | Ech3 | Ech4 | Ech5 | |
| Coliformes | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | absence |
| Levures osmophiles | Abs | Abs | Abs | 88 | Abs | absence |
| Levures | 11 | Abs | 02 | 256 | Abs | absence |
| Moisissures | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | absence |

Les analyses microbiologiques ont révélés un développement des levures dans les échantillons 1 et 3, notamment en nombre élevé dans l'échantillon 4, qui présente en plus des levures, une prolifération importante des levures osmophiles.

Ce produit présente un taux de sucre élevé (13,75 %) et un PH plus bas (PH=2,25) par rapport à d'autres eaux fruitées analysées, ce qui explique le développement accrue des levures et des levures osmophiles dans cet échantillon. Comme il peut être dû à l'usage des ingrédients contaminés (sucre, pulpe,...), ou aux mauvaises manipulations.

Donc on constate que ce produit est de qualité microbiologique **Non satisfaisante** selon la fiche technique.

TABLEAU N°XIV : Résultats des analyses microbiologiques des eaux fruitées (cocktail)

| <i>Date de prélèvement</i> | 21/ 03 / 2013 | | | | | <i>Norme (UFC/ml)</i> |
|----------------------------|------------------|------|------|------|------|---------------------------|
| <i>Produit</i> | <i>Résultats</i> | | | | | |
| <i>Paramètres</i> | Ech1 | Ech2 | Ech3 | Ech4 | Ech5 | |
| Coliformes | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | absence |
| Levures osmophiles | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | absence |
| Levures | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | absence |
| Moisissures | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | absence |

On remarque une absence totale des différents germes dans les cinq échantillons analysés, car ce produit présente des conditions défavorables à la croissance de la majorité de ces derniers. (Taux de sucre 12,50 %, PH= 2,62), en plus du traitement thermique de pasteurisation subit.

De ce fait ce produit est de qualité microbiologique **satisfaisante** selon la fiche technique.

2.3. Résultats des analyses microbiologiques des eaux fruitées lactées :

TABLEAU N° XV : Résultats des analyses microbiologiques des eaux fruitées lactées

| <i>Date de prélèvement</i> | 26 / 03 / 2013 | | | | | <i>Norme (UFC/ml)</i> |
|------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|---------------------------|
| <i>Produit</i> | <i>Résultats</i> | | | | | |
| <i>Paramètres</i> | Ech1 | Ech2 | Ech3 | Ech4 | Ech5 | |
| Germes aérobies à 30°C | <3.10 ⁴ | <3.10 ⁴ | <3.10 ⁴ | <3.10 ⁴ | <3.10 ⁴ | 3.10 ⁴ |
| Coliformes | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | 1 |
| Coliformes Fécaux | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs |
| <i>Staphylococcus aureus</i> | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | 1 |
| Levures osmophiles | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs |
| Levures | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs |
| Moisissure | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs | Abs |

Les résultats sont conformes aux normes, l'absence des germes dans les cinq échantillons peut être expliqué par l'acidité de ce produit (PH: 4,01) qui est défavorable pour la croissance de certains germes et aussi par l'effet du traitement thermique subit (pasteurisation).

L'absence des coliformes et des coliformes fécaux indique une bonne qualité hygiénique de ce produit. Cela signifie qu'il a été fabriqué dans de bonne conditions de préparation et que les conditions de conservation sont adéquates (nombre de colonies de germes aérobies à 30°C inférieur a la norme indiqué).

Donc ce produit est de qualité microbiologique satisfaisante selon la fiche technique.

Conclusion :

Sans doute, tout produit alimentaire doit être réglementé pour assurer la sécurité et la protection de la santé du consommateur.

Les consommateurs préfèrent se désaltérer au cours de la journée avec des boissons aromatisées, et plus spécialement avec des jus de fruits ou des dérivés, plutôt que d'absorber du lait liquide. Or ces boissons présentent souvent un mauvais équilibre nutritionnel lié à une charge saccharidique importante et à une carence en protéines, on conçoit donc l'intérêt de disposer d'une boisson possédant les qualités nutritionnelles élevées des protéines du lait, tout en satisfaisant le goût du consommateur pour les boissons aromatisées ou à base de jus de fruits.

Vu qu'il y a eu une absence de normes nationales et internationales régissant le contrôle de ce type de produit, notamment les nouveaux produits présentant souvent des appellations correspondant à des variétés différentes, tel que les produits étudiés dans ce travail, et que les producteurs ont longtemps entretenu cette confusion et profité de l'absence d'un cadre réglementaire et de contrôles rigoureux.

Dans notre étude et d'après les analyses de ces produits, on a pu distinguer les boissons lactées de celles agrémentées en lait grâce au « dosage du lactose », et de différencier entre les jus et les eaux fruitées, ce qui nous a facilité leur classement selon le CODEX.

❖ **Perspectives** : il sera proposé de :

- Elaborer une fiche technique spécifique pour ce produit, non réglementé (eau fruitée lactée) portant sur des paramètres de contrôle physico-chimiques et microbiologiques permettant de surveiller sa qualité, pour mieux protéger la santé du consommateur.
- Compléter la fiche technique par un paramètre clé qui est « dosage du lactose », permettant d'estimer la proportion du lait dans les eaux fruitées lactées, pour garantir la qualité loyale du produit.
- Donner une nouvelle dénomination « eau fruitée enrichie en lait » pour les boissons contenant une faible teneur en lait.
- Regrouper les eaux fruitées, les eaux fruitées enrichies en lait et boissons aromatisées à base d'eau dans une même catégorie, car la confusion est énorme à l'usage de l'appellation jus, et boissons lactées.

FICHE TECHNIQUE SPÉCIFIQUE AU CONTRÔLE DES EAUX FRUITÉES LACTÉES :

CRITÈRES PHYSICO-CHIMIQUES :

| Paramètre | Norme |
|-----------------------------------|---------------|
| PH | 4 – 4.65 |
| Acidité titrable | 3 – 3.5 g /l |
| Densité | 1.040 - 1.064 |
| Extrait sec | 13 – 15 % |
| Taux de sucre | 12– 14.5 % |
| Lactose | 8.6 g /20g |
| Propriétés organoleptiques | Identifiées |

CRITÈRES MICROBIOLOGIQUES :

| Germes | Nombre d'unités composant l'échantillon | Seuil Limite d'Acceptabilité |
|------------------------------|--|---|
| Germes Aérobie A 30°C | 5 | 3.10 ⁴ |
| Coliformes | 5 | 1 |
| Coliformes Fécaux | 5 | absence |
| <i>Staphylococcus Aureus</i> | 5 | 1 |
| <i>Clostridium Butyrique</i> | 5 | absence |
| Levures Osmophiles | 5 | absence |
| Levures | 5 | absence |
| Moisissures | 5 | absence |

Anonyme 01 : Parler normes couramment l'essentiel : Communication Groupe AFNOR. (2009). Edition : Afnor normalisation ,11 rue Francis de Pressensé 93571 La Plaine Saint-Denis, cedex. (p1, 2,4).

Anonyme 02 : Traite des vaches laitière. (1° Ed). Edition : France agricole. (2009). (p 412, 414).
ISBN 978-2-85557-163-8.

Bonder, C., Silvestre, R. (2005). Pratiquer les contrôles analytiques en œnologie.
Edition : Educagri, Paris. p 37.
ISBN : 978-2-84444-412-7.

Bonnefoy, C., Guillet, F., Leyral , G., Verne , E . (2002). Microbiologie et qualité dans les industries agro-alimentaires (collection biosciences et techniques ; séries : sciences des aliments). Edition : Doin , Centre régional de documentation pédagogique d'aquitaine, Bordeaux , Paris .(p16 , 101).
ISBN 2 -86617-395-5.

Bornert, G. (2000). LA place des analyses microbiologiques de denrées alimentaire dans le cadre d'une démarche d'assurance sécurité : *Revue Méd. Vêt.* 151, 8-9, 805-812

Boudra, A. (2007). Industrie des boissons et des jus de fruit. Edition : EDPME

Boularak, A. (2005). Guide des déterminations analytiques des laits et produits laitiers. Direction Générale du contrôle Economique et de la Répression des Fraudes, Ministère du Commerce.

Cachau-Herreillat, D. (2009). Des expériences de la famille Acide-Base. (3°Ed).
Edition : De Boeck Université, Rue des minimes 39, B-1000 Bruxelles .p13
ISBN 978-2-8041-1891-4

Charnay, P., Tourmeau, J., Auzias, D., Labourdette, J P. (2006). Le petit futé :

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Guide de pratique de la dégustation. Edition : Publibook- 14, rue des volontaires-75015, Paris. p155.

Charreau, V., Etienne, N., Ingargiola, E., Et Cachon, Z. (col). (2006). A la découverte des aliments : Tester, comprendre et partager les sciences de l'alimentation. Edition : Educagri, BP 687999621079, Dijon Cedex. p 40.

ISBN : 978-2-84444-444-8

Chevalier, P., Groupe scientifique sur l'eau. (2003). Coliformes totaux. Dans *Fiches synthèses sur l'eau potable et la santé humaine*, p1. Edition : Institut national de santé publique, Québec.

Codex alimentarius. (2000). Lait et produits laitiers :(volume 12). Edition : secrétariat du programme mixte FAO/OMS sur les normes aliment, Rome.

ISBN 92-5-204497-3.

Espiard, E. (2002). Introduction à la transformation industrielle des fruits. Edition : TEC & DOC. Paris, p 31.

George, I., Servais, P. (2002). Traitement des eaux sources et dynamique des coliformes dans le bassin de la seine : Ecologie des systèmes aquatiques. Edition : Université Libre de Bruxelles, Belgique. p5.

Hermier, J., Lenoir, J., Weber, F. (1992). Les groupes microbiens d'intérêt laitier.

Edition : CEPIL, Paris. p 4.

Ingénieurs Sans frontières (ISF). (2011). Les enjeux de la normalisation pour les produits issus de l'agriculture des pays du Sud. En ligne [http:// www.d-ph.info/index_fr.html](http://www.d-ph.info/index_fr.html).

Jean, L. (1997). Microbiologie alimentaire : Contrôle microbiologiques des aliments. Edition : université Montpellier de sciences et techniques. (P 4, 5,37).

Jean, M. (2007). Germes aérobies mésophiles. Edition : Service de la consommation et des affaires vétérinaires, Neuchâtel, Suisse.

Lagiere, M. (1996). Physique industriel des fluides : Notion fondamentales et applications numériques. Edition : Technip, Paris. p 135

ISBN : 2-7108-0701-7

Lazarte, M. (2012). L'ISO & l'alimentation qualité et sécurité de la ferme à l'assiette. Edition : Secrétariat central de l'ISO. 1, chemin de la Voie-Creuse Case postale 56 CH - 1211 Genève 20, Suisse.

ISBN 978-92-67-20562-5

Leyral, G. ,Vierling, E. (2007). Microbiologie et toxicologie des aliments : Hygiène et sécurité alimentaire (collection biosciences et techniques ,séries : sciences des aliments, 4° Ed). Edition : Centre Régional de Documentation Pédagogique d'Aquitaine, Bordeaux.(p 20-108).

ISBN 978-2-7040-1233-6.

Marteau, A., Marteau, Ph. (2005). Produits laitiers et intolérance au lactose, Cniel, « Questions sur », 8 pages : Entre intolérance au lactose et mal digestion, les cahiers de Nutrition et de Diététique (Hors Série 1, 2005, 1S20-1S23).

Meyer, A., Deiana, J., Bernard, A. (2004). Biosciences et techniques : cours de microbiologie général avec problèmes et exercices corrigés (2° Ed). Edition : Doin Editeurs, groupe liaison SA- 1, avenue Edward belin 92856, Rueil Malmaison-cedex, France. p 69.

ISBN 2-7040-1170-2.

Patrel, M G. (1909). Annales de chimie analytique appliquée à l'industrie, à l'agriculture, à la pharmacie et à la biologie: *Revue de chimie analytique* (volume 14). Edition : X-ROCQUES, 45-rue Turenne. Paris, p 329

Roudaut, H., Lefrancq, E. (2005).Alimentation Théorique : Science des Aliments, Edition: Doin , centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine , 75 cours Alsace-Lorraine-33075, Bordeaux cedex. (P 45,49).

INSB : 2-86617-487-9

Vierling, E. (2008).Aliments et boissons : filière et produits.(3^oEd).Edition : Dion, Centre Regional de Documentation Pédagogique d'Aquitaine,France.p 16

INSB 978-2-86617-3

Vignola C L. (2002). Sciences et technologie du lait : transformation du lait. Edition: Ecole polytechnique Montreal, Canada. (p 311,600).

ISBN : 2-553-01029-X

Normes et textes réglementaires

CODEX STAN 192-1995. Norme générale codex pour les additifs alimentaires : Système de classification des aliments. p10.

CODEX STAN 247-2005. Norme générale codex pour les jus et les nectars de fruits. (p1, 3).

JORA n°06 .1989 .Loi n°89-02 du 7 février 1989 relative aux Règles générales de protection du consommateur. Article 3. p 114

JORA n°69.1993. Arrête interministériel du 18 aout 1993 relatif aux spécifications et la présentation de certains laits de consommation.(p 16,17,18).

JORA n° 11.1998. Décret n°98-69 du 21 février 1998 portant création et statut de l'institut algérien de la normalisation (IANOR). p21.

JORA n°35. 1998. Arrête interministériel du 24 janvier 1998 modifiant et complétant l'arrêté du 23 juillet 1994 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires. p7.

JORA n°42. 2005. Arrêté du 23 janvier 2005 rendant obligatoire une méthode de recherche des salmonella dans le lait et les produits laitiers. p7.

JORA n°15. 2009. Loi n° 09-03 du 25 février 2009 relative à la protection du consommateur et à la répression des fraudes. P10.

JORF.1970. Normes françaises homologuées par l'arrêté du 31/9/1970

JORF.1971. Normes françaises homologuées par l'arrêté du 3/01/1971: Milk - Determination of Lactosegehaltes.

Référence électroniques :

Anonyme 01 : L'Institut algérien de la normalisation (IANOR), en ligne : www.mipmepi.gov.dz/L-Institut-Algerien-de-la-normalisation : consulté 20/05/2013.

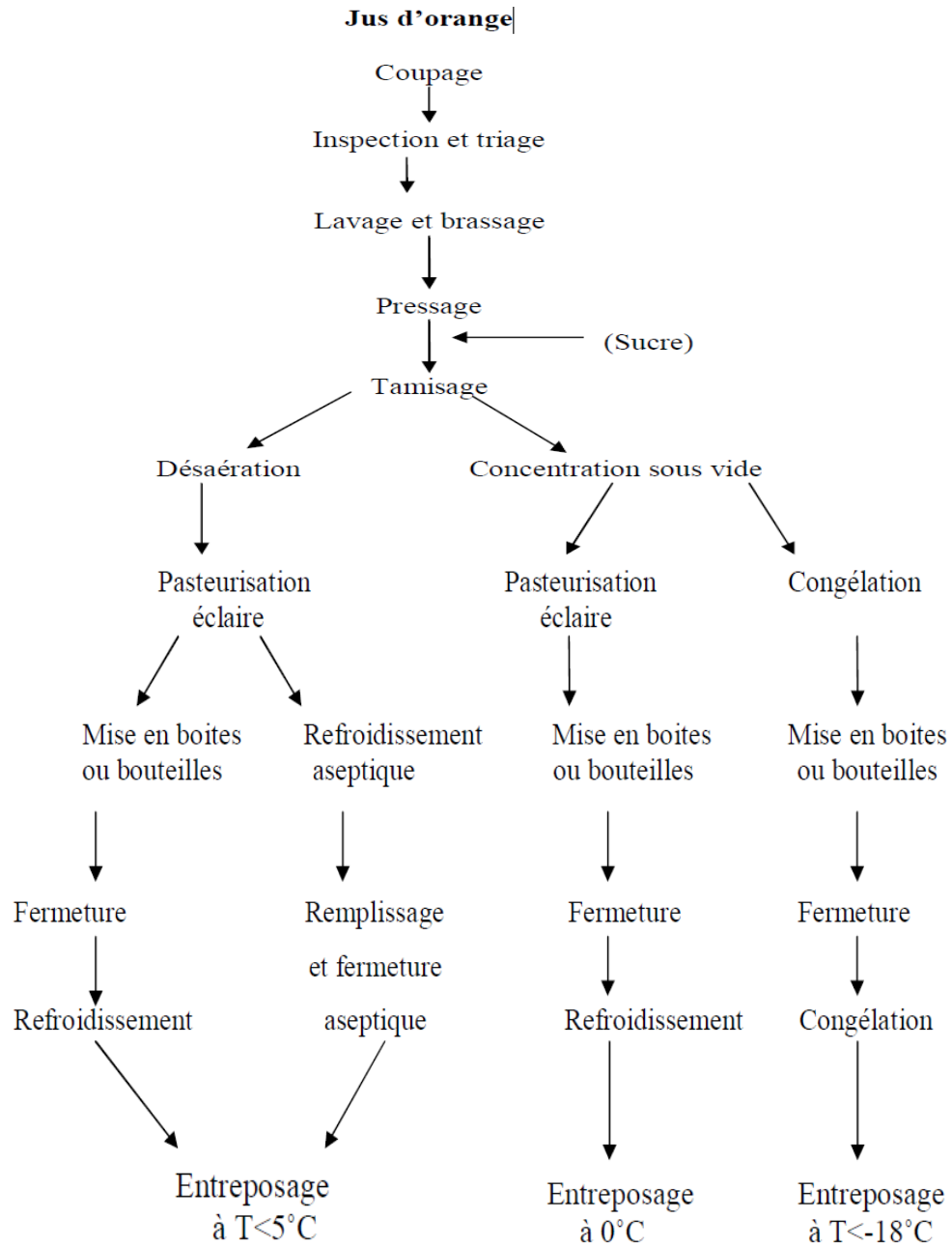
Anonyme 02 : France (AFNOR), En ligne :

http://www.iso.org/iso/fr/about/iso_members/iso_member_body.htm member,

Consulté le : 20/05/2013.

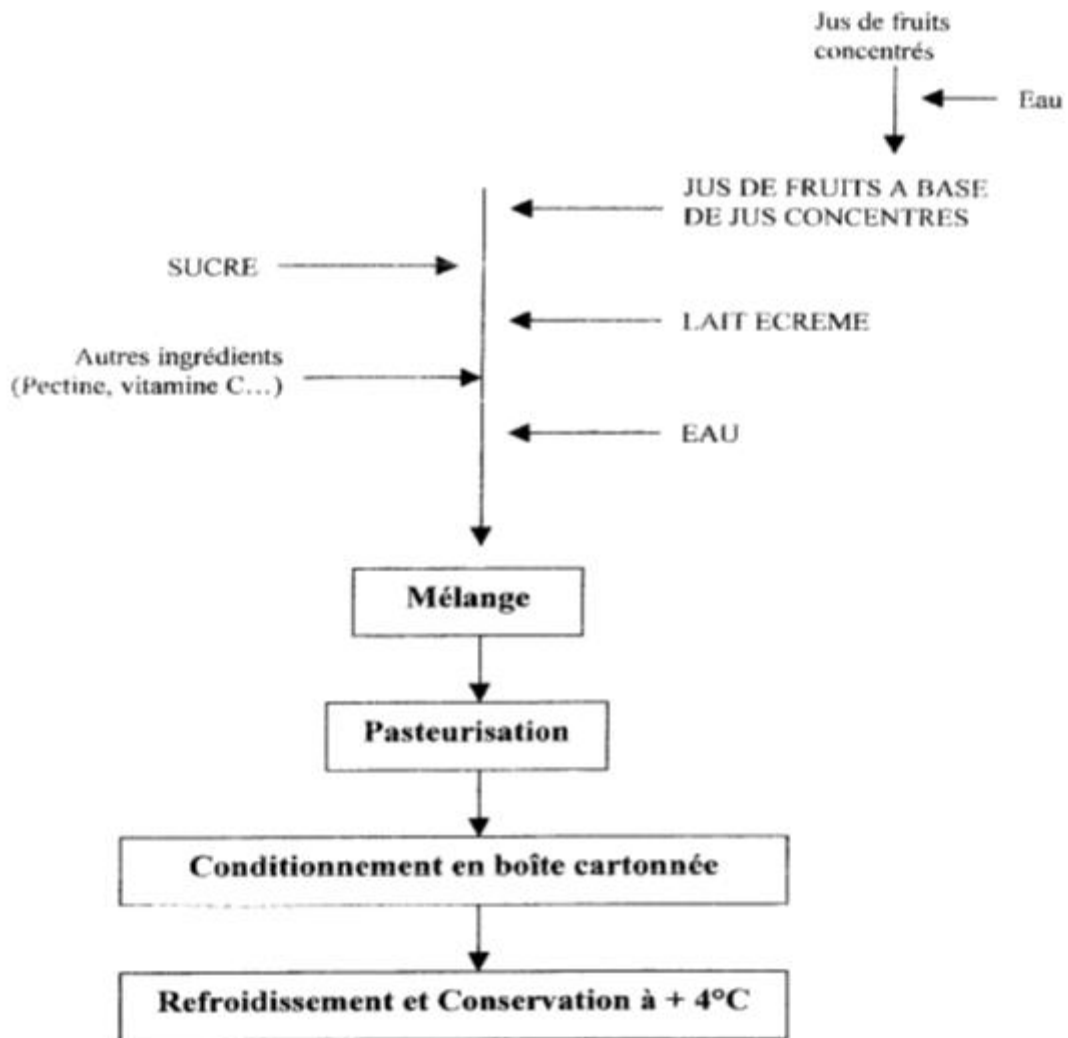
Annexe I

Diagramme 1 : chaine de fabrication de jus d'orange



Annexe II

Diagramme 2 : de fabrication des boissons lactées



Annexe III

Classification de quelques produits selon CODEX STAN 192-1995

❖ Classification des produits laitiers selon CODEX STAN 192-1995 :

01.0 Produits laitiers et similaires:

Inclut tous les types de produits laitiers qui sont dérivés du lait d'animaux de traite . Dans cette catégorie, un produit est dit « nature » lorsqu'il n'est pas aromatisé, ne contient pas de fruits, de légumes ou autres ingrédients non laitiers, n'est pas mélangé avec d'autres ingrédients non laitiers, sauf autorisés par les normes correspondantes. Les analogues sont des produits dans lesquels les matières grasses du lait ont été partiellement ou entièrement remplacées par des graisses ou des huiles végétales.

01.1 Lait et boissons lactées:

Inclut tous les produits laitiers liquides nature ou aromatisés à base de lait écrémé, partiellement écrémé, à faible teneur en matières grasses ou entier.

01.1.1 Lait et babeurre (nature):

Inclut uniquement les produits liquides. Inclut le lait nature reconstitué qui ne contient que des ingrédients laitiers.

01.1.1.1 Lait (nature):

Lait liquide obtenu à partir d'animaux de traite (tels que, vaches, brebis, chèvres, bufflonne). Le lait est en général traité à la chaleur par pasteurisation, traitement à ultra haute température (UHT) ou stérilisation.¹³ Inclut le lait écrémé, partiellement écrémé, à faible teneur en matières grasses ou entier.

01.1.1.2 Babeurre (nature)

01.1.2 Boissons lactées, aromatisées et/ou fermentées (par exemple, lait chocolaté, cacao, « eggnog », yogourt à boire, boissons à base de lactosérum):

Inclut toutes les boissons prêtes à la consommation à base de lait liquide aromatisé et leurs préparations, à l'exclusion des préparations pour cacao (préparations sucrées à base de cacao, catégorie 05.1.1). Par exemple: chocolat chaud, boissons maltées au chocolat, yogourt à boire aromatisé à la fraise, boissons aux ferments lactiques, et lassi (liquide obtenu en fouettant le caillé provenant de la fermentation lactique de lait, et en le mélangeant avec du sucre ou un édulcorant artificiel).

❖ **Classification des boissons selon CODEX STAN 192-1995 :**

14.0 Boissons, à l'exclusion des produits laitiers:

Cette grande catégorie est divisée en deux catégories subsidiaires: boissons sans alcool (14.1) et boissons alcoolisées (14.2). Les boissons à base de lait sont incluses dans la catégorie 01.1.2.

14.1 Boissons sans alcool:

Cette catégorie inclut les eaux, plates ou gazeuses (14.1.1), les jus de fruits et de légumes (14.1.2), les nectars de fruits et de légumes (14.1.3), les boissons gazeuses et non gazeuses aromatisées à base d'eau (14.1.4) et les boissons en infusion ou en percolation à base d'eau, telles que le café et le thé (14.1.5).

14.1.1 Eaux

14.1.2 Jus de fruits et de légumes:

Cette catégorie ne comprend que les jus de fruits et de légumes. Les boissons à base de jus de fruits et de légumes font partie de la catégorie 14.1.4.2. Les mélanges de jus de fruits et de légumes sont classés séparément selon leurs composantes (jus de fruits (14.1.2.1) et jus de légumes (14.1.2.3)).

14.1.2.1 Jus de fruits:

Le jus de fruits est le liquide non fermenté mais fermentescible tiré de la partie comestible de fruits sains, parvenus au degré de maturation approprié et frais, ou de fruits conservés dans de saines conditions par des moyens adaptés. Le jus est obtenu par des procédés adaptés qui conservent les caractéristiques physiques, chimiques, organoleptiques et nutritionnelles du fruit dont il provient. Le jus peut être trouble ou clair et peut contenir des substances aromatiques et des composés volatiles, restitués (dans les limites correspondant au type de fruit) à condition qu'ils proviennent des mêmes espèces de fruit et soient obtenus par des moyens physiques adaptés. De la pulpe et des cellules, obtenues par des moyens physiques adaptés et provenant des mêmes espèces de fruit, peuvent être ajoutées. Un jus simple est obtenu à partir d'un seul type de fruit. Un jus mélangé est obtenu en mélangeant deux ou plusieurs jus ou jus et purées de différents types de fruit. Le jus de fruits peut être obtenu, par exemple, par pression directe par des procédés d'extraction mécaniques, en reconstituant du jus de fruits concentré (catégorie 14.1.2.3) avec de l'eau ou, dans certaines situations, par extraction hydrique du fruit entier (comme le jus de pruneau extrait de pruneaux séchés)⁸³. Exemples: jus d'orange, jus de pomme, jus de cassis, jus de citron, jus orange-mangue et eau de coco.

14.1.2.2 Jus de légumes

14.1.2.3 Concentrés de jus de fruits:

Le concentré de jus de fruits est un produit qui correspond à la définition donnée pour la catégorie 14.1.2.1 et qui est obtenu par élimination physique de l'eau du jus de fruit en quantité suffisante pour porter la valeur Brix à un niveau supérieur de 50 pour cent au moins à la valeur x établie pour le jus reconstitué du même fruit. Pour la production de jus destiné à être concentré, des procédés adaptés sont utilisés et peuvent être associés à la diffusion concomitante de cellules ou de pulpe de fruit dans l'eau, à condition que les solides solubles dont l'eau a été extraite soient ajoutés au jus d'origine, avant concentration. Les concentrés de jus de fruits peuvent contenir (dans les limites correspondant à la même espèce de fruit) des substances aromatiques et des composés volatiles restitués, qui doivent tous provenir des mêmes types de fruit et être obtenus par des moyens

physiques. De la pulpe et des cellules, obtenues par des moyens physiques adaptés et provenant de la même espèce de fruit, peuvent être ajoutés.

14.1.2.4 Concentrés pour jus de légumes

14.1.3 Nectars de fruits et de légumes:

Les nectars de fruits et de légumes sont des boissons obtenues à partir de purées, de jus ou de concentrés de fruit ou de légume, mélangés avec de l'eau et du sucre, du miel, des sirops et/ou d'autres édulcorants.⁸⁴ Les mélanges de nectars de fruit et de légume sont classés sous la même rubrique que leurs composantes (c'est-à-dire, nectar de fruit (14.1.3.1) et nectar de légume (14.1.3.2)).

14.1.3.1 Nectar de fruit

14.1.3.2 Nectar de légume

14.1.3.3 Concentré de nectar de fruit

14.1.4 Boissons aromatisée à base d'eau, y compris les boissons pour sportifs et les boissons « énergétiques » ou « électrolytes », et les boissons concentrées:

Inclut toutes les variétés et tous les concentrés gazeux et non gazeux. Inclut les produits obtenus à partir de jus de fruits et de légumes.⁸⁴ Inclut aussi les boissons à base de café, de thé et de plantes aromatiques.

14.1.4.1 Boissons aromatisée à base d'eau, gazeuses

14.1.4.2 Boissons aromatisées à base d'eau, non gazeuses, y compris punches et poudres du type Kool-aid:

Inclut les boissons aromatisées à base d'eau sans adjonction de gaz carbonique, les boissons à base de jus de fruits et de légumes (par exemple, boissons à base d'amandes, d'anis, de noix de coco et de ginseng), les boissons de type Kool-aid aromatisées (par exemple, limonade, orangeade), les boissons non alcoolisées à base d'agrumes, capile groselha, les boissons à l'acide lactique, les boissons à base de café et de thé prêtes à la consommation, avec ou sans lait ou extrait sec de lait, et les boissons à base de plantes (par exemple, thé glacé, thé glacé aromatisé aux fruits, cappuccino en boîte réfrigéré) ainsi que les boissons pour sportifs contenant des électrolytes. Ces boissons peuvent être claires ou contenir des matières particulières (par exemple, morceaux de fruits) et peuvent être sucrées avec du sucre ou un édulcorant intense non nutritif ou non sucrées. Inclut les boissons dites « énergétiques » qui ne sont pas gazéifiées et présentent des teneurs élevées en nutriments et d'autres ingrédients (par exemple, caféine, taurine, carnitine).

14.1.4.3 Concentrés (liquides ou solides) pour la préparation de boissons à base aromatisée d'eau

14.1.5 Café et succédanés, thés, infusions et autres boissons chaudes à base de céréales ou de grains, à l'exclusion du cacao

14.2 Boissons alcoolisées et produits comparables à teneur faible ou nulle en alcool

ANNEXE IV

Plans d'échantillonnage

Les plans d'échantillonnage sont établis en fonction de l'objectif à évaluer : contrôle de qualité régulier, programme de surveillance, recherche de microorganismes pathogènes en fonction de l'évaluation de risque, contrôle réglementaire, etc. Le nombre d'échantillons requis n'est pas toujours de cinq (ICMSF, 1986; *Codex Alimentarius*, Norme ISO 2859; Jarvis 1989; Puri, S.C. 1990).

❖ **Interprétation des résultats d'analyses microbiologiques (selon J.O n°35 annexe III):****1. Plan à 3 classes :**

➤ **Principe :** ce plan est ainsi désigné parce que les résultats des examens interprétés sur cette base permettent de fixer trois classes de contamination, à savoir :

- ▶ celle inférieure ou égale au critère « m »
- ▶ celle comprise entre le critère « m » et le seuil « M »
- ▶ celle supérieure au seuil « M »

Les critères qualitatifs « m » et « M », sauf autre indication, expriment le nombre de germes présent dans 1g ou 1ml d'aliment, et dans 25g d'aliment pour les *Salmonella* et les *Listeria monocytogène*

m : seuil au-dessous duquel le produit est considéré comme étant de qualité satisfaisante. Tous les résultats inférieurs ou égaux à ce critère sont considérés comme satisfaisants.

n : nombre d'unités composant l'échantillon.

c : nombre d'unités de l'échantillon donnant des valeurs situées entre « m » et « M »

M : seuil limite d'acceptabilité au-delà duquel les résultats ne sont plus considérés comme satisfaisants, sans pour autant que le produit soit considéré comme toxique.

M= 10m lors du dénombrement effectué en milieu solide.

M= 30m lors du dénombrement effectué en milieu liquide.

➤ **Application pratique :** la qualité du lot est considéré comme satisfaisante ou acceptable en application de l'article 4 de l'arrêté du 23 juillet 1994, lorsque aucun résultat ne dépasse M :

Si les valeurs observées sont : $\left\{ \begin{array}{l} <3\mathbf{m} \text{ lors d'emploi de milieu solide,} \\ <10\mathbf{m} \text{ lors d'emploi de milieu liquide} \end{array} \right. \Rightarrow \text{Qualité satisfaisante}$

Si les valeurs observées sont comprises entre:

$\left\{ \begin{array}{l} 3\mathbf{m} \text{ et } 10\mathbf{m} (=M) \text{ en milieu solide,} \\ 10\mathbf{m} \text{ et } 30\mathbf{m} (M) \text{ en milieu liquide, et} \\ \mathbf{c/n} \text{ inférieur ou égal au rapport fixé,} \\ \text{Par exemple } \mathbf{c/n} < 2/5 \text{ avec le plan } \mathbf{n=5} \text{ et } \mathbf{c=2} \end{array} \right. \Rightarrow \text{Qualité acceptable}$

Si les résultats sont: $\left\{ \begin{array}{l} \mathbf{c/n} \text{ est supérieur ou égal au rapport fixé.} \\ \text{Résultats obtenu supérieur à M.} \end{array} \right. \Rightarrow \text{Qualité non satisfaisants}$

ANNEXE V

Appareillage, matériel et verrerie du laboratoire QUALILAB :

➤ **APPAREILS :**

- ✗ **Four :** pour la stérilisation du matériel, en chaleur sèche, en le maintenant à une température comprise entre 170°C à 175°C /1h.
- ✗ **Autoclave :** pour la stérilisation du matériel en chaleur humide, en le maintenant à une température de 121°C ± 1 durant au moins 20 minutes, et pour la stérilisation des milieux de culture et des réactifs.
- ✗ **Enceinte de séchage (étuve ou incubateur) :** trois étuves ventilées, permettant de sécher la surface des milieux gélosés coulés en boîtes, réglable à : 30°C ; 37°C et 46°C
- ✗ **Bains marie :** pour la préparation des milieux de cultures.
- ✗ **Homogénéisateurs :** pour l'homogénéisation des boites de pétri.
- ✗ **Plaque agitatrice:** muni d'un barreau magnétique, permet de mélanger les milieux de culture, afin d'obtenir une suspension ou gélose homogène. Son principe est basé sur un mouvement de rotation.
- ✗ **Broyeur :** pour le broyage de l'échantillon (en cas de produit solides)
- ✗ **Réfrigérateur :** permet de conserver les échantillons, les milieux et réactifs préparés.
- ✗ **PH-mètre :** permettant de mesurer le pH des milieux et réactifs préparés .
- ✗ **Balance :** permet la mesure du poids des échantillons.
- ✗ **Dessiccateur :** pour absorber l'humidité.
- ✗ **Unité de filtration et pompe de filtration :** utilisée en cas de dénombrements par filtration.
- ✗ **Centrifugeuse:**
- ✗ **Réfractomètre d'Abbe:** qui sert pour la mesure de l'indice de réfraction en Degrés BRIX.
- ✗ **Aw-mètre :** pour la mesure de l'activité de l'eau.
- ✗ **Microscopes :** pour faire la lecture microscopique.

➤ **MATERIEL ET VERRERIE** : doivent pouvoir résister à des stérilisations répétées :

- ✗ **Hotte à Flux Laminaire** : dotée d'un système d'aération et une lampe UV ; elle sert pour la manipulation et la stérilisation du matériel.
- ✗ **Flacons de culture** : pour la stérilisation et la conservation des milieux de culture et l'incubation des milieux liquides.
- ✗ **Becs Bunsen** : pour stériliser l'atmosphère du travail et le matériel.
- ✗ **Pipettes pasteur, Micropipettes, Pipettes graduées** (en verre de 25 ml, 10 ml et 1 ml), **Pipettes** (bouchées avec du coton), ...
- ✗ **Eprouvettes graduées, Fioles jaugées, Tubes à essai, Bêcher gradués, récipients gradués.**
- ✗ **Thermomètre** : gradué, pour mesurer la température des échantillons.
- ✗ **Burette** : graduée, fixée au statif.
- ✗ **Lactodensimètre** : pour la mesure de la densité du lait.
- ✗ **Pycnomètre en verre** : jaugé de 10 ml, terminé par une partie conique rodée.
- ✗ **Butyromètre** : pour la détermination de la teneur en matière grasse.
- ✗ **Capsule** : utilisée pour la détermination de l'extrait sec.
- ✗ **Anses bouclées** : en platine ou en nickel-chrome.
- ✗ **Boîtes de Pétri** : pour l'ensemencement.
- ✗ **Lampe à UV** : pour détecter des germes fluorescents.
- ✗ **Un stéréo zoom** : loupe pour faciliter la lecture des boîtes et le dénombrement des micro-organismes.
- ✗ **Bac de décontamination**: contenant de l'eau de javel.

ANNEXE VI
FIGURES



Figure : Etiquette représentative d'une boisson lactée étudiée

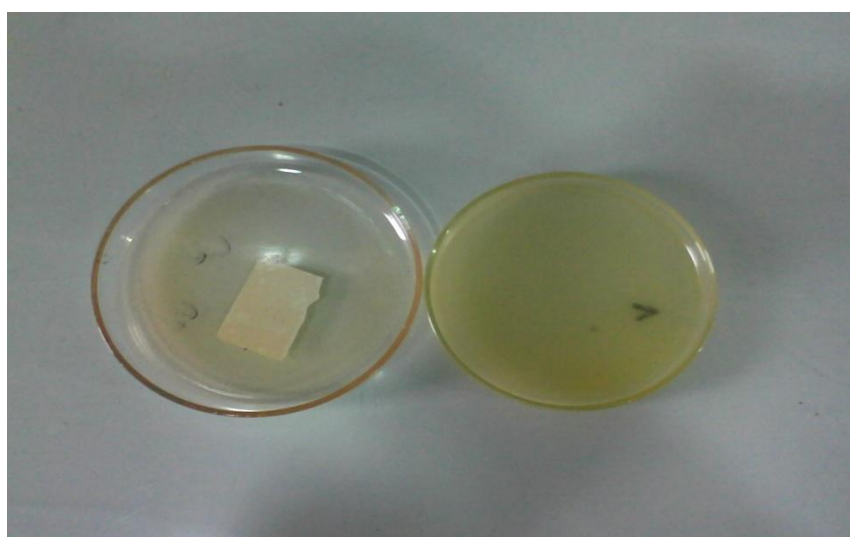


Figure : Aspect de l'extrait sec après étuvage
(Boisson lactée)

Introduction

Partie Théorique

Dispositifs réglementaires

Généralités

*Paramètres de contrôle
des produits étudiés*

Partie Pratique

Présentation du laboratoire
QUALILAB

Matériels et méthodes

Résultats et interprétation

Conclusion

Bibliographie

Annexe

Glossaire

Résumé

Dans le domaine agro-alimentaire, les produits font l'objet de plusieurs analyses physico-chimiques et microbiologiques avant leur commercialisation, ce qui constitue une garantie pour l'industrie afin de livrer sur le marché des produits conformes aux normes, et une assurance pour le consommateur sur la qualité du produit consommé.

Notre stage réalisé au niveau du laboratoire de contrôle de qualité *QUALILAB* est porté sur l'étude de quelques produits alimentaires non réglementés dont les eaux fruitées et les eaux fruitées lactées, dans le but de leur normalisation.

En se basant sur la réglementation et les analyses effectuées, on a essayé de classer les eaux fruitées, et de donner une dénomination « eau fruitée enrichie en lait » pour les boissons lactées contenant une faible teneur en lait grâce à un paramètre clé qui est « le dosage du lactose ». Et enfin une fiche technique spécifique pour les eaux fruitées lactées est élaborée en vue de faciliter leur contrôle.

Mot clé : *Réglementation, Paramètres de contrôle, Analyses physico-chimiques et microbiologiques, Dosage du lactose, classification, Eau fruitée lactée.*

Abstract

In the agro-alimentary field, the products subject of several physicochemical and microbiological analyses before their marketing, which constitutes a warranty for industry in order to deliver on the market products in accordance with standard, and insurance for consumers about the quality of the products.

Our internship achieved within the laboratory of quality control *QUALILAB* is focused on the study of some food products unregulated of which fruity water and lacteous fruity water, with an aim of their standardization.

Based on the regulation and the analyses carried out, we tried classifying fruity water, and to give a denomination “fruity water enriched in milk” for lacteous drinks containing a low amount of milk using a key parameter which is “the proportioning of lactose”. And finally a specific data sheet for lacteous fruity water is elaborate in order to facilitate their control.

Keywords: *Regulation, control parameters, physic-chemical and microbiological analysis, Proportioning of lactose, classification, lacteous fruity Water.*