République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane MIRA de Bejaia

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 d'Ingénieur d'Etat En Contrôle De Qualité et Analyse

Thème

Suivi des paramètres physico-chimiques et microbiologiques au cours de fabrication du « CANDY-CHOCO » produit par Tchin-lait CANDIA

Présenté par :

- **Mlle** HAROUNE Nassima
- **Mlle** MEDDOUR Saloua

Membres du Jury :

- **Promotrice :** Mme IKHENACHE F.
- **Président du Jury:** Mr BOUKHALFA F.
- **Examinatrice 1:** Mme BOULEKBACHE L.
- **Examinatrice 2**: Mme FELLA S.

Promotion 2011/2012

Remerciement

Au terme de ce modeste travail, nous tenons à remercier le Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience pour achever ce travail.

Nous avons tout le plaisir de présenter nos sincères remerciements à notre chef de Département Mme Louailleche pour sa précieuse aide, ces orientations tout le long de nos études.

Nos remerciements les plus sincères et les plus profonds sont adressé à :

♦Notre promotrice Mme IKHNACHE pour sa disponibilité et ses précieux conseils tout au long de notre travail.

♦Toute l'équipe de Tchin-lait « Candia » en particulier Mr Berkati et toute l'équipe de laboratoire : Mr Madjebber, Mr Aboud, Mme Brahmi, Nassim, Farid, Fares, Hamid, Nasser, et tous les employeurs de Tchin-lait Candia pour leurs aides précieuses lors de la réalisation de ce travail.

♦Tous ceux et celles qui nous ont aidé de prés ou de loin.

Nassima & Saloua

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

« La mémoire de tous les étudiants et les enseignants de Targa Ouzemour,

La mémoire de tous les handicaps et malades,

La mémoire de ma grand-mère « Ima Fafa » et tous les Musulmans que Allah ait leurs âmes et les accueille en son vaste paradis,

Mes chers parents, merci d'être là pour moi,

Mes adorables frères et sœurs pour leurs soutient moral et matériel et pour leurs continuels encouragements,

Mes tantes et mes ancles avec leurs familles,

Mes meilleurs amis(es) surtout Fayrouz, Baya, Nassim, Khadîdja et Khadîdja KASSA, ainsi Ouhemed,

Tout mon village AKANTAS et ses habitants,

Toute la promotion CQA, SA et Génie bio.2012 Surtout Salima, Souhila, Sonia et Wahiba,

Ma binôme et chère amie Saloua sans oublier sa famille ».

Dieu merci.

Nassima

Dédicaces

A l'aide de DIEU, le tout puissant, ce travail est achevé

Je le dédie à toutes les personnes qui me sont chères

A mes parents pour leurs exprimes tout le respect et l'amour que j'ai pour eux et pour leurs témoigner ma reconnaissance pour tous les efforts et sacrifices qui ont entrepris à de me voir ce que je suis ;

A la mémoire de mon grand père Arezki, et mon père d'éducation Madjid, que dieu les bénisse dan son vaste paradis ;

A mes grandes mères Taklith et Zahra, à Nana Sakina, Nana Djamila et son marie ;

A ma sœur Warda et son petit fils Willem que j'adore beaucoup ;

A mes chers frères : Medan, Khider et Salim ;

A mes cousins et cousines : Mouhoub, Lounis et Djouhra

A mes amies: Salima, Amina, Sonia, Khadidja, Anissa et toute sa famille;

A Ma binôme et chère amie Nassima et toute sa famille;

A toute la promotion CQA

SALOUA

- **BCPL** : bouillon Lactosé au Pourpre de Bromocrésol
- **BCPLG** : gélose Lactosée au Pourpre de Bromocrésol
- **BLBVB** : bouillon Lactosé bilié au vert brillant
- **CTMP** : Chemical- Thermo-Mechanical Pulp ou pâte à papier produite de façon chimico-thermo-mécanique
- **DLC** : Date limite de consommation.
- **EDTA :** éthylène diamine tétra acétique
- **ES** : extrait sec
- **ESD** : extrait sec dégraissé
- **EST** : extrait sec total
- **Fc** : facteur de correction
- **FTAM :** flore totale aérobie mésophile
- **GT** : germes totaux
- **H%** : Humidité
- **HTST** : Haut Temperature Short time
- **J.O.R.A :** journal officiel de la république algérienne
- **LR** : liquide Ringer
- **M** : Marron
- **MG** : matière grasse
- **MSD** : matière sèche dégraissé
- **MST** : matière sèche totale
- **N** : normale
- **NE** : normes d'entreprise (CANDIA)
- **N.E.T** : noir ériochrome T
- **OGA** : gélose glucosé à l'oxytétracycline
- **PAE**: prélèvement automatique d'échantillons.
- **PCA** : Plate Count agar
- **R :** Rapport
- **(SH-)** : groupements sulfhydriles
- **TH :** titre hydrotimétrique
- **TR** : Tank de Reconstitution
- **TSC** : gélose à la Trypticase sulfite Cycloserine
- **U.H.T** : ultra haute température

- **VF** : Viande de foie
- **VRBG** : gélose glucosée biliée au cristal violet et au rouge neutre.

Tableau I : Composition moyenne du lait de différentes espèces animales en %.....3

Tableau II: Caractéristiques organoleptiques du lait ……5

Tableau III : Valeur nutritionnelle du lait chocolaté…….9

Tableau IV: Modes opératoires utilisés pour la recherche microbiologique au niveau de l'eau de process …….32

Tableau V: Modes opératoires utilisés pour la recherche microbiologique au niveau de la poudre du lait ……...33

Tableau VI : Modes opératoires utilisés pour la recherche microbiologique au niveau de la poudre de cacao ……34

Tableau VII : Modes opératoires utilisés pour la recherche microbiologique au niveau du sucre……. ……35

Tableau VIII : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'eau de process……..38

Tableau IX: Les résultats d'analyses physico-chimiques de la poudre du lait 0% et 26%.....39

Tableau X : Résultats d'analyses physico-chimiques de la poudre de cacao……..40

Tableau XI: Les résultats d'analyses physico-chimiques de lait chocolaté reconstitué……..41

Tableau XII: Résultats d'analyses physico-chimiques de la 1^{ére} et 2^{éme} production……...42

Tableau XIII : Résultats d'analyses physico-chimiques de la 3^{éme} et 4^{éme} production……..43

Tableau XIV : Résultats d'analyses microbiologiques de l'eau de process……....44

Tableau XV: Résultats d'analyses microbiologiques de la poudre de lait 0%.....45

Tableau XVI : Résultats d'analyses microbiologiques de la poudre du lait 26%.....45

Tableau XVII: Résultats d'analyses microbiologiques de la poudre de cacao……....46

Tableau XVIII : Résultats d'analyses microbiologiques de sucre……..46

Tableau XIX : Résultats d'analyses microbiologiques de produit fini (5bricks)……..…..47

Tableau XX: Résultats du pH et les germes totaux après l'étuvage de produit fini……....48

N° de Figure	Titre	Page ou annexe
Figure 1	les fèves de cacao	Page 10
Figure 2	Diagramme de fabrication du lait chocolaté	Annexe I
Figure 3	Diagramme du circuit suivi par le matériau d'emballage dans une machine Tétra Pack	Annexe II
Figure 4	Les six couches de l'emballage Tétra Pack	Annexe III
Figure 5	produits de l'unité Tchin-lait "Candia"	Page 19
Figure 6	Organigramme de l'organisation de la laiterie Tchin-lait Candia	Page 20
Figure 7	Dessiccateur à infrarouge	Page 24
Figure 8	Butyromètre GERBER "Lait sec »	Page 25
Figure 9	Densimètre pour Candy-choco	Page 29
Figure 10	Butyromètre GERBER	Page 29
Figure 11	Dénombrement des GT du produit fini « Candy-choco »	Page 36

Table des matières

Remerciement

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste de tableaux

Liste des figures

Introduction……...…1

Partie théorique

Chapitre I : Généralités sur le lait

1. **Le lait**…….2
   1.1.Définition……..2
   1.2.Composition chimique du lait……...2
   1.3.valeur nutritionnelle du lait……...5
   1.4.Propriétés du lait……...5
   1.5.Intérêt des différents traitements thermiques……7
   1.6.Altérations principales rencontrées au cours des traitements thermiques……8
2. **Lait UHT chocolaté**……...……. 9
   2.1.Définition……..9
   2.2.Valeur nutritionnelle du lait UHT chocolaté……9
   2.3.Les matières premières utilisées……9
   2.4.Propriétés du lait UHT chocolaté……....11

Chapitre II : Technologie de lait UHT Chocolaté

1. **Processus de fabrication du lait UHT chocolaté**……12
   1.1.Reconstitution……...12

1.2.Préchauffage……..12
1.3.Homogénéisation……..12
1.4.Dégazage……...13
1.5.Traitements thermiques…….....13
1.6.Refroidissement……14
1.7.Conditionnement……...14
2. Emballage Tétra Pack……14
2.1. Composition de l'emballage Tétra Pack……...14
2.2. Rôle d'emballage TétraPack……..15
3. Nettoyage et désinfection……..15
3.1. Définition……...15
3.2. Méthodes de nettoyage……..16

Partie pratique

Chapitre III : Présentation de la laiterie Tchin-lait « CANDIA »

1. Préambule……..18
2. Présentation de l'unité……...18
3. Produits de l'unité……19

Chapitre IV : Matériels et Méthodes

1. Echantillonnages……...21
1.1. Eau de process……21
1.2. Poudres……...21
1.3. lait chocolaté reconstitué…….....21
1.4. Produit fini (Brick)……21
2. Analyses physico-chimiques……22
2.1. Eau de process……..22
2.1.1. Détermination de potentiel d'hydrogène (pH)……22

2.1.2. Détermination de titre hydrotimétrique (TH) par titrimétrie à l'EDTA……23

2.2. Poudres de lait et poudre de cacao……..23

2.2.1. Taux d'humidité des poudres (Matière sèche)……..23

2.2.2. Détermination de potentiel d'hydrogène (pH)……..24

2.2.3. Détermination du taux de la matière grasse (Méthode de GERBER)……...24

2.2.4. Détermination de l'acidité titrable……25

2.2.5. Tests de stabilité……26

•Test de Ramsdell……..26

•Test de stabilité à la chaleur (Bain d'huile)……26

•Test de turbidité …….....27

2.3. **Lait chocolaté reconstitué et produit fini**……....28

2.3.1. Mesure de la température et de pH……..28

2.3.2. L'acidité titrable……28

2.3.3. Détermination de l'indice réfractométrique (Brix)…… ..28

2.3.4. Détermination de la densité (d)……28

2.3.5. Détermination du taux de la matière grasse (Méthode de GERBER)……29

Détermination de l'extrait sec total……...29

2.3.6. Test d'ébullition……30

2.3.7. Test d'alcool……..30

3. **Analyses microbiologique**……..31

3.1. Eau de process……..31

- Dénombrement de la flore aérobie mésophile totale (FTAM)……..32
- Recherche des coliformes par colimétrie……..32

3.2. Poudre du lait……...32

- Dénombrement de la flore aérobie mésophile totale……33
- Recherche des coliformes……33
- Recherche de Clostridium sulfito-réducteur……33

3.3. Poudre de cacao……33

- dénombrement de la flore aérobie mésophile totale……34

- dénombrement des levures et moisissures……34
- Recherche des entérobactéries……..34

3.4.Sucre blanc cristallisé……...35

- Dénombrement des germes acidifiants……35
- Recherche de clostridium sulfito-réducteur……35
- Dénombrement de la flore aérobie mésophile totale……35
- dénombrement des levures et moisissures……35

3.5.Produit fini (Brik)……36

3.5.1. Dénombrement des germes aérobies…….. ..36

3.5.2. Test de stabilité……36

Chapitre V: Résultats et discussion

1. Analyses physico- chimiques……..38

1.1. Eau de process……38

1.2. Poudre du lait……38

1.3. Poudre de cacao……40

1.4. Lait chocolaté reconstitué……..40

1.5. Produit fini (brik)……..41

2. Analyses microbiologiques……44

2.1. Eau de process……44

2.2. Poudre de lait……45

2.3. Poudre de cacao……46

2.4. Sucre blanc cristallisé……46

2.5. Produit fini (Brik)……...47

2.5.1. Germes totaux (GT)……...47

2.5.2. Test de stabilité……...47

Conclusion……....49

Références Bibliographiques

Annexes

Introduction

Introduction

Le lait est le premier aliment que nous consommons depuis notre naissance. Il joue un rôle essentiel dans notre régime alimentaire journalier puisqu'il est consommé en grande quantité sous forme de lait de consommation, ou de produits laitiers variés comme les boissons lactées **(Cayot et Lorient, 1998)**.

En raison de sa richesse en nutriments, le lait constitue un excellent milieu de culture pour les microorganismes. En conséquence, les altérations d'origine microbienne sont les plus fréquentes et les plus rapides à apparaitre. **(Guiraud, 1998)**.

De ce fait, pour avoir un lait sain et assurer une longue conservation sans altérer sa valeur nutritionnelle, un procéder de traitement thermique et technologique a été développé la stérilisation UHT suivi d'un conditionnement aseptique.

En effet, les boissons lactées au chocolat sont parmi les laits stérilisés UHT, qui confirment l'intérêt d'une alliance harmonieuse entre la valeur nutritive des produits laitiers et l'attirance exercée par le chocolat; dans cette optique, la laiterie Tchin-lait « Candia » a lancé sur le marché, en 2004, le lait chocolaté UHT « Candy-choco ».

Notre travail est porté sur le suivi de la fabrication de « Candy-choco » et l'appréciation de la qualité physico-chimique et microbiologique des matières premières, des produits reconstitués et enfin du produit fini « lait chocolaté ».

Dans ce cadre, on a partagé notre synthèse bibliographique en cinq chapitres:

- Le premier chapitre traite les généralités sur le lait et lait UHT chocolaté ;
- Le deuxième chapitre porte sur la technologie du lait UHT chocolaté ;
- Le troisième chapitre présente l'organisme d'accueil ainsi que ses produits ;
- Le quatrième chapitre expose le matériel et les méthodes utilisés pour réaliser les analyses physico-chimiques et microbiologiques.
- Le dernier chapitre rapporte les résultats et leur discussion.

Partie Bibliographique

Chapitre I

Généralités sur le lait

1. Lait

1.1. Définition

Le lait destiné à l'alimentation humaine à été défini par le congrès international de la répression des fraudes (1909) : « le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum » **(Goursaud, 1985)**.

La dénomination «lait» sans indication de l'espèce animale de provenance, est réservée au lait de vache **(J.O.R.A. N° 069 du 27-10-1993)**.

1.2. Composition du lait

Le lait et les produits laitiers constituent des denrées alimentaires d'origine animale de très grande valeur nutritive en raison de leur richesse en protéines, en calcium et en vitamines (**Konte, 1999)**.

La composition du lait des différentes espèces de mammifères est relativement semblable, mais des écarts peuvent apparaître dans la composition (tableau I). Cette variabilité peut être expliquée par les facteurs suivants:

- variations spécifiques: le lait des ruminants est «caséineux » alors que celui des carnivores est «albumineux» ;
- variations physiologiques individuelles (stade de lactation et abondance de la sécrétion lactée) ;
- l'alimentation, l'âge et l'état sanitaire de la laitière, etc.

(**Dieng, 2001**).

1.2.1. Eau

L'eau est le constituant le plus important du lait, en proportion. La présence d'un dipôle et doublets d'électrons libres lui confère un caractère polaire. Ce caractère polaire est ce qui lui permet de former une solution vraie avec les substances polaires telles que les glucides, les minéraux et une solution colloïdale avec les protéines hydrophiles du sérum **(Amiot et *al.*, 2002)**.

1.2.2. Matière grasse

La teneur en matière grasse des laits de vache varie entre environ 3,3 et 4,7% suivant la race, le stade de lactation, la saison, etc. La matière grasse du lait est majoritairement présente sous forme de globules gras, de diamètre compris entre 0,2 et 15um. Environ 75%

des globules gras ont une taille inférieure à 1um, mais représentent moins de 10 % du volume total de matière grasse laitière.

Le cœur des globules gras contient presque la totalité des lipides neutres tandis que la membrane des globules gras est constituée de lipides complexes, mais également de protéines. Leurs propriétés amphiphiles facilitent la création d'interfaces et permettent de maintenir la Matière grasse à l'état dispersé **(Jeantet et *al.,* 2007)**.

1.2.3. Lactose

Le lactose, appelé aussi sucre de lait est le prédominant de la sécrétion mammaire. C'est l'élément le plus important pondéralement et le moins susceptible de variations.

Le lactose existe sous plusieurs formes, caractérisées chacune par leurs solubilités différentes pour une même température, et un même temps de contact avec l'eau **(Eck, 1962)**.

Tableau I : Composition moyenne du lait de différentes espèces animales en % **(Amiot et *al.,* 2002)**.

Animaux	**Eau**	**Matière grasse**	**Protéines**	**Glucides**	**Minéraux**
Vache	87,5	3,7	3,2	4,6	0,8
Chèvre	87,0	3,8	2,9	4,4	0,9
Brebis	81,5	7,4	5,3	4,8	1,0
Chamelle	87,6	5,4	3,0	3,3	0,7
Jument	88,9	1,9	2,5	6,2	0,5

1.2.4. Protéines

Le lait de vache contient 3,2 à 3,5% de protéines réparties en deux fractions distinctes :

- Les caséines qui précipitent à pH 4,6, représentent 80% des protéines totales ;
- Les protéines sériques, solubles à pH 4,6, représentent 20% des protéines totales ;

Cette propriété de précipitation différentielle est exploitée industriellement pour la préparation de caséines acides. Les caséines sont organisées en micelles avec la participation d'éléments minéraux colloïdaux majoritairement sous forme de phosphate de calcium **(Jeantet et *al.*, 2007)**.

1.2.5. Matières minéraux

Les minéraux du lait se trouvent sous deux formes principales, surtout sous forme de sels ionisés et solubles dans le sérum et sous forme micellaire insoluble. Les éléments basiques majeurs comme le calcium, le potassium, le magnésium et le sodium forment des sels avec les constituants acides que sont les protéines, les citrates, les phosphates et chlorures. En outre, le calcium, le magnésium, les citrates et les phosphates se trouvent sous forme colloïdale dans les micelles de caséine **(Amiot et *al.*, 2002)**.

1.2.6. Vitamines et enzymes

Les vitamines sont des molécules plutôt complexes mais de taille beaucoup plus faible que les protéines, et de structures très variées. Elles ont un rapport étroit avec les enzymes car elles jouent le rôle de coenzymes associées à une apoenzyme protéique **(Pougheon et *al.*, 2001)**.

On classe les vitamines en deux grandes catégories :

- Les vitamines hydrosolubles (vitamines du groupe B et vitamine C) de la phase aqueuse du lait ;
- Les vitamines liposolubles (vitamines A, D, E et K) associées à la matière grasse, certaines sont au centre du globule gras et d'autres à sa périphérie.

(Dilami-Bouras, 2004).

Quant aux enzymes, leur nombre est important : environ 60 enzymes principales ont été répertoriées dans le lait. Elles ont pour origine l'excrétion et la sécrétion par le tissu mammaire ou la sécrétion par les microorganismes. Leur activité dépend du pH et de la température, elles sont détruites en général à 70°C **(Vierling, 2008)**.

1.3 .Valeur nutritionnelle du lait

En regard de son contenu en énergie métabolisable, le lait présente une forte concentration en nutriments ; il est considéré donc comme un aliment de forte densité nutritionnelle. Le lait n'est cependant pas un aliment parfait, car il ne contient pas à l'état naturel de fibres et que son contenu en certains nutriments, dont le fer et la vitamine D, demeure relativement faible **(Amiot et *al.,* 2002)**.

1.4. Propriétés du lait

1.4.1. Propriétés organoleptiques

Ces propriétés sont indiquées dans le Tableau II.

Tableau II: Caractéristiques organoleptiques du lait **(Dieng, 2001)**.

Couleur	Blanc-jaunâtre à blanc-mat (à cause de réflexion de la lumière sur les micelles de caséines) Bleutée ou franchement jaunâtre (lait riche en lactoflavine).
Odeur	Peu accentuée, fonction de l'espèce et l'alimentation
Saveur	Légèrement sucré (le lactose a un faible pouvoir sucrant
viscosité	Deux fois plus visqueux que l'eau : -Plus visqueux chez les monogastriques que chez les poly- gastriques -plus visqueux au début de lactation (colostrum).
Propreté physique	Le lait doit être propre

1.4.2. Propriétés physico-chimiques

1.4.2.1. Densité

La densité du lait est une résultante de la densité intrinsèque des constituants. Elle dépend aussi de leur degré d'hydratation, notamment en ce qui concerne les protéines.

A 15°C, la densité de laits de mélange se situe entre 1,030 et 1,035 avec une moyenne vers 1,032. Pour le lait écrémé, la moyenne est vers 1,036. La densité diminue avec la température **(Hardy, 1987)**.

1.4.2.2. Extrait sec (E.S.)

L'ensemble des constituants du lait, à l'exception de l'eau et des gaz dissous, constitue la matière sèche totale(MST) ou, extrait sec total (EST). Un litre en contient 125 à 130g.
La matière sèche dégraissée(MSD), improprement appelée extrait sec dégraissé (ESD), est la différence entre la matière sèche totale et la matière grasse (MG).

ESD = EST – MG

Les laits normaux en contiennent 90 à 96g par litre, la moyenne est de l'ordre de 93g/L. Une valeur inférieure à 85 autorise à suspecter le mouillage.

La matière sèche dégraissée est beaucoup plus constante que la teneur en matière sèche totale, la matière grasse étant le constituant dont le taux varie le plus **(Mathieu, 1998)**.

1.4.2.3. Point d'ébullition

L'ébullition propre du lait de vache a lieu à une température de l'ordre de 100,15 et 100, 17°C. Mais durant le chauffage, vers 80 à 90°C, il se produit une modification de l'équilibre ion, molécule et micelle favorable à une montée du lait **(Sina, 1992)**.

1.4.2.4. Point de congélation ou point cryoscopique

Le lait congèle à -0,555°C. C'est la caractéristique la plus constante du lait et sa mesure est utilisée pour déceler le mouillage. Si le point de congélation est supérieure à -0,53°c, on suspectera une addition d'eau **(Mahaut et *al.,* 2000)**.

1.4.2.5. pH du lait ou acidité actuelle

Le pH du lait de vache fraichement trait se situe un peu en dessous de la neutralité ; vers 6,6 – 6,7. Celui du lait de femme est un peu au-dessus, vers 7,2 ; cela tient surtout à sa faible teneur en caséines (protéine phosphorylée).
Une faible diminution du pH a des effets importants sur l'équilibre des minéraux (formes solubles et insolubles) et sur la stabilité de la suspension colloïdale de caséines **(Alais et *al.,* 2008)**.

1.4.2.6. Acidité du lait ou acidité de titration

L'acidité de titration globale mesure à la fois le pH initial du lait normal et l'acidité développée après la traite par la fermentation lactique qui diminue le pH jusqu'à 4 ou 5.

L'acidité de titration indique donc le taux d'acide lactique formé à partir du lactose. Un lait normal a une acidité de titration de 16 à 18°D.

Deux laits peuvent avoir des pH identiques (même état de fraicheur), mais avoir des acidités titrables différentes et inversement **(Dieng, 2001)**.

1.4.2.7. Potentiel d'oxydoréduction

Par rapport à une électrode de platine ou d'or, le potentiel d'oxydant-réduction du lait frais se situe entre + 0,20 et + 0,30 volts. La présence d'oxygène dissous modifie considérablement ces valeurs. Quand une fermentation apparait, le potentiel diminue **(Hardy, 1987)**.

1.4.3. Propriétés hygiéniques et microbiologiques

En pratique, le lait est rarement à l'origine de toxi-infections alimentaires lorsqu'il est prélevé dans de bonnes conditions. Les micro-organismes qui s'y développent préférentiellement sont les bactéries lactiques qui transforment le lactose en acide lactique **(Mahaut et *al.*, 2000)**.

Des germes pathogènes provenant de la vache malade ou d'une contamination par les manipulateurs peuvent être présents dans le lait. *Streptococcus* à l'origine d'une infection du pis (mammite), *Brucella* (brucellose), *Micobactérium bovis et tubirculosis* (tuberculose) sont des exemples **(Joffin et Joffin, 2003)**.

1.5. Intérêt des différents traitements thermiques

Le lait cru n'est pas de bonne conservation ; il est facilement altéré par les bactéries dégradant le lactose en acide lactique. L'acidification (pH 6,7 à 6,3) rend le lait coagulable à l'ébullition. En outre, le lait cru peut apporter des germes pathogènes pour l'Homme. D'où la nécessité d'un traitement thermique (**Alais et *al.*, 2008)**.

Ce traitement a pour but de limiter les bactéries et les enzymes que l'on retrouve dans le lait cru, ce qui en prolonge la durée de vie. Un autre effet du traitement thermique est de dénaturer les protéines présentes dans le lait. Par conséquent, le lait qui a subi un traitement thermique, est plus facile à digérer (**Vandercammen, 2011)**.

1.5.1. Pasteurisation

C'est un chauffage du lait afin de réduire la flore banale et de détruire les germes pathogènes. Le traitement se fait à 72 – 75°C pendant 15 à 20 secondes; par exemple il

permet de détruire le bacille de Koch (*Mycobacterium tuberculosis*) et d'inactiver la phosphatase alcaline. Dans ces conditions, l'effet sur les constituants du lait est très faible, en dehors d'une faible perte de thiamine (vitamine B_1) et de vitamine C (7 à 10%) **(Alais et Linden, 1997)**.

1.5.2. Stérilisation UHT

Le traitement UHT consiste à chauffer le lait durant un bref moment à une température élevée (130-150°C).

Le traitement UHT garantit une meilleure préservation de la valeur nutritive parce qu'il provoque moins de dégradation des vitamines sensibles à la chaleur. Le procédé UHT tue tous les micro-organismes et inactive la plus grande partie des enzymes présentes dans le lait.

La très courte durée de traitement permet de n'altérer que faiblement la valeur nutritive du lait et modérément son goût, par rapport aux autres procédés comme la pasteurisation. Le conditionnement est bien sûr stérile, Ce qui fait que le lait emballé se conserve plus longtemps (3 mois au minimum), tant que l'emballage n'est pas ouvert **(Vandercammen ,2011)**.

1.6. Altérations principales rencontrées au cours des traitements thermiques

Malgré les améliorations des procédés, le traitement thermique minimal pour détruire les bactéries suffit à dénaturer la B-lactoglobuline, ce qui entraine une libération des groupements sulfhydriles (SH-), lesquels ont un effet déterminant sur la saveur du produit. Ils sont, en effet, responsables du gout prononcé de cuit du lait frais traité (**Michel et *al.*, 2002)**.

2. Lait UHT Chocolaté

2.1. Définition

La dénomination « lait aromatisé » est réservée aux boissons stérilisées, pasteurisées, homogénéisées ou non, constituées exclusivement de lait écrémé ou non, sucré ou non, additionné de substances aromatiques naturelles. Ils se conservent dans les mêmes conditions que le lait stérilisé **(J.O.R.A. N°69, 1993)**.

C'est un produit qui varie dans l'intensité de l'arôme, la teneur en sucre et la viscosité, selon le goût de la clientèle **(Michel et *al.*, 2002)**.

2.2. Valeur nutritionnelle du lait UHT Chocolaté

La valeur nutritionnelle moyenne pour 100 ml de Candy-choco est présentée dans le tableau III.

Tableau III : Valeur nutritionnelle du lait chocolaté.

Valeur énergétique	82 Kcal (344KJ)
Protéines	2,6g
Glucides	12,8g
Lipides	2,3g
Calcium	86mg

2.3. Matières premières utilisées

2.3.1. Eau

L'eau utilisée par les industries alimentaires doit répondre à un certain nombre de critères :

- qualité microbiologique suffisante, avec en particulier absence de bactéries pathogènes ;
- qualité chimique suffisante : les ions minéraux doivent être à des concentrations comprises entre certaines valeurs fixées réglementairement ;

- Il ne doit pas y avoir de substances toxiques comme des ions de métaux lourds (Pb,…), les cyanures, les détergents, les hydrocarbures ou les phénols …

(Joffin et Joffin, 2003).

2.3.2. Poudre du lait

Les poudres du lait sont des produits résultant de l'enlèvement partiel de l'eau du lait. Selon la teneur en matière grasse, les poudres de lait sont classées en trois groupes: La poudre de lait entier (26% de MG), la poudre de lait partiellement écrémé (15% de MG) et la poudre de lait écrémé (0% de MG) **(Michel et *al.*, 2002)**.

Mais pour Candy choco, les poudres qui sont utilisées sont la poudre entière (26%) et la poudre écrémée (0%).

2.3.3. poudre de cacao

La poudre de cacao constitue une matière première indispensable à l'industrie alimentaire, soit pour leurs caractéristiques aromatiques, soit pour leur pouvoir colorant **(Cros et Bianchi, 1998)**.

Elle est appelée tourteau et obtenue à partir de la pâte de cacao (Figure 1) **(Anonyme, 2002**).

Figure 1: les fèves de cacao

2.3.4. Sucre blanc cristallisé (Sucre commercialisé)

Le sucre blanc cristallisé est pur, puisqu'il est constitué de 99,9 % de saccharose. Il est recueilli dans les turbines après concentration sous vide et cristallisation des sirops, au stade final de l'extraction en sucrerie. Il se présente sous forme de cristaux plus ou moins gros **(Arzate, 2005)**.

2.3.5. Amidon

L'amidon constitue la substance de réserve de nombreux végétaux dans lesquels on le retrouve sous forme de granules. Ces derniers sont constitués par l'association de deux macromolécules l'amylose et l'amylopectine.

Lorsque l'amidon est chauffé en présence d'eau, il augmente la viscosité dans le milieu **(Chêne, 2004 ; Malumba, 2011)**.

2.3.6. Arôme vanille

Les arômes sont des préparations concentrées, isolées de matières végétales ou animales à propriétés aromatisantes, utilisées pour conférer une flaveur aux denrées alimentaires.

L'exemple de la « vanille » (arôme le plus utilisé) est caractéristique. Un extrait naturel de vanille est composé principalement de vanilline- 3-méthoxy-4-hydroxybenzaldéhyde- mais aussi d'autres substances. Dans ce mélange, la vanilline est la substance aromatique déterminante (appelée *Character Impact Compound*), les autres composants ne contribuent que secondairement à l' « arrondissement » de l'arôme **(Etournaud, 2010)**.

2.3.7. Stabilisants

Les hydro-colloïdes sont des polysaccharides natifs ou modifiés qui sont utilisés industriellement pour leurs propriétés d'interaction avec l'eau. En présence d'eau, ils forment généralement des solutions colloïdales et sont utilisés pour leurs fonctions gélifiantes, épaississantes et stabilisantes (Exp : CMC « Carboxyméthyl cellulose ») **(Fischer, 2010)**.

2.3.8. Sels

La sensation salée est induite par la présence de chlorure de sodium et un degré moindre d'autres sels. Le sel de table (NaCl) est utilisé pour renforcer la flaveur et le goût des aliments **(Blank et Spadone, 2010)**.

2.4. Propriétés du lait UHT chocolaté

- Le lait chocolaté est une boisson de bon gout, il participe au bien-être et à la santé ;
- Il est à la fois doux et agréable au palais, grâce aux sucres et aux arômes vanillés qu'il contient ;
- il possède des vitamines, notamment la vitamine B1, indispensable pour l'utilisation des sucres par l'organisme, de vitamines B2, nécessaire à l'utilisation des protéines, glucides et lipides par l'organisme ;
- Il contient du fer et du magnésium ;
- Le lait chocolaté est énergétique et reconstituant : 100 ml apportent 82 K-calories (344 KJ).

Chapitre II

Technologie de lait UHT chocolaté

1. Processus de fabrication du lait UHT chocolaté

Le processus de fabrication du lait chocolaté est long, il se fait en huit étapes. Celles-ci sont inscrites sur le diagramme de fonctionnement (annexe I), étant un diagramme temporel montrant les grandes étapes de fabrication allant de la matière première (Lait en poudre, cacao, sucre et l'eau) jusqu'au produit fini.

1.1. Reconstitution

La reconstitution du lait est un mélange d'eau et de lait en poudre en vue de rétablir un rapport eau/matière sèche de produit initial **(Boularak, 2005)**.

Cette opération consiste à mélanger la poudre du lait, cacao et sucre avec l'eau de process (15°F) à une température ambiante dans un circuit fermé qu'on appelle le Tank de Reconstitution (TR) et qui contient un agitateur pour assurer la dispèrsibilité.

Une fois que toute la poudre est bien mélangée, l'agitateur et la pompe de circulation s'arrêtent et le compteur du tank est au repos jusqu'à dissolution complète de la poudre ; c'est ce qu'on appelle le temps d'hydratation qui dure 60mn, le lait subit un refroidissement qui se fait à 5°C avec de l'eau glacée.

Le lait chocolaté reconstitué, est soutiré de TR, puis pompé vers le bac de lancement où on lance le produit pour d'autres étapes de fabrication qui suivent.

1.2. Préchauffage

Le lait chocolaté ainsi reconstitué, est amené à une température généralement voisine de 65°C par passage à travers des réchauffeurs tubulaires.

1.3. Homogénéisation

L'homogénéisation consiste à réaliser un mélange intime entre la phase lipidique et la phase aqueuse. L'homogénéisation est réalisée à environ 55°C. Sous l'effet de la pression dans l'homogénéisateur (200 à 300bars), la taille des globules gras du lait est fortement réduite, favorisant ainsi leur émulsion dans la phase aqueuse **(Juilerat et Badoud, 2010)**.

De plus, ce traitement donne au lait une saveur et une texture plus douces. L'efficacité dépend principalement de trois facteurs : Température, la pression et le type de valve. La condition mécanique de l'homogénéisateur, l'incorporation d'air dans le circuit et la nature des produits

traités (cacao, stabilisant) peuvent aussi modifier les effets du traitement **(Michel et *al.*, 2002)**.

L'homogénéisation se déroule en deux phases successives ; une pression de 200 bars au premier stade où se forme des agrégats de globule gras, et de 250 bars au deuxième stade où ces dernières sont brisées et qui donne de bons résultats.

1.4. Dégazage

Après l'homogénéisation du lait chocolaté, ce dernier est introduit dans la cuve sous vide. Les gaz véhiculés par la vapeur montent vers le haut de la chambre et sont aspirés par la pompe sous vide placée en haut de celle-ci, alors que la vapeur se condense dans le condenseur en spirale et retombent dans le produit liquide. Après ce traitement, le lait chocolaté est acheminé par la sortie du fond de la chambre vers l'échangeur tubulaire où il va subir la pasteurisation.

Le dégazage a pour but :

- D'éliminer certains odeurs caractéristiques de lait ;
- D'éliminer les substances volatiles dans le lait chocolaté reconstitué, ainsi d'éliminer l'oxygène (O_2) pouvant oxyder la matière grasse de lait.

1.5. Traitements thermiques

Afin de prolonger leur temps de conservation et de garantir leur sécurité microbiologique, les laits de consommation, qu'ils soient entiers ou écrémés, subissent différents traitements thermiques :

1.5.1. Pasteurisation

Consiste à chauffer le lait avec un couple température/ temps juste au-dessus de celui nécessaire à la destruction des microorganismes pathogènes. Une pasteurisation détruit la phosphatase mais pas la peroxydase. En fonction du couple température/temps employé on peut distinguer trois types de pasteurisation : en bath, 62-65°C pendant 30 minutes, à haute température pendant un temps court (HTST= Haut Temperature Short time), 71-74°C durant 15-40secondes et finalement à haute température avec Flash, 85-90°C pendant 1-4secondes.

(Juilerat et Badoud, 2010).

Au niveau de Candia, la pasteurisation se fait à 90°C pendant 30sec.

1.5.2. Stérilisation UHT

Selon les matériels utilisés, le traitement UHT est direct ou indirect :

- Dans le cas de traitement UHT direct, la vapeur de qualité alimentaire est injectée dans le lait préchauffé à 80°C, où elle se condense en libérant sa chaleur latente d'évaporation.
- Dans le cas de traitement indirect, il n'y a aucun contact entre le lait et la vapeur. Le traitement s'effectue avec des échangeurs à plaque où tubulaires.

(Jeantet et *al.,* 2007).

Dans le cas du lait, ce traitement dit UHT (Ultra Haute Température) consiste en un chauffage à une température voisine de 140°C pendant quelques secondes. Ce traitement est celui qui respecte le mieux les propriétés fonctionnelles, nutritionnelles et organoleptiques **(Muthwill et *al.,* 1998)**.

1.6. Refroidissement

Après la stérilisation UHT, le lait UHT chocolaté subit un refroidissement instantanément à la température de remplissage (25°C) pour leur passage vers tank stérile.

1.7. Conditionnement

Après refroidissement, le lait chocolaté va être conditionné aseptiquement à l'aide d'une conditionneuse **A_3 /Speed** (Annexe II).

Le but de conditionnement aseptique est de réaliser le remplissage d'un récipient stérilisé et sa fermeture étanche au moyen d'un système, lui aussi stérilisé, de façon à éviter toute contamination microbienne de produit ainsi conditionné **(Odet et *al.,* 1985)**.

2. Emballage Tétra Pack

Pour préserver la saveur et l'intégralité des propriétés organoléptiques et nutritionnelles du produit,Tetra pack associe un matériu d'emballage et des procédés de remplissage à hautes performances **(Gihan et Muthwill, 2005)**.

2.1. Composition de l'emballage Tétra Pack

L'emballage Tétra Pack est un assemblage de carton, polyéthylène et aluminium (Annexe III) :

- Le carton permet la rigidité et sert de support d'impression,

- Le polyéthylène confère à l'emballage son étanchéité, et sert de liant entre les couches,
- L'aluminium est la barrière la plus efficace contre la lumière, l'oxygène, l'humidité, et les odeurs.

(Cheyrou et Mox , 2003).

2.2. Rôle d'emballage Tétra Pack

2.2.1. La protection du produit

Réduire davantage la couche d'aluminium pourrait entraîner des risques de déchirure de la feuille sur les laminoirs. De plus, elle ne serait plus aussi performante dans la protection du contenu.

2.2.2. La praticité

Pour les consommateurs, le bouchon est devenu un élément pratique indispensable de l'emballage carton. Il permet aussi une meilleure conservation du contenu après ouverture.

(Cheyrou et Mox, **2003)**.

2.2.3. La solidité et la réduction des déchets

Réduire davantage la quantité de carton pourrait porter atteinte à la solidité de l'emballage et donc à son aptitude au transport, ce qui, en fin de compte, générerait plus de déchets (produits abîmés et dès lors non vendables, gaspillage du contenu…).

D'autre part, cela nuirait à l'intérêt économique du recyclage en diminuant la quantité de fibres récupérables par emballage **(Hugel, 1998)**.

2.2.4. La réduction à la source et autres impacts écologiques

Le procédé de production CTMP (Chemical- Thermo-Mechanical Pulp ou pâte à papier produite de façon chimico-thermo-mécanique) permet de diminuer la quantité de matériaux utilisée pour la fabrication de nos emballages et ainsi réduit notre impact sur l'environnement et limite les coûts **(Cheyrou et Mox**, **2003)**.

3. Nettoyage et désinfection

3.1. Définition

Le système de nettoyage en place est très utilisé en industrie laitière pour nettoyer les surfaces internes et la tuyauterie sans démontage. l'action mécanique est assurée par la vitesse de circulation des produits et la force d'impact sur les parois **(Dupuis et *al.*, 2002)**.

3.2. Méthodes de nettoyage

3.2.1. Pré-rinçage

Cette étape permet l'élimination de la plus grande partie des souillures. C'est donc une phase importante du lavage qu'il convient de ne pas négliger.

Elle doit être réalisée à l'eau tiède (40°-50°c) afin de maintenir les canalisations à une température élevée pour bénéficier le plus rapidement possible des effets du produit utilisé durant l'étape suivant le lavage **(Billon et *al.,* 2009)**.

3.2.2. Nettoyage

Les produits utilisés sont différents selon le type de souillures à éliminer :

- Les souillures de type organique telles que les protéines et la matière grasse qui adhèrent facilement aux parois sont décollées grâce à l'action de détergents alcalins (Exp : .la soude avec une dilution qui varie de 1.3 à 1.8%) ;
- La fraction minérale des dépôts est attaquée par le détergent acide (Exp : L'acide nitrique qui est un acide fort est le plus courant, la dilution utilisée varie de 0.8 à 1.2%) **(Perlat et *al.,* 1986)**.

3.2.3. Rinçage

Le but de cette opération est de rincer la mousse et d'éliminer les salissures (matières organiques, tartre, etc.) mises en suspension par la solution détergente **(Demeziere, 1998)**.

3.2.4. Désinfection

Après les opérations de nettoyage décrites précédemment, les souillures organiques et minérales sont éliminées. La propreté visuelle est obtenue ; il reste à éliminer les souillures microbiennes afin d'obtenir la propreté microbiologique (**(Demeziere, 1998)**.

La désinfection est l'opération permettant d'éliminer ou de tuer les micro-organismes et/ ou d'inactiver les virus indésirables supportés par des milieux inertes contaminés, en fonction des objectifs fixés **(Souverain, 1998)**.

3.2.5. Rinçage final

Le rinçage final est obligatoirement réalisé avec de l'eau froide et en circuit ouvert. Il a pour but d'éliminer toutes les traces des résidus du produit de nettoyage et de désinfection encore présents dans l'installation **(Billon et *al.*, 2009)**.

Partie Pratique

Chapitre III

Présentation de la laiterie Tchin-lait « Candia »

1. Préambule

Ce présent travail est réalisé en grande partie à la laiterie Tchin-lait CANDIA, nous avons estimé nécessaire de présenter une fiche technique succincte sur cette unité afin de mieux cerner les attendus de ce travail et les essais expérimentaux réalisés.

2. Présentation de l'unité

Tchin-lait, labellisé CANDIA, est une entreprise agro-alimentaire, citoyenne et responsable, qui s'impose en leader de sa filière, grâce :

- A son expérience éprouvée dans la production, le conditionnement et la commercialisation de produits laitiers UHT et dérivés : Lait UHT, boissons au lait, et aux jus de fruits, lait chocolaté et boissons aux fruits.
- Aux efforts soutenus de l'ensemble de son personnel pour satisfaire le consommateur, par la mise à sa disposition d'un produit saint et sûr ;
- A la qualité de ses produits qui lui confère une notoriété et une honorable position dans son secteur.

Cela étant, compte-tenu des dangers liés et leur impact sur la santé public.

Tchin-lait décide de relever le niveau de sécurité de ses processus, par la mise en place d'un système de Management de la sécurité des denrées alimentaires- conformes aux exigences de la norme.

ISO 22000 Version 2005, au titre de l'année 2012 s'inscrivant dans cette perspective et, afin d'assurer au mieux l'attente de cet objectif stratégique, la direction générale de Tchin-lait s'engage à :

- Mobiliser les ressources nécessaires à la mise en œuvre et l'amélioration du système ;
- Se conformer au dispositif légal et réglementaire et en assurer une veille active ;
- Former, motiver et susciter l'adhésion du personnel à la demande ;
- Etablir et développer des circuits de communication interne et externe ;
- Veiller à l'application du système, mesurer son efficacité et améliorer en continu ;
- Evaluer la capacité des fournisseurs et prestataires à répondre aux besoins et aux exigences du système en place ;
- Réagir aux écarts éventuels, en mettant en œuvre les mesures appropriées et en mesurer l'efficacité.

3. Produits de l'unité

La gamme de production de Tchin-lait est constituée actuellement de :

- Lait UHT demi-écrémé format 1L : 15% de MG ;
- Lait UHT entier format 1L : 26% de MG ;
- Lait UHT écrémé « **Silhouette** » à teneur garantie en vitamines B1, B2, E et enrichi en vitamine D, format 1L : 0% de MG et Lait UHT demi-écrémé vitaminé « **VIVA** », en vitamine A, B1, B2, B3, B5, B6, B8, B9, E, D : format 1L : 15% de MG ;
- Lait UHT additionné de jus de fruit (Orange-ananas et pèche-abricot), format 1L et 20CL ;
- Citronnade format 1L : c'est un nouveau produit (Jus à base de citron), sa commercialisation a commencée en mois de Juillet 2011 ;
- Lait UHT Chocolaté « **Candy-choco** » format 1L et 20CL.

Remarque 1

En 2012, l'unité Tchin-lait met une nouvelle technologie pour l'amélioration de la qualité de ces produits, même elle est en formation de système HACCP.

Figure 5: produits de l'unité Tchin-lait "Candia"

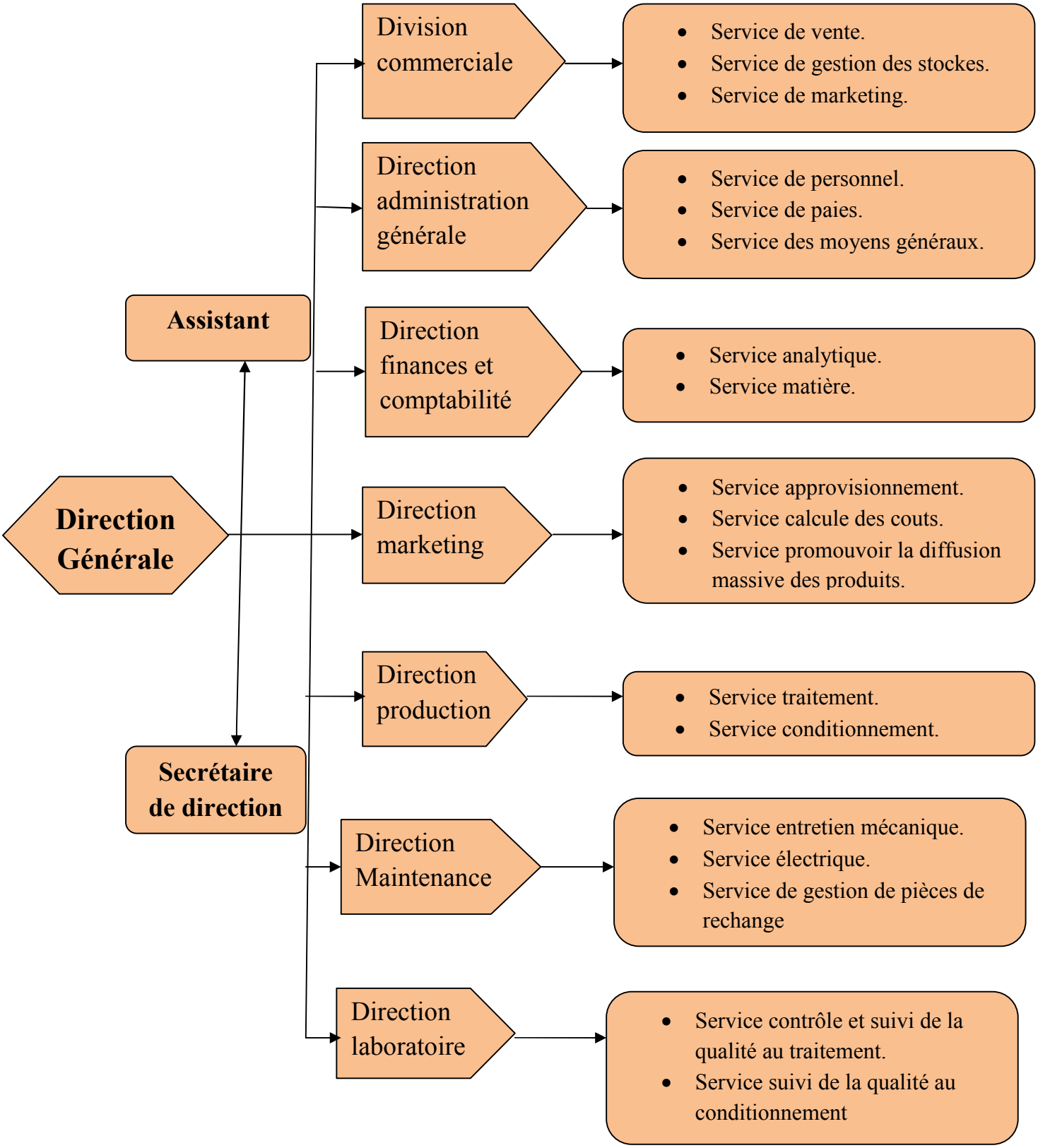

Figure 6 : Organigramme de l'organisation de la laiterie Tchin-lait CANDIA

Chapitre IV

Matériel et méthodes

Pour suivre la qualité physico-chimique et microbiologique du lait UHT chocolaté « Candy-choco », l'unité Tchin-lait « Candia » effectue des prélèvements spécifiques au niveau de chaque étape de production.

1. Echantillonnage

1.1. Eau de process

La prise d'échantillon s'effectue directement d'un robinet branché à la conduite de l'eau après avoir laisser couler ce dernier 3 à 5 minutes, puis rincer le flacon en verre avec l'échantillon au moins deux fois **(Rodier, 1996)**.

Pour le contrôle microbiologique, le prélèvement est réalisé dans des conditions d'asepsie rigoureuse**.**

1.2. Poudres

Le prélèvement s'effectue sur un seul sac après chaque nouvel arrivage pour toute la matière première (poudres de lait, cacao et sucre).

L'échantillonnage est réalisé à l'aide d'une spatule à partir du produit en vrac (sac).

Pour l'analyse microbiologique, le prélèvement s'effectue d'une manière aseptique :

- poudre du lait : 5 sacs par lot pour la recherche de Clostridium et sur un seul sac pour les autres germes recherchés.
- poudre de cacao et sucre : 5 sacs par lot.

1.3. Lait chocolaté reconstitué

Pour vérifier l'homogénéisation de ce dernier, le prélèvement est réalisé à l'aide d'un récipient propre en haut et en bas du tank de reconstitution.

1.4. Produit fini (brick)

- **Les Analyses physico-chimiques**

Pour chaque préparation**,** trois bricks sont prélevées**:** Une brick au début, une deuxième au milieu et l'autre à la fin de production.

- **Les Analyses microbiologiques**

Pour dénombrement des germes aérobies, on procède au prélèvement de 5 bricks durant leurs conditionnement : au début (0%), à 25%, au milieu (50%), à 75% et à la fin (100%).

Afin de réaliser le test de stabilité, l'unité Tchin lait « Candia » effectue des prélèvements de 5 Bricks au milieu de chaque production.

D'autres échantillons prélevés au cours de production sont destinés pour la pH-mètrie:

- prélèvement de10 bricks tout au début de production ;
- Les PAE (prélèvement automatique d'échantillons) : 1/399Briks
- Les événements **:** C'est des prélèvements qui s'effectuent après chaque arrêt ou raccord (arrêt court ou long : 6 bricks), et (raccord film ou papier: 4 bricks).

2. Analyses physico- chimiques

2.1. Eau de process

2.1.1. Détermination de potentiel d'hydrogène (pH)

- **Principe**

La mesure de pH renseigne sur la concentration des ions H^+ libres dans l'échantillon à analyser

Mode opératoire

- Etalonner le pH mètre à l'aide de deux solutions tampons (solution à pH= 7, solution à pH= 4);
- Après avoir ramené l'échantillon à analyser à une température avoisinant 25°C, plonger l'électrode dans ce dernier
- Faire la lecture après stabilisation du pH;
- A chaque détermination du pH, retirer l'électrode, rincer avec l'eau distillée et sécher;
- La valeur du pH de la solution analysée est directement lue sur le cadran du pH-mètre.

2.1.2. Détermination de titre hydrotimétrique (TH) par titrimétrie à l'EDTA

- **Principe**

Les alcalinoterreux présents dans l'eau sont amenés à former un complexe du type chélate par le sel di-sodique de l'acide éthylène diamine tétra acétique à pH 10. En milieu convenablement tamponné, la disparition des dernières traces d'éléments libres à doser est décelée par le virage d'un indicateur spécifique, le noir ériochrome T (N.E.T). Cette méthode permet de doser la somme des ions calcium et magnésium **(Rodier et *al.*, 2009)**.

- **Mode opératoire**

- Introduire 50 ml d'eau à analyser dans une fiole conique de 250 ml;
- Ajouter 1 ml de solution tampon ammoniacal et trois gouttes de solution de N.E.T.
- En maintenant sous agitation, verser la solution d'EDTA rapidement au début puis goutte à goutte lorsque la solution commence à virer au bleu ;
- Vérifier que la coloration ne change plus par l'addition d'une goutte supplémentaire d'EDTA.
- Le TH est exprimé en degré français comme suit :

$$\boxed{\mathbf{TH\ (°F) = V_{EDTA}\ x2}}$$

2.2. Poudres de lait et poudre de cacao

Les analyses réalisées sur la poudre de cacao sont le taux d'humidité et le potentiel d'hydrogène (pH).

2.2.1. Taux d'humidité des poudres (Matière sèche)

- **Principe**

L'échantillon est pesé et évaporé au moyen d'un dessiccateur à l'infrarouge muni d'une balance de précision.

- **Mode opératoire**

- Soulever le couvercle du dessiccateur à infrarouge (figure 7), peser la coupelle dans l'appareil et tarer ;
- Peser 0,1g prés 5g de poudre (bien répartir sur la coupelle) ;
- Rabattre le couvercle de l'appareil puis noter le démarrage du dessiccateur ;
- la fin du séchage est obtenue lorsque la perte de poids reste constante.

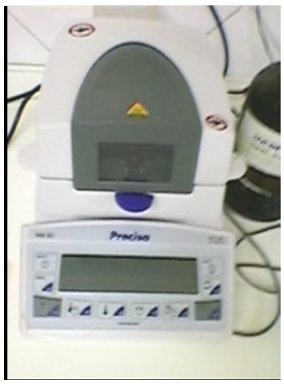

Figure 7: Dessiccateur à infrarouge

- Le résultat est exprimé comme suit :

Soit X la valeur lue sur l'appareil : **H (%)= 100 – X**

H% : Humidité en pourcentage (g d'eau/ 100g de poudre).

2.2.2. Détermination de potentiel d'hydrogène (pH)

- **Mode opératoire**

- Reconstitution de la poudre à 10% ;
- L'échantillon à analyser est ramené à une température avoisinant 20°C ;
- L'électrode en verre et la sonde sont introduites dans l'échantillon à analyser ;
- La valeur du pH de la solution analysée est directement lue sur le cadran du pH-mètre.

2.2.3. Détermination du taux de la matière grasse (Méthode de GERBER)

- **Principe**

Après dissolution des protéines par addition d'acide sulfurique dans un butyromètre, une séparation de la matière grasse par centrifugation est favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool iso- amylique (methyl-3-butanol);

La teneur en matière grasse (MG) (en g pour 100 ml) du produit est déterminé par la lecture directe sur l'échelle du butyromètre **(NF.V04- 210, 1990)**.

- **Mode opératoire**

- Introduire10 ml d'acide sulfurique à 91% dans le butyromètre (figure 8) sans mouiller le col ;
- Ajouter 10 ml d'eau distillée à l'aide d'une pipette en la laissant se vider très lentement afin d'éviter un mélange avec l'acide ;

- Peser 2.5±0.005g de l'échantillon et introduire la prise d'essai dans le butyromètre ;
- Ajouter 1ml d'alcool iso-amylique ;
- Agiter au moyen de centrifugeuse GERBER ;
- La teneur en matière grasse est obtenue par la formule suivante :

MG (g/l) = (B-A) x 10

Où :

Figure 8: Butyromètre GERBER "Lait sec"

A : représente la valeur correspondante au niveau inférieur de la colonne grasse.

B : représente la valeur correspondante au niveau supérieur de la colonne grasse.

2.2.4. Détermination de l'acidité titrable

- **Principe**

Le principe est basé sur titrage de l'acidité par l'hydroxyde de sodium (0,111N) en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré :

$$CH_3\text{-}CHOH\text{-}COOH + NaOH \longrightarrow CH_3\text{-}CHOH\text{-}COONa + H_2O$$

L'équation montre qu'une molécule gramme de CH_3-CHOH-COOH sera neutralisée par molécule gramme de NaOH **(NF. V 04 – 206, 1969)**.

- **Mode opératoire**

- Pipeter 10 ml de l'échantillon (lait reconstitué à10%) ;
- Verser dans un bécher ;
- Ajouter 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine ;
- Titrer avec la soude jusqu'au virage du milieu au rose pâle persistant pendant au moins 10sec ;
- Comparer la couleur avec témoin (échantillon) ;
- L'acidité est calculée comme suit :

Acidité (°D) = Vx 10 x Fc

Où

V : Volume de chute de la burette

Fc : facteur de correction (1,024).

2.2.5. Tests de stabilité

•Test de Ramsdell

- **Principe**

Le lait est surchargé en ions phosphates est porté au bain-marie bouillant pendant 5min .la surcharge entraine la coagulation. Plus la quantité de phosphate nécessaire pour provoquer celle-ci est élevée, plus le lait est stable et inversement **(Gaucher et *al.,* 2008)**.

- **Mode opératoire**

- Après la reconstitution de lait à 10%, on prépare une série de tubes contenant des quantités croissantes de solution phosphate mono potassique de volume allant de 1,6 à 2 ml ;
- A chacun des tubes, ajouter 10 ml de lait à tester ;
- Homogénéiser le mélange par retournements successifs et placer au bain-marie bouillant pendant 5 min ;
- Refroidir dans un courant d'eau froide ;
- Examiner l'aspect des tubes :

Tubes coagulés= tubes positifs (+)

Tubes non coagulés = tubes négatifs (-)

- Relever la quantité de phosphate mono potassique exprimée en ml de solution contenue dans le premier tube de la série ayant coagulée.

•Test de stabilité à la chaleur (Bain d'huile)

- **Principe**

Le test consiste à mesurer le temps de chauffage à haute température, nécessaire à la coagulation du lait. Les tubes contenant le lait à tester sont chauffés dans un bain d'huile thermostaté à 140°C. La coagulation est constatée visuellement **(Gaucher et *al.*, 2008)**.

- **Mode opératoire**

- préparation de deux tubes et mettre dans chacun des 2 tubes 4ml de lait reconstitué ;
- Boucher les tubes et les laisser sur le portoir ;
- Placer le portoir dans le bain d'huile thermostaté à 140°C ;

- Agiter les tubes pendant toute la durée du chauffage ;
- Faire des observations à intervalle de 5, 10, 12, 15 minutes de chauffage, si le lait n'a pas coagulé ;
- Après 20 minutes de chauffage, observer si le lait a coagulé :
  - ✓ Si le lait a coagulé avant 15minutes de chauffage, recommencer l'opération en diminuant le temps de chauffage jusqu'à la détermination de temps de chauffage nécessaire pour faire coaguler le lait ;
  - ✓ La stabilité à la chaleur de la poudre de lait mesuré par la méthode du bain d'huile, s'exprime en temps minimum de chauffage nécessaire à la coagulation du lait.

•Test de turbidité

➢ **Principe**

Il s'agit d'une méthode physico-chimique permettant de déterminer si la poudre de lait a été chauffée au dessus de 100°C. Elle est basée sur la mise en évidence de la coagulation des lactoglobulines du sérum sur les laits non chauffés à cette température **(Guiraud et Galzy, 1980)**.

➢ **Mode opératoire**

- Faire la reconstitution de lait à 10% ;
- Prendre un échantillon de 20 ml de lait reconstitué dans un bécher de 100 ml ;
- Ajouter 4g de sulfates d'ammonium à l'échantillon ;
- Filtrer l'échantillon de lait coagulé avec du papier filtre de 150 mm ;
- Recueillir le filtrat (sérum) dans un tube à essai ;
- Prendre 5ml du sérum recueilli dans un tube à essai et les portés à ébullition pendant 5 min ;
- La turbidité est exprimée visuellement :
  - ✓ Lorsque le sérum reste limpide, le lait dont il provient a été chauffé au dessus de 100°C (tube négatif),
  - ✓ Lorsque le sérum est trouble, le lait dont il provient n'est pas chauffé au-dessus de cette dernière (tube positif).

2.3. Lait chocolaté reconstitué et produit fini

2.3.1. Mesure de la température et de pH

La détermination du pH et de la température s'effectue par le biais d'un pH-mètre étalonné, dont l'électrode et la sonde sont plongés dans l'échantillon à analyser et le résultat s'affiche directement sur l'écran de l'appareil.

2.3.2. L'acidité titrable

- **Mode opératoire**

- Introduire dans un bécher 10ml d'échantillon à analyser, auquel on ajoute 3 à 4 gouttes d'indicateur coloré ;
- Titrer avec la solution NaOH (0,111N) jusqu'au virage de pH 8,3 à 8,4 ;
- l'acidité exprimée en degré Dornic comme suit: [Acidité= chute de Burette x 10 x 1,024].

2.3.3. Détermination de l'indice réfractométrique (Brix)

- **Principe**

L'indice réfractométrique est le pourcentage de matières sèches solubles contenues dans une solution. Il est utilisé pour estimer la teneur en sucres.

Le principe est basé sur la réfraction de la lumière. Les réfractomètres donnent par simple lecture la valeur de l'extrait sec du liquide à 20°c**.**

- **Mode opératoire**

Placer une goutte de l'échantillon sur la surface circulaire du prisme du réfractomètre puis lire le résultat directement affiché sur le cadran digital.

Taux de sucre = % lu sur l'échelle du réfractomètre (g de sucre/ 100g d'échantillon).

2.3.4. Détermination de la densité (d)

- **Principe**

L'analyse consiste à immerger dans un volume d'échantillon un densimètre spécifique pour Candy-choco qui donne directement la densité du lait chocolaté à 20°C.

➢ **Mode opératoire**

- Rincer l'éprouvette et le densimètre (figure 9) avec le produit à analyser ;
- Verser le dans l'éprouvette, tenu incliné afin d'éviter la formation de mousse ;
- introduire le densimètre dans l'éprouvette (position verticale) jusqu'à débordement ;
- effectuer la lecture sur la graduation de densimètre après sa stabilité.

Figure 9: Densimètre pour Candy-choco

2.3.5. Détermination du taux de la matière grasse (Méthode de GERBER)

➢ **Mode opératoire**

- Introduire dans un butyromètre (figure 10), 10ml d'acide sulfurique ;
- Ajouter 11ml de lait chocolaté ou lait reconstitué tel que l'ajout s'effectue le long de la paroi du butyromètre ;
- Ajouter 1ml d'alcool iso-amylique et bien agiter ;
- Porter le butyromètre à la centrifugation (1200tours/minute) pendant 5 min ;
- La lecture des résultats sur butyromètre s'effectue de la même manière que la poudre du lait.

Figure 10: Butyromètre GERBER

2.3.6. Détermination de l'extrait sec total

➢ **Principe**

L'EST est déterminé à l'aide « d'un appareil appelé dessiccateur infrarouge, qui consiste à sécher l'échantillon par émission de radiations infrarouge, et à contrôler en continu le poids d'échantillon à l'aide d'une balance intégrée ».

➢ **Mode opératoire**

- Soulever le couvercle du dessiccateur à infrarouge ;
- Mettre une coupelle en aluminium sur la balance de l'appareil, puis tarer ;

- peser 11g de sable fontaine bleu dans la coupelle, rajouter le bâtonnet puis tarer ;
- peser à 0,01g prés, 3g d'échantillon dans la coupelle ;
- mélanger à l'aide du bâtonnet sur toute la surface de la coupelle ;
- La fin de la dessiccation est automatique. Elle est signalée par « un bip » sonore du dessiccateur ;
- Lire la valeur indiquée sur le cadran du dessiccateur ;
- Le résultat final de l'extrait sec est exprimé comme suit :

EST (g/l) = résultat lu x 10 x d

Où : **EST** : extrait sec total

d : masse volumique du produit.

2.3.6. Test d'ébullition

➢ **Principe**

Les laits anormaux (colostrum, laits de mammite) ou acidifiés coagulent à l'ébullition. Le lait normal ne coagule pas. Lorsque l'acidité dépasse 21°C la coagulation débute **(Guiraud et Galzy, 1980)**.

➢ **Mode opératoire**

- Dans un tube à essai, introduire 5ml de lait chocolaté (produit fini) ;
- fermé le et placé le dans un bain marie à 100°C pendant 10minutes ;
- Après l'ébullition, refroidir et tourner le tube sans agitation ;
- Aucune floculation, précipitation ou formation de coagulum ne doit se produire **(Odet et *al.*, 1985)**.

2.3.7. Test d'alcool

➢ **Principe**

Si un lait est en phase d'acidification, un ajout d'alcool éthylique volume par volume, entraine une déstabilisation des protéines du lait qui coagulent proportionnellement à l'acidité **(Guiraud, 1998)**.

➢ **Mode opératoire**

- Introduction de 2ml d'échantillon avec 2ml d'alcool éthylique dans un tube à essai ;
- Retourner le tube deux à trois fois sans agitation ;
- Observer l'aspect du mélange :

• Homogène, lorsque le lait s'écoule le long des parois sans laisser de traces de coagulation ou de floculation : le lait est stable;

•Floculé, lorsque le lait présente des flacons de protéines précipitées : le lait est instable **(Guiraud, 1998)**.

Remarque 2

Avant d'effectuer les différentes analyses physico-chimiques sur les échantillons prélevés, on doit d'abord apprécier les caractères organoleptiques (le gout, la couleur et l'odeur).

3. Analyses microbiologiques

La réglementation exige la recherche de la flore aérobie mésophile totale seulement dans le produit fini, au contraire de la matière première et l'eau de process où on fait la recherche des coliformes, levures et moisissures, les entérobactéries ainsi que Clostridium.

3.1. Eau de process

Les différentes analyses effectuées sur l'eau de process sont présentées dans le tableau IV.

Tableau IV: Modes opératoires utilisés pour la recherche microbiologique au niveau de l'eau de process **(Petransxiene et Lapied, 1981)**.

Germes recherchés	Mode opératoire
Dénombrement de la flore aérobie mésophile totale (FTAM)	**-** Introduire dans deux boites de Pétri 1ml d'eau puis couler le milieu gélosé (PCA) **;** -Placer les boites de Pétri retournée, dans l'étuve à (30 ± 1) °C pendant 72heures ; - Compter toutes les colonies à l'œil nu, quelque soit leur taille ;
Recherche des coliformes par colimétrie	- Ensemencement d'une série de 9 tubes (avec cloche de Durham) sur milieu BCPL dont : • Milieu à double concentration : ensemencer 3 tubes à raison de 10ml d'eau à analyser par tube ; • Milieu simple : ensemencer 6 tubes dont 3tubes à raison de 1ml d'eau par tube, et 3autres de 0,1ml d'eau par tube ; - Les milieux ainsi ensemencés sont placés à l'étuve à 37 °C pendant 24 à 48heures ; - Tous les tubes où il ya production nette de gaz plus virage au jaune, sont considérés comme pouvant contenir des coliformes

3.2. Poudre du lait

- **Préparation de la dilution mère (1/10= 10^{-1})**

Dans un flacon stérile en verre introduire 10g de poudre du lait, ajuster avec le liquide Ringer jusqu'à 100ml.

- **Préparation des dilutions décimales**

Ces dilutions peuvent être réalisées de façon classique (1ml dans 9ml de diluant) :

- A l'aide d'une pipette stérile transférer 1 ml de la dilution mère (10^{-1}) dans un tube contenant 9 ml de diluant stérile (liquide Ringer) pour obtenir dilution 10^{-2} ;
- Avec une autre pipette stérile, introduire 1ml de la (dilution au 10^{-2}) dans 9ml de diluant (liquide Ringer) pour obtenir la dilution (10^{-3}).

Les différentes analyses effectuées sur la poudre du lait sont présentées dans le tableau V.

Tableau V: Modes opératoires utilisés pour la recherche microbiologique au niveau de la poudre du lait **(Guiraud, 1998)**.

Germes recherchés	Mode opératoire
Dénombrement de la flore aérobie mésophile totale	- Ensemencer 1ml de chaque dilution (10^{-2}, 10^{-3}) sur le milieu PCA ; - Deux témoins sont réalisés, l'un pour PCA, l'autre pour le diluant (LR) ; - Les boîtes sont l'incubées à 30 ± 1 °C pendant 72 ± 2 heures ; - Comptage des colonies à l'œil nu, dont les boites contenant de 15 à 300 colonies (annexe IV)
Recherche des coliformes	- Ensemencer 3 tubes d'un 1ml de la dilution mère (10^{-1}) sur milieu BLBVB avec la cloche de Durham ; - Placer les tubes à l'étuve à 30°C pendant 48heures ; -Après l'incubation, on procède à un repiquage sur 3autres tubes de bouillon au vert brillant (BLBVB) avec la cloche ; - les incuber à 30°C pendant 24heures ; - Un résultat positif s'exprime par le trouble et production de gaz ; - Exprimer le résultat par millilitre de produit selon la table de Mac- Grady (annexe IV)
Recherche de Clostridium sulfito-réducteurs	- Introduire dans un tube stérile 20ml de la dilution mère ; - porter le dans un bain d'eau à 80°C pendant 10 minutes, puis refroidir rapidement ; - Ensemencer 2tubes chacun avec 5ml de la dilution mère et un tube d'1ml sur milieu TSC ; - les incuber à 46°C pendant 24heures; - Les Clostridium sulfito-réducteurs apparaissent sous forme de colonies, entourées d'un halo noir.

3.3. Poudre de cacao

- **Préparation de la dilution mère (1/4)**

-Introduire 25g de cacao de façon aseptique dans un flacon stérile, ajuster le avec liquide Ringer jusqu'à 100ml.

- **Préparation des dilutions décimales**

- A l'aide d'une pipette stérile, introduire 4ml de la dilution mère (1/4) dans un tube stérile contenant au préalable 6ml du diluant (Liquide Ringer), pour obtenir la dilution 10^{-1} ;
- de même façon on prépare la dilution 10^{-2}, ou bien on prend directement 0,1ml de la dilution 10^{-1} à l'aide d'une pipette stérile.

Les différentes analyses effectuées sur la poudre de cacao sont présentées dans le tableau VI.

Tableau VI : Modes opératoires utilisés pour la recherche microbiologique au niveau de la poudre de cacao **(Guiraud, 1998)**.

Germes recherchés	Mode opératoire
dénombrement de la flore aérobie mésophile totale	-A partir des dilutions préparées précédemment (10^{-1}, 10^{-2}), on fait l'ensemencement de deux séries de deux boites chacun d'1ml sur milieu PCA, -Deux témoins réalisés (PCA et LR) ; -L'incubation à 30°C pendant 72heures ; -comptage des colonies à l'œil nu, quelque soit leurs tailles.
dénombrement des levures et moisissures	-Ensemencer 4 boites de Pétri chacune d'1ml de la dilution mère (1/4) sur milieu OGA ; -Les boites de Pétri sont incubées à une température ambiante pendant 3 à 5 jours ; -Dénombrer les colonies en caractérisant les types les plus fréquemment observés en industrie laitière.
Recherche des entérobactéries	- Ensemencement de 4boites de Pétri chacune d'1ml de la dilution mère sur milieu VRBG ; - Incubation à 37°C pendant 24heures ; - Les entérobactéries présentent sous forme des colonies violettes, entourées ou non d'un halo violet de sels biliaires précipités.

3.4. Sucre

- **Préparation de la dilution mère (1/4**

Introduire 25g de sucre dans un flacon stérile, puis ajuster jusqu'au 100ml avec liquide Ringer.

- **Préparation de la dilution décimale**

A l'aide d'une pipette stérile, introduire 4ml de la dilution mère dans un tube stérile contenant au préalable 6ml du diluant (Liquide Ringer), et obtenir la dilution 10^{-1}.

Les différentes analyses effectuées sur l'eau de process sont présentées dans le tableau VII.

Tableau VII : Modes opératoires utilisés pour la recherche microbiologique au niveau du sucre **(Guiraud, 1998)**.

Germes recherchés	Mode opératoire
Dénombrement des germes acidifiants	-Ensemencer 4 boites de Pétri d'1ml de la dilution mère sur milieu BCPLG ; -les incuber à 37°C pendant 24heures ; - les germes acidifiants apparaissent sous forme de colonies jaunes.
Recherche de clostridium sulfito-réducteur	-Introduire dans un tube stérile 20ml de la dilution mère ; -porter le dans un bain d'eau à 80°C pendant 10 minutes, puis refroidir rapidement ; -Ensemencer un tube de 4 ml de la dilution mère sur milieu TSC ou VF ; -les incuber à 46°C pendant 24 ou 48heures dans TSC/VF respectivement ; -Les clostridium sulfito-réducteurs apparaissent sous forme de colonies, entourées d'un halo noir.
Dénombrement de la flore aérobie mésophile totale	-A partir de la dilution préparée précédemment (10^{-1}), on fait l'ensemencement d'une série de deux boites chacune d'1ml sur milieu PCA ; -Deux témoins réalisés (PCA et LR) ; -L'incubation à 30°C pendant 72heures.
dénombrement des levures et moisissures	-Ensemencer 4 boites de Pétri chacune d'1ml de la dilution mère (1/4) sur milieu OGA ; -Les boites de Pétri sont incubées à température ambiante pendant 3à 5 jours.

3.5. Produit fini (Brik)

Avant la livraison de Candy-choco, l'unité Tchin-lait « Candia » doit satisfaire la réglementation algérienne **(J.0.R.A.N°35, 1998)** qui exige d'effectuer les tests suivants :

3.5.1. Dénombrement des germes aérobies

- On prend 1ml de chaque brick prélevée, qu'on ensemence en masse sur milieu PCA ;
- Incubation à 30°C pendant 72heure ;
- Comptage des colonies (figure 11).

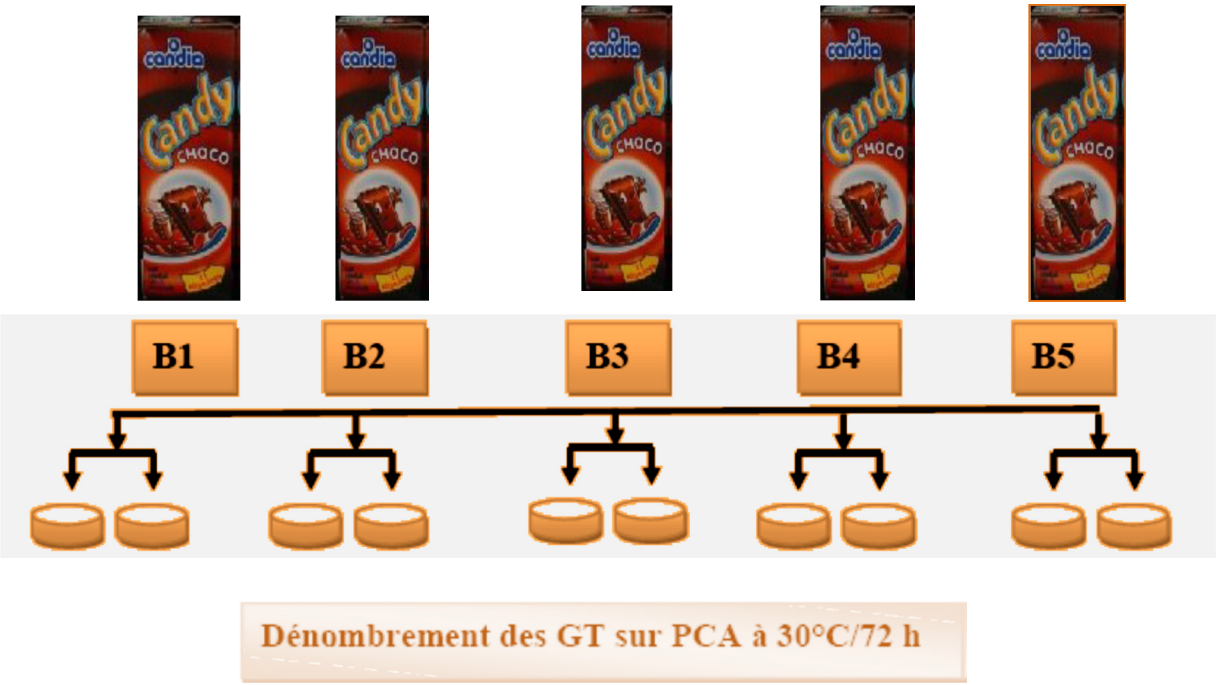

Figure 11 : Dénombrement des GT du produit fini « Candy-choco »

3.5.2. Test de stabilité

L'épreuve de stabilité comporte les étapes suivantes :

♦Incubation des échantillons

- Etuvage durant quinze jours de deux bricks à une température de 37°C ;
- Étuvage durant sept jours de deux bricks à une température de 55C° **;**
- Mise à la température ambiante (20 à 25°C) du brick témoin.

♦ Recherche de la flore totale

- On prélève 1ml de chaque échantillon incubé, qu'on ensemence en masse sur milieu PCA,
- incubation à 30°C pendant 72heure et comptage des colonies.

♦ Mesure de pH

La mesure du pH se fait à 20°C pour tous les échantillons incubés.

A l'issu des opérations effectuées :

- Aucun défaut apparent, notamment le gonflement, le flochage ou le fuitage ne doit être constaté.
- La variation de pH entre les unités d'échantillonnage étuvées et l'unité d'échantillonnage témoin mise à la température ambiante pendant les périodes retenues ne doit pas dépasser 0.2 unité.
- Il y a absence de variation de la flore microbienne du point de vue qualitatif et du point de vue quantitatif, le facteur R doit être inférieur à 100 (<100), par rapport au témoin ;

Où : $\mathbf{R = n/n_0 < 100}$

n : nombre moyen de germes pour l'unité incubée:

$\mathbf{n_0}$: nombre moyen de germes pour l'unité témoin.

Remarque 3

Selon Candia France, l'unité Tchin-lait « Candia » mesure le pH de produit fini après 7 jours d'étuvage à 37°C pour sa libération, dont ΔpH entre pH à jour J et pH mesuré ne doit pas dépasser 0.2 unités.

Remarque 4

Les milieux de culture utilisés pour la recherche des germes, sont des milieux importés et préparés par l'unité Tchin-lait Candia (Annexe V).

Chapitre V

Résultats et discussion

1. Analyses physico- chimiques

1.1. Eau de process

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau VIII.

Tableau VIII : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'eau de process.

Paramètres	**Echantillons**			**Moyenne**	**NE**
pH à 20°C	7,74	7,60	7,82	**7,72**	**6,5 à 8,5**
TH °F	15	16,2	14,9	**15,36**	**10 à 20**
Gout et odeur	Normaux	Normaux	Normaux		**Normaux**
Couleur	Clair	Clair	Clair		**Clair**

NE: Normes d'entreprise (Candia)

D'après les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, les valeurs obtenues pour les paramètres (pH, TH,…) sur les différents échantillons d'eau de process, sont conformes aux normes d'entreprise.

Le pH de l'eau est légèrement alcalin (7,72), il permet une meilleure solubilité et mouillabilité de la poudre.

D'après la valeur du TH obtenue, on conclue que l'eau, utilisée par l'entreprise, est moyennement dure, cela est dû au traitement d'adoucissement réalisé par l'unité pour avoir une bonne qualité de l'eau ce qui réduit le risque d'entartrage des canalisations et facilite la reconstitution du lait (**Badoud, 2010)**.

Les tests organoleptiques n'ont pas révélé un défaut de goût ni d'odeur susceptible d'être détecté par les organes sensoriels du manipulateur.

1.2. Poudre du lait

Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau IX.

Tableau IX : Résultats d'analyses physico-chimiques de la poudre du lait 0% et 26%.

Paramètres	**Echantillon (1) de 0%**	**NE**		**Echantillon (2) de 26%**	**NE**
pH	6,72	**6 à 6,80**		6,80	**6 à 6,80**
Acidité °D	14	**10 à 15°D**		10,2	**10 à 15°D**
Humidité %	2,61	**Max 5%**		3,59	**Max 5%**
MG (g/l)	0,5	**Max 1,5%**		26	**Minimum 26g/l**
Ramsdell	2,2	**1,6 à 3**		1,8	**1,6 à 3**
Bain d'huile	6 minutes	**≥6 minutes**		15 minutes	**≥12minutes**
Gout et odeur	Franc du lait	**Franc du lait**		Franc du lait	**Franc du lait**
Couleur	Blanche	**Blanche**		Jaunâtre	**Jaunâtre**
Aspect	Normal	**Normale**		Normal	**Normal**

NE: Norme d'entreprise « Candia »

Les résultats présentés dans le tableau précédent, sont conformes aux normes fixées par l'unité Tchin-lait « Candia ».

Les valeurs de pH nous renseignent sur l'état de fraicheur du lait, plus particulièrement sa stabilité, car le pH influence sur la solubilité des protéines. Par ailleurs, les valeurs de l'acidité titrable des poudres de lait sont dans les normes; il s'agit d'une acidité naturelle du lait normal. Une teneur élevée en substances acides (protéines, anions phosphate, citrate ou acide lactique) s'accompagnent d'un pH faible et d'une acidité de titration élevée **(Mathieu, 1998)**.

L'humidité des poudres du lait répand à la norme fixée par le **codex alimentarius STAN 207-1999** (H (%) ≤ 5%), ce qui leurs confère une protection contre toutes altérations susceptibles de les rendre impropre à la consommation. Afin d'éviter l'augmentation du taux d'humidité, le conditionnement de la poudre se fait dans des emballages étanches, fermés, et d'une solidité suffisante **(J.O.R.A. N° 55, 1997)**.

La différence de couleur entre les deux poudres s'explique par la teneur en matières grasses qui confère une couleur jaunâtre pour la poudre 26% et une couleur blanche pour la poudre 0%.

Les résultats des tests de stabilité (Ramsdell, bain d'huile) nous affirment que le lait est apte à subir un traitement à haute température de 140°C pendant un certain temps sans coagulation.

Donc, les poudres de lait 0% et 26% utilisées par l'unité Candia sont de bonne qualité physico-chimique.

1.3. Poudre de cacao

Les résultats de cette poudre sont indiqués dans le tableau X.

Tableau X : Résultats d'analyses physico-chimiques de la poudre de cacao.

Paramètres	**Résultats**	**NE**
PH à 10%	7,44	**6,80 – 8,00**
Humidité %	2,27	**Max 5%**
Gôut et odeur	Normaux	**Normaux**
Couleur	Marron	**marron**

NE : Normes d'entreprise

Les résultats obtenus, montrent que la teneur en eau de la poudre de cacao est conforme aux normes d'entreprise qui ne devrait pas dépasser un taux de 5%. De même la valeur du pH (7,44) répond aux exigences de l'entreprise. Les analyses organoleptiques ont révélés l'absence de goût et d'odeur désagréables, ce qui confirme que la poudre de cacao est de bonne qualité organoleptique.

1.2. Lait chocolaté reconstitué

Les résultats obtenus pour quatre lots sont résumés dans le tableau XI.

Tableau XI: Résultats d'analyses physico-chimiques de lait chocolaté reconstitué.

Date de fabrication	**09/03/12**	**10/03/12**	**10/03/12**	**10/03/12**	**NE**
N° de lot	**CP0311**	**CP0312**	**CP0313**	**CP0314**	
PH	6,91	6,90	6,91	6,92	**6,6-6,9**
Acidité (°D)	11,72	11,71	11,77	11,75	**10,5-12**
MG (g/l)	23,5	22,5	21,5	24,5	**20-26**
EST (g/l)	191,86	191,5	191,2	191,6	**191-193**
Densité	1,057	1,056	1,056	1,058	**1,055-1,059**
Brix %	16,6	16,86	16,7	16,7	**16,7 ± 0,2**
Couleur	Marron	Marron	Marron	Marron	**Normal**
Gout et odeur	Normaux	Normaux	Normaux	Normaux	**Normaux**

NE : Normes d'entreprise

Les analyses effectuées sur les produits reconstitués prélevés au niveau du tank de reconstitution concourent à déceler d'éventuels défauts de préparation. Dans le cas, de produits non conformes du point de vue physico-chimique (MG, EST, Brix,...). L'unité Tchin-lait Candia procède à la correction de ces derniers avant de poursuivre les autres étapes du process. Les valeurs illustrées dans le tableau précédent sont conformes ce qui indique que les produits reconstitués sont préparés convenablement. De ce fait le lait chocolaté ainsi reconstitué peut poursuivre la chaine de production pour obtenir un produit fini de bonne qualité physicochimique.

1.3. Produit fini (brik)

Les résultats du produit fini sont résumés dans les tableaux XII, XIII.

Tableau XII: Résultats d'analyses physico-chimiques de la 1^{ére} et 2^{éme} production.

N° de Lot	**CP0311**				**CP0312**				**NE**
Brik	Début	milieu	fin	moyenne	début	milieu	fin	moyenne	
T (°C)	26,6	26,72	26,4	**26,57**	26,4	28,3	26,7	**27,13**	**25 ± 2**
PH	6,91	6,92	6,92	**6,92**	6,92	6,90	6,91	**6,91**	**6,6-6,9**
Acidité (°D)	11,75	11,75	11,75	**11,75**	11,75	11,75	11,75	**11,75**	**11-12**
Densité	1,058	1,058	1,058	**1,058**	1,058	1,058	1,058	**1,058**	**1,055-1,059**
MG (g/l)	21,5	22	23,0	**22,16**	23,0	22,5	22,5	**22,66**	**20-26**
EST (g/l)	191,49	190,86	192,02	**191,45**	192,02	192,34	192,13	**192,22**	**189-191**
Alcool		–				–			**négatif**
Ebullition		–				–			**Négatif**
Brix (%)	18,0	17,9	17,9	**17,93**	17,9	18,1	17,9	**17,96**	**17-17,5**
Gout, Odeur	N	N	N		N	N	N		**Normal**
Couleur	M	M	M		M	M	M		**marron**
Poids (g)	221,8	221,3	221,1	**221,4**	221,1	220,3	221,7	**221,03**	**217-223**
Volume (ml)	200	200	200	**200**	200	200	200	200	**200**
Conclusion	Conforme				Conforme				

Tableau XIII : Résultats d'analyses physico-chimiques de la 3éme et 4éme production.

N° lot	**CP0313**				**CP0314**				**NE**
Brik	Début	milieu	fin	moyenne	Début	milieu	fin	moyenne	
T° (°C)	25,8	23,6	26,1	25,16	26,12	25,82	26,7	26,21	**25 ±0,2**
pH	6,95	6,94	6,92	6,93	6,92	6,92	6,93	6,923	**6,6-6,9**
Acidité (°D)	11,75	11,75	11,75	11,75	11,75	11,75	11,75	11,75	**11-12**
Densité à 20°C	1,058	1,059	1,058	1,0583	1,058	1,058	1,058	1,058	**1,055-1,059**
MG (g/l)	22,5	24	22,5	23	22,5	21,5	21,5	21,83	**20-26**
EST (g/l)	192,2	192,7	192,02	192,3	192,02	191,19	191,18	191,46	**189-191**
Alcool		_				_			**Négatif**
Ebullition		_				_			**Négatif**
Brix (%)	17,8	17,5	17,6	17,63	17,6	17,6	17,6	17,6	**17-17,5**
Gout, odeur	N	N	N		N	N	N		**normal**
Couleur	marron	marron	Marron		Marron	Marron	Marron		**marron**
Poids (g)	221,6	222,1	221,7	221,8	221,7	221,3	220,6	221,2	**217-223**
Volume (ml)	200	200	200	200	200	200	200	200	**20 ml**
Conclusion	**Conforme**				**Conforme**				

NE : Normes d'entreprise

Une légère variation entre les valeurs des tests réalisés (Densité, EST et MG…) pour les bricks prélevées au début, milieu et la fin de chaque production a été constatée. Cela pourrait être dû aux erreurs de manipulateur, ou à une mauvaise homogénéisation. La densité varie proportionnellement avec la teneur de l'extrait sec dégraissé et le taux butyreux, ce qui nous indique la conformité de taux de matière grasse à la norme et même l'extrait sec total.

Les valeurs du pH sont légèrement élevées par rapport à la norme fixée par l'entreprise, cela est entrainé par la légère élévation du pH de l'eau de process et de cacao. Selon **Amiot, (2002),** les valeurs de pH et d'acidité évoluent avec la composition du lait.

Les résultats des tests d'ébullition et d'alcool sont négatifs pour toutes les bricks prélevées au niveau des différents lots. En effet, le chauffage des échantillons à la température de 100°C, n'a pas entrainé de coagulation. Ce qui prouve la stabilité du lait et sa résistance aux traitements thermiques effectués (pasteurisation, stérilisation UHT). Selon **Guiraud et Galzy, (1980)**, le lait ne commence à coaguler que lorsque l'acidité dépasse 21°D, le lait se prend en masse à 28°D. Le développement microbien qui provoque des altérations dans le lait peut être mis en évidence par le test à l'alcool. En effet, le lait altéré présente des flocons de protéines précipitées contrairement au lait normal qui s'écoule le long des parois sans laisser des traces (**Guiraud, 1998)**.

On constate que les valeurs du brix sont légèrement supérieures (17,6-18%) par rapport au brix du produit reconstitué (16,5-16,86%). Cela peut être expliqué par une faible dégradation des stabilisants et de l'amidon, ajoutés à la préparation, au cours des traitements thermiques (pasteurisation, stérilisation UHT).

2. Analyses microbiologiques

2.1. Eau de process

Les résultats microbiologiques de l'eau de process sont indiqués dans le tableau XIV.

Tableau XIV : Résultats d'analyses microbiologiques de l'eau de process.

Germes recherchés	**Echantillons**			**Normes de J.O.R.A. N° 35, 1998**
	(1)	**(2)**	**(3)**	
Germes totaux	5	16	8	**20germes/ ml**
Coliformes totaux	Absence	Absence	Absence	**Abs**
Coliformes fécaux	Absence	Absence	Absence	**Abs**

Le nombre des germes totaux est inférieur largement à la norme (5-16germes/ml), ce qui nous renseigne sur le degré de protection de l'eau de reconstitution.

On constate l'absence totale des coliformes totaux et fécaux, dont leurs présence est un indice de contamination par défaillance technologique ou hygiénique. Cela est dû à l'efficacité de la stérilisation de l'eau du process par les rayons ultraviolets (UV).

2.2. Poudre de lait

Les résultats obtenus pour la poudre 0% et 26% sont indiquées dans le tableau XV et XVI.

Tableau XV: Résultats d'analyses microbiologiques de la poudre de lait 0%.

Germes recherchées	**Poudre 0%**					**Normes de J.O.R.A. N° 35, 1998**
Germes totaux	10^2					**2.10^5 germes/ml**
Coliformes totaux	Abs					**10 germes/ml**
Germes sulfito-réducteurs à 46°C	**sac 01**	**sac 02**	**sac 03**	**sac 04**	**sac 05**	**10 germes/ml**
	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	

Tableau XVI : Résultats d'analyses microbiologiques de la poudre du lait 26%.

Germes recherchés	**Poudre 26%**					**Normes de J.O.R.A. N° 35, 1998**
Germes totaux	2. 10^2					**2.10^5germes/ml**
Coliformes totaux	<10					**10 germes/ml**
Clostrdium sulfito-réducteurs à 46°C	**Sac 01**	**Sac 02**	**Sac 03**	**Sac 04**	**Sac 05**	**10 germes/ml**
	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	

Les résultats microbiologiques de la poudre de lait 0% et 26% sont en accord avec les normes préconisées dans le J.O.R.A. N°35, 1998.

Le nombre des germes totaux est inférieur à la norme (10^2 et 2. 10^2) pour les poudres 0% et 26% respectivement. Cela peut provenir au bon conditionnement dans des sacs de 25kg, ces derniers constitués d'une partie en polyéthylène et d'une partie externe faite d'un doublet en papier. De même pour les coliformes qui sont inférieurs à 10 germes/ ml indique que la qualité hygiénique est satisfaisante.

L'absence totale des Clostrdium sulfito-réducteurs dans les poudres nous confirme l'absence d'une contamination ancienne.

2.3. Poudre de cacao

Les résultats microbiologiques de la poudre de cacao sont mentionnés dans le tableau XVII.

Tableau XVII: Résultats d'analyses microbiologiques de la poudre de cacao.

Poudre de cacao	**Sac 01**	**Sac 02**	**Sac 03**	**Sac 04**	**Sac 05**	**Normes de J.O.R.A. N° 35, 1998**
Germes aérobies à 30°C	$1,5.\ 10^2$	$1.\ \ 10^2$	10^2	$4,2.\ 10^2$	$1,6.\ 10^2$	**10^5 germes/ml**
Les entérobactéries	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	**1 germes/ml**
Levures	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	**10^2 germes/ml**
Moisissures	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	**10 germes/ml**

Les résultats obtenus pour la poudre de cacao sont conformes à la norme exigée par le J.O.R.A.N°35, 1998, ce qui nous a prouvé qu'elle est de bonne qualité microbiologique.

Les résultats obtenus montrent que la poudre de lait présente une flore totale assez réduite par rapport aux normes, une absence totale des entérobactéries, des levures et moisissures ce qui nous renseigne sur la bonne qualité de la poudre. Cela est dû aux bonnes conditions de stockage.

2.4. Sucre blanc cristallisé

Les résultats bactériologiques de sucre sont résumés dans le tableau XVIII.

Tableau XVIII : Résultats d'analyses microbiologiques de sucre.

Sucre blanc cristallisé	**Sac 01**	**Sac 02**	**Sac 03**	**Sac 04**	**Sac 05**	**Normes de J.O.R.A. N° 35, 1998**
Germes aérobies à 30°C	5	1	3	2	3	**20 germes/ml**
Germes sulfito réducteur à 46°C	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	**1 germes/ml**
Germes acidifiants	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	**5 germes/ml**

Le nombre des germes totaux est inférieur à la norme (1-5germes/ ml), grâce au bon conditionnement. Egalement on a constaté l'absence totale des germes acidifiants et clostridium sulfito-réducteurs responsables de mauvaises odeurs. Ces résultats nous affirment que le sucre utilisé est de bonne qualité microbiologique.

Toute la matière première utilisée par Tchin-lait « Candia » pour la fabrication de Candy-choco est de bonne qualité microbiologique et sa conformité en accord avec la réglementation algérienne.

2.5. Produit fini (Brik)

2.5.1. Germes totaux (GT)

Les résultats microbiologiques de produit fini sont représentés dans le tableau XIX.

Tableau XIX : Résultats d'analyses microbiologiques de produit fini (5bricks).

Prélèvement au niveau	**0%**	**25%**	**50%**	**75%**	**100%**	**Normes de J.O.R.A. N° 35, 1998**
Germes recherchés	**GT**	**GT**	**GT**	**GT**	**GT**	**<10/ 0,1ml**
CP0311	2.6	2.5	2.7	3.0	2.8	
CP0312	3.1	3.4	3.1	3.3	3.2	
CP0313	1.5	1.2	1.3	1.2	1.3	
CP0314	2.6	1.9	2.2	2.3	2.1	

Les résultats obtenus pour tous les échantillons prélevés (CP0311, CP0312, CP0313 et CP0314) tout au long du processus de conditionnement du produit fini sont conformes à la norme confirmée dans le **J.O.R.A.N°35, 1998,** cela est dû à l'efficacité des traitements thermiques suivi d'un conditionnement aseptique qui protège le produit contre d'éventuelles contaminations.

2.5.2. Test de stabilité

Les mesures du pH et le dénombrement des germes totaux à 30°C dans les échantillons du produit fini, préalablement incubés aux températures : 37°C, 55°C et à T° ambiante, sont résumés dans le tableau XX.

Tableau XX: Résultats du pH et les germes totaux après l'étuvage du produit fini.

N° lot	**CP0311**	**CP0312**	**CP0313**	**CP0314**	**Normes de J.O.R.A. N° 35, 1998**
pH après 7 jours d'étuvage à 55°C	6,85	6,87	6,84	6,83	**ΔpH< 0.2unité**
pH après 15 jours d'étuvage à 37°C	6,77	6,83	6,85	6,86	
pH après 15jours à température ambiante (témoin)	6,76	6,87	6,84	6,82	
Germes totaux	Abs	Abs	Abs	Abs	**R<100**

R : rapport entre l'échantillonnage incubé et l'échantillonnage témoin.

D'après les résultats obtenus pour tous les échantillons incubés à différentes températures, sont conformes à la norme algérienne **(J.O.R.A.N°35, 1998**) qui préconise une charge en germes aérobie mésophiles totaux inférieure à 10 germes par 0,1ml.

ΔpH qui est la différence de pH entre les bricks incubées à (37°et 55°C) et la brick témoin est inférieure à 0.2 unités, cela témoigne l'absence de développement microbien.

On constate également l'absence de variation de la flore microbienne, par rapport au témoin. Cela explique la stabilité du produit fini pendant l'étuvage.

Remarque 5

Dans le cas de non-conformité microbiologique, l'unité Tchin-lait Candia procède à la destruction du produit fini et cherche à détecter les sources des problèmes survenus au cours de la production, pour les corriger. Elle procède directement au blocage des palettes qui sont a en amont et en aval de la palette non conforme.

Conclusion

Durant notre stage de **04/03/2012** jusqu'à le **04/04/2012**, au niveau de la **laiterie Tchin-lait « Candia »**, nous avons réalisé un suivi des paramètres physico-chimiques et microbiologiques des matières premières, des produits reconstitués ainsi que le lait UHT chocolaté (produit fini).

Les résultats obtenus des tests physico-chimiques et organoleptiques, réalisés sur les matières premières, les produits de reconstitution et le produit fini, ont révélés des taux d'humidité, d'acidité, de pH, de matière grasse, de l'extrait sec total et des tests de stabilité… compris dans la gamme des normes .

La recherche des coliformes, des Clostridium sulfito réducteurs, des germes acidifiants et les entérobactéries, a révélé l'absence de ces derniers dans les matières premières. Le dénombrement de la flore mésophile totale a révélé des nombres inférieurs aux normes pour les matières premières et le produit fini.

L'eau utilisée pour la reconstitution est d'une dureté satisfaisante et de bonne qualité microbiologique grâce aux traitements d'adoucissement et aux irradiations par ultra violet qui sont réalisés par l'entreprise.

Les résultats obtenus du produit fini sur les tests de stabilité, nous a démontré que les variations du pH entre les échantillons incubés et l'échantillon témoin sont inférieur à 0,2 unité fixé par J.O.R.A. et que le rapport des germes totaux entre l'échantillonnage incubé et témoin étuvé est inférieur aux exigences algériennes (R< 100).

L'unité Tchin-lait Candia procède à l'amélioration de la qualité de ses produits et l'utilisation des technologies de haute performance.

Dans le cas où des produits reconstitués ne répondent pas aux normes exigées par l'entreprise, du point de vue physico-chimique, l'unité Tchin-lait « Candia » procède à la correction de la qualité de ces produits. Mais du point de vue microbiologique, elle procède directement à leur destruction.

En conclusion, les différentes analyses physico-chimiques et microbiologiques à tous les niveaux de fabrication (eau de process, poudre de lait et cacao, sucre, lait chocolaté reconstitué et produit fini (Candy-choco) répondent aux normes algériennes et aux normes

internes de l'entreprise; ces résultats traduisent l'efficacité du traitement UHT. Ce dernier a permis au produit de préserver ses caractéristiques nutritionnelles, organoleptiques et l'obtention d'un produit de bonne qualité du point de vue hygiénique, technologique et sensoriel.

Références bibliographiques

A

- **Alais C. Et Linden G. (1997).** Abrégé de biochimie alimentaire. 4e édition. Masson, Paris. pp .188
- **Alais C., Linden G. et Miclo L. (2008).**Biochimique alimentaire. 6e édition de l'abrégé. Dunod, Paris. pp. 172-192
- **Anonyme, 2002**. Le cacaoyer : l'arbre à chocolat. http://fauneetflore.haplosciences.com/cacao.html
- **Arzate A. (2005).** Extraction et raffinage du sucre de canne. Saint-Norbert d'Arthabaska. Centre de Recherche de Développement et de Transfert Technologique En Acériculture.

B

- **Besson A. (2010).** Procédés thermiques de conservation. In : « science et technologie des aliments ».Ed. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne. pp.434-450.
- **Billon p., Sauvee O., Corbet V., Leclerc M.C., Menard J, Troboa D. (2009).** Traite des vaches laitières. 1re Ed. France agricole, Paris. pp. 425-427.
- **Blank I. et Spadone J.C. (2010).** Arôme, Goût et Couleur. In **:** « Science et technologie des aliments ». Ed. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne. pp.338.
- **Boularak A. (2005).** Ministère du commerce : Guide des déterminations analytiques des laits et produits laitiers. la Direction Générale du contrôle Economique et de la Répression des Fraudes.
- **Boumendjel M. (2005).** Conservation des Denrées Alimentaires. Institut des Sciences agronomiques du Centre Universitaire d'El-Tarif.

C

- **Cayot P. et Lorient D. (1998)**. Structure et technologie des protéines du lait. Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 1.

- **Chêne C., (2004).** Les Amidons – Dossier Technique. Journal de l'Adrianor. Agro-Jonction n°34.
- **Cheyrou J.L. et Mox E. (2003)**. L'engagement de Tétra Pack pour le développement durable .France – Belgique.
- **Cros E. et Bianchi J. (1998).** Alcalinisation. In : « cacao et chocolat ». Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 170**.**

D

- **Demeziere F. (1998).**Méthodes, matériels et techniques. In : « Nettoyage et désinfection dans les entreprises alimentaires. Ed. ASEPT, France. pp.122-123.
- **Denis L. (2001).** Influence des traitements technologiques sur les propriétés nutritionnelles du lait. In « Lait, nutrition et santé ». Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 216.
- **Dieng M. (2001).** Contribution à l'étude de la qualité microbiologique des laits cailles industriels commercialisés sur le marché dakarois. thèse doctorat. vétérinaires de Dakar. pp. 87.
- **Dilami-Bouras A. (2004).** Biochimie alimentaire. Ed. Office des publications universitaires, Ben-Aknoun, Alger. pp. 57-58.
- **Dupuis C., Tardif R. et Verge J. (2002).** Hygiène et salubrité dans l'industrie laitière. In : « Science et technologie du lait ». Ed. Presses internationales Polytechnique. pp.544.

E

- **Eck A. (1962).** Le lait et l'industrie laitière.3e éd. Presses Universitaires de France. pp. 127.
- **Etournaud A. (2010).** Contrôle des denrées alimentaires. In : « Science et technologie des aliments ». Ed. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne. pp.597-603.

F

- **Fischer M. (2010).** Les glucides. In : « Science et technologie des aliments ». 1re édition. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne. pp. 240-241-243.

G

- **Gaucher I., Mollé D., Gagnaire V., Gaucheron F. (2007).** Effects of Storage temperature on physico-chemical characteristics of semi-skimmed UHT Milk. Food Hydrocolloids. 22, 130–143.
- **Goursaud J. (1985).** Composition et propriétés physicochimiques. In : « Laits et Produits laitiers. Volume : 1. Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 1.
- **Guiraud J. P. (1998).** Microbiologie Alimentaire. Ed. DUNOD, Paris, pp.393.
- **Guiraud J. et Galzy P. (1980).** L'analyse microbiologique dans les industries alimentaires. Ed. Dounod, Paris. pp. 119-125.

H

- **Hardy J. (1987).** Les propriétés du lait. In : « Le lait matière première de l'industrie laitière ». CEPIL. Institut National De La recherche Agronomique, Paris. pp. 28.
- **Hugel R. (1998).** Emballage et environnement : le contexte. In : « L'emballage des denrées alimentaires de grande consommation ».Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 1018.

J

- **Jeantet R., Croguennec Th., Schuck P. et Gérard B. (2007).** Du lait aux produits laitiers. In : « Science des aliments ». Editions. Tec et Doc. Lavoisier. Volume 2. Paris. pp. 7-60**.**
- **Joffin C. Et Joffin J.N. (2003).** Microbiologie alimentaire. 5e éd. Centre Régional de Documentation Pédagogique d'Aquitaine. pp. 85- 91.

- **Juilerat M.A. et Badoud R. (2010)**. Acides aminés et protéines. In : « Science et technologie des aliments. Edition. Presses polytechniques et universitaires romandes. Lausanne. pp. 80-82.

M

- **Mahaut M., Jeantet R., Brulé G. (2000).** Initiation à la technologie fromagère**.** Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 5.
- **Mahaut M., Jeantet R., Brulé G., Schuck P. (2000).** les produits industriels laitiers. Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 1-2.
- **Malumba P., Janas S., Deroanne C., Masimango T., Béra F. (2011).** Structure de l'amidon de maïs et principaux phénomènes impliqués dans sa modification thermique. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* 15(2) :315-326.
- **Mathieu J., (1998).** Initiation à la physicochimie du lait. Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp.25
- **Michel J.C., Michel P. et Richard J. (2002)**. Lait de consommation. In : « Science et Technologie du Lait ».Ed. Presses Internationales Polytechnique, Canada. pp. 277-321**.**
- **Muthwill F., Berger J.F. et Lecoq M. (1998).** Le conditionnement en continu des liquides alimentaires en complexe de papier, polyéthylène et aluminium. In : « l'emballage des denrées alimentaires de grandes consommation». 2e Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 604.

O

- **Odet G., Cerf O., Chevillotte J., Douard D., Gillis J.C., Helaine E. et Lignac J. (1985).** La maitrise de la qualité du lait stérilisé U.H.T. Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp.94

P

- **Perlat M.N., Lalande M., Corrieu G. (1986).** étude du nettoyage d'un stérilisateur de lait U.H.T. ordre d'utilisation des détergents alcalin et acide et aspects cinétique. *Le Lait,* 66, 31-63.

- **Petransxiene D et Lapied L. (1981).**La qualité bactériologique du lait et des produits laitiers. 2e édition. Tec et Doc. Lavoisier, Paris.
- **Pougheon S., Goursaud J. (2001).** Le lait et ses constituants : caractéristiques physicochimiques. In : « lait, nutrition et santé ».Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp. 24-37.

R

- **Rodier J. (1996).** L'analyse de l'eau. 8e édition. Dunod, Paris. pp.3.
- **Rodier J., Legube B., Merlet N. (2009).** Salinité total, Potentiels et titres. In : « L'analyse de l'eau ». 9e édition, DUNOD, Paris. pp 119-121.

S

Souverain R. (1998). Nettoyage et désinfection des emballages réutilisables. In : « l'emballage des denrées alimentaires de grandes consommation». 2e Ed. Tec et Doc. Lavoisier. Paris. pp. 712.

V

- **Vandercammen M. (2011)**. Quel lait choisir. Ed .Centre De Recherche et d'Information des Organisations de Consommateurs. Boulevard Paepsem 20-1070 Bruxelles.13p.
- **Van Der Kolk F., (1998)**. Utilisation des poudres de cacao. In : « Cacao et chocolat ».Ed. Tec et Doc. pp. 317-318.
- **Vierling E. (2008).** Aliments et boissons – filières et produits.3e Ed. Doin, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. pp. 23.

Textes réglementaires

- **CODEX STAN 207-1999,** Norme codex pour les laits en poudre et la crème en poudre. Lait et produits laitiers. 2e édition. pp. 2.
- **Ministère de l'économie, de l'agriculture, de la santé et de la population.** Arrêté interministériel du 29 Safar 1414 correspondant au 18 août 1993 relatif aux spécifications et à la présentation de certains laits de consommation. JORA N°69 ,27 octobre 1993.pp. 16
- **Ministère du commerce, de l'agriculture, de la pêche, de la santé et de la population**. Arrêté interministériel au 24 moharram 1418 correspondant au 31 mai 1997 relatif aux spécifications techniques des laits en poudre et aux conditions et modalités de leur présentation. Journal officiel N° 55, 20 aout 1997. Texte N°13.
- **Ministère du commerce, de l'agriculture, de la pêche, de la santé et de la population** .Arrêté interministériel du 25 Ramadhan 1418 correspondant au 24 janvier 1998 modifiant et complétant l'arrêté du 14 Safar 1415 correspondant au 23 juillet 1994 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires. JORA N° 35,27 Mai 1998 .26p.
- **Ministère du commerce**. Arrêté du 17 Rajab 1420 correspondant au 27 octobre 1999 relatif aux spéciations du lait en poudre industriel et aux conditions et modalités de sa présentation, sa détention, son utilisation et sa commercialisation. JORA N° 80,14 novembre 1999.pp. 7.
- **NF V 04- 206, 1969**. Détermination de l'acidité titrable. In : « lait et produits laitiers– volume 1 : lait », AFNOR, 1999.pp.135
- **NF. V04-210,1990**. Détermination de la teneur en matière grasse (méthode acido-butyrométrique). In : « lait et produits laitiers – volume 1- lait ». AFNOR. 1999. pp. 162.

Annexes

Annexe I

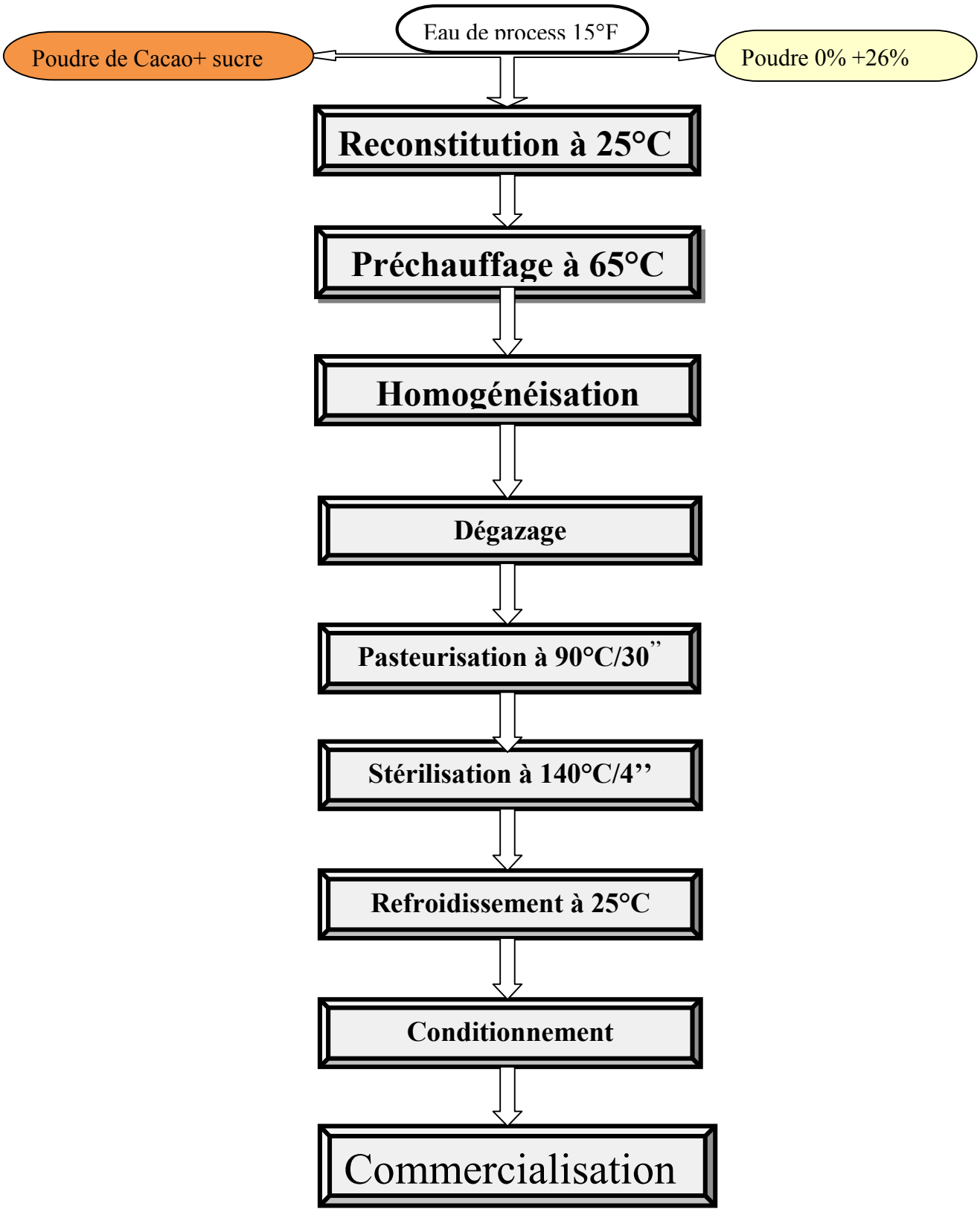

Figure 2: Diagramme de fabrication du lait chocolaté **(Candia)**.

Annexe II

Conditionnement aseptique en continu

Il exige la résolution de trois problèmes :

- La stérilisation du liquide alimentaire ;
- La stérilisation du récipient qui va contenir ce liquide ;
- Le remplissage du récipient avec le liquide sans recontamination ni de l'un ni de l'autre.

Dans le procédé Tétra Pack, la stérilisation de l'emballage et son remplissage sont indissociables car le récipient lui-même (tube) forme une partie de la chambre aseptique de conditionnement (Figure 3) **(Muthwill et *al.*, 1998)**.

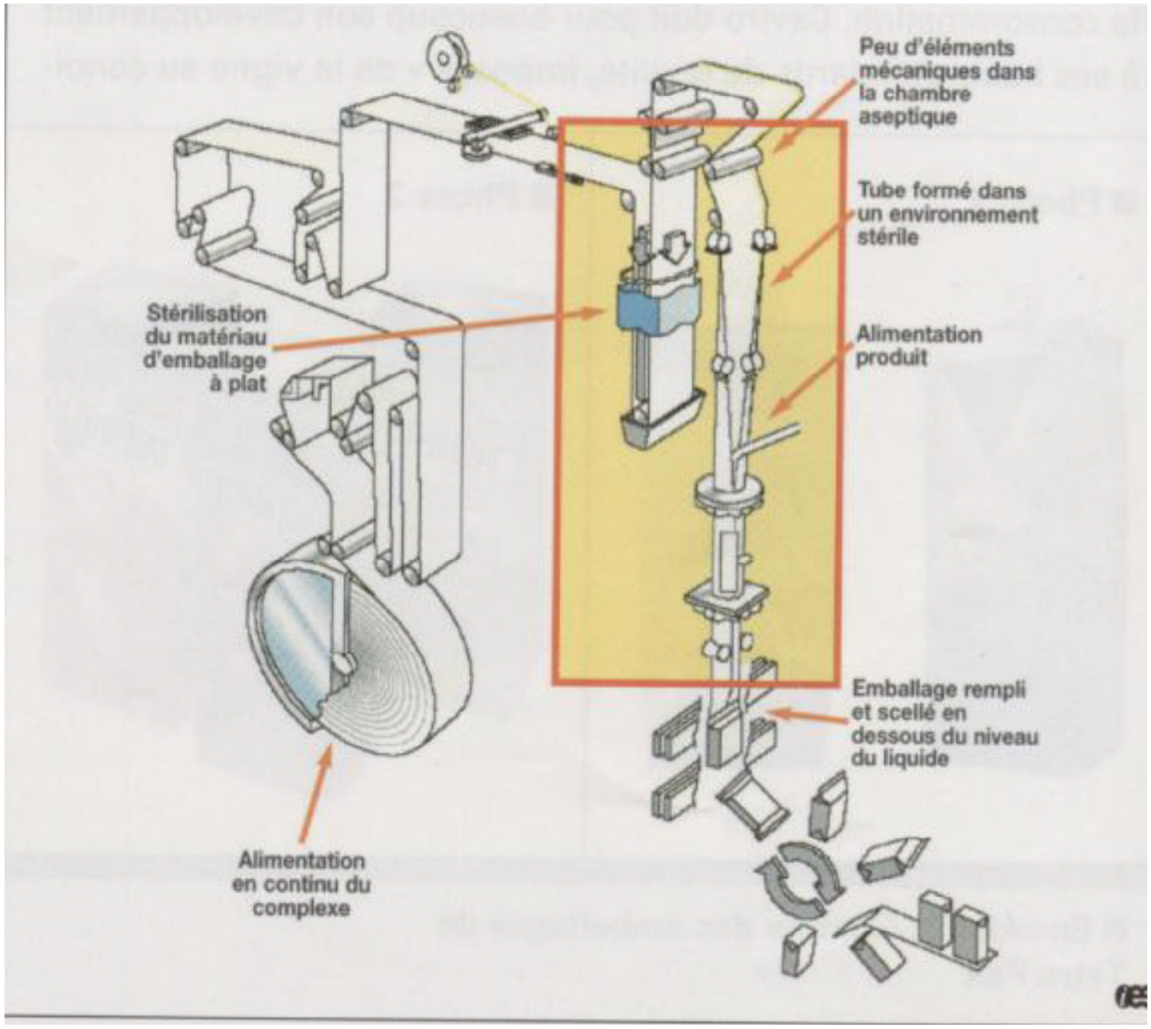

Figure 3: Diagramme du circuit suivi par le matériau d'emballage dans une machine Tétra Pack.

Annexe III

Composition de l'emballage Tétra Pack

Les emballages à base de carton (figure 4) ne figurent pas parmi les principales causes de problèmes d'environnement, mais il importe d'économiser l'énergie et les matières premières non renouvelables et de choisir les formes d'emballages qui pèsent le moins possible sur l'environnement. Evaluer cette caractéristique exige de prendre en compte de nombreux aspects.

Conçu dés l'origine comme étant le modèle de la réduction à la source : un emballage d'un litre pèse aujourd'hui 25,6 grammes pour le conditionnement d'un litre liquide **(Muthwill et *al.*, 1998)**.

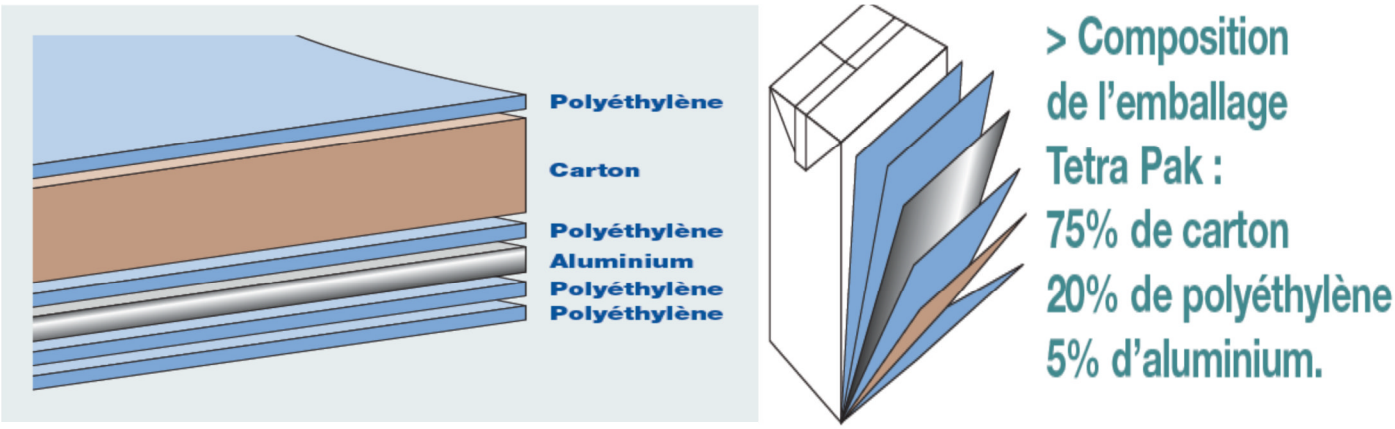

Figure 4: Les six couches de l'emballage Tétra Pack.

Annexe IV

- **Dénombrement des germes sur milieu liquide**

Table II : Table du nombre le plus probable de Mac Grady (série de 3 tubes / dilution) **(Guiraud, 1998)**.

Nombre caractéristique	Nombre de cellules	Nombre caractéristique	Nombre de cellules
000	0.0	221	3.0
001	0.3	222	3.5
010	0.3	223	4.0
011	0.6	230	3.0
020	0.6	231	3.5
100	0.4	232	4.0
101	0.7	300	2.5
102	1.1	301	4.0
110	0.7	302	6.5
111	1.1	310	4.5
120	1.1	311	7.5
121	1.5	312	11.5
130	1.6	313	16.0
200	0.9	320	9.5
201	1.4	321	15.0
202	2.0	322	20.0
210	1.5	323	30.0
211	2.0	330	25.0
212	3.0	331	45.0
220	2.0	332	110.0
		333	140.0

- **Dénombrement des germes sur milieu solide**

  On retint les boites contenants de 15 à 300 colonies.

  On calcule le nombre de microorganismes par ml à l'aide de la formule suivante :

$$N = \sum C / (n_1 + 0{,}1 n_2)\, d$$

Où

$\sum$**C** : la somme des colonies comptées sur les boites

$\mathbf{n_1}$: nombre de boites comptées à la dilution la plus faible

$\mathbf{n_2}$: nombre de boites comptées à la dilution la plus élevée

d : la valeur correspondante à la dilution à partir de laquelle les premiers dénombrements ont été retenus.

(Guiraud, 1998).

Annexe V

❖ **Milieux de culture (Candia France)**

Les milieux de culture utilisée pour la recherche des germes, sont des milieux importés et préparés par l'entreprise Candia.

1. **Gélose Viande De Foie (VF)**

Pour cultiver Brucella et autres organismes pathogènes dans des échantillons cliniques.

Composition (g/l)	Base de Foie	Glucose	Amidon	Agar bactériologique
Quantité (g/l)	30.0	0,2	0,2	110

- **Préparation** : Mettre en suspension 41,4 grammes du milieu dans un litre d'eau distillée. Chauffer en agitant fréquemment jusqu'à dissolution complète. Faire bouillir pendant 1minute. Répartir dans des récipients appropriés et stériliser en autoclave à 121°C pendant 15minutes. pH final : 7,6±0,2 à 25°C.

2. Gelose glucosee a l'oxytetracycline (Base OGA)

Composition (g/l)	Extrait autolytique de levure	Glucose	Agar bactériologique
Quantité (g/1,1L)	5	20	15

Préparation: Mettre en suspension 40 grammes de milieu déshydraté dans 1,1 litre d'eau distillée ou déminéralisée. Porter à ébullition lentement en agitant jusqu'à dissolution complète. Répartir à raison de 110 ml par flacon. Stériliser à l'autoclave à 121°C pendant 15 minutes. Refroidir et maintenir à 47°C. Ajouter aseptiquement 1mL de supplément sélectif Oxytétracycline reconstitué (BS008) par flacon. Homogénéiser parfaitement. Couler en boites de Pétri stérile. pH du milieu prêt à l'emploi à 25°C : 6,6± 0,2.

4. **Bouillon Lactosé avec Pourpre De Bromocresol (BCPL)**

Milieu présomptif pour la détection de bactéries coliformes dans l'eau.

Composition (g/l)	Peptone de caséine	Lactose	Extrait de viande	Bromocresol pourpre 1%
Quantité (g/l)	7,0	5,00	1,0	0,03

Rq : Dans le cas de gélose, on ajoute 13g d'agar par 1litre. 12g d'agar/l pour obtenir le milieu BCPLG.

Préparation : Mettre en suspension 13g du milieu déshydraté dans un litre d'eau distillée. Mélanger soigneusement, chauffer en agitant fréquemment. Faire bouillir pendant une minute. Répartir dans des récipients appropriés et stériliser en autoclave à 120°C, (15-LVS. De pression) pendant 15minutes. pH final : 6,7± 0,2 à 25°C.

5. Gélose PCA (Plate count agar)

Composition g/l)	Digéré enzymatique de caséine	Extrait de levure	Glucose (anhydre)	Agar bactériologique
Quantité (g/l)	5,0	2,5	1,0	15,0

Préparation : mettre en suspension 23,5g dans un litre d'eau distillée. Bien mélanger. Chauffer en agitant fréquemment et faire bouillir jusqu'à dissolution complète. Répartir dans les récipients appropries. Stériliser à 121°c pendant 15min.PH final : 7.0±0,2 à 25°c.

6. bouillon lactose bilié au vert brillant(BLBVB)

composition	Tryptone	Bile de bœuf bactériologique	Lactose	Vert brillant
Quantité (g/l)	10	20	10	0,0133

Préparation : mettre en solution 40g de milieu déshydraté dans 1l d'eau distillée ou déminéralisé. Agiter lentement. Jusqu'à dissolution complète. Répartir en tubes contenant une cloche de durham. Stériliser à l'autoclave à 121°c pendant 15min. pH final à 25°c : 7,2± 0,2.

Remarque : après refroidissement, les cloches de durham ne doivent pas contenir d'air.

7. **Gélose TSC**

composition	Tryptone	Peptone papaïnique de soja	Extrait autolytique de levure	Citrate ferrique ammoniacal	Agar Agar bactériologique	Méta bisulfite de sodium
Quantité (g/l)	15	5	1	1	15	1

Préparation : mettre en suspension 42 grammes de milieu déshydraté dans 1l d'eau distillée ou déminéralisée. Porter à ébullition lentement, en agitant jusqu'à dissolution complète. Répartir en tubes 20x200mm, à raison de 20ml par tube. Stériliser à l'autoclave à 121°c pendant 15 minutes. Refroidir et maintenir le milieu à 47°c. Ajouter stérilement 0,2ml de supplément sélectif D-cyclserine reconstitué (BS 006) par tube. PH à 25°c : 7,6±0,2.

- **Préparation du liquide Ringer**

- 6,75g x 3L de Scharlau (Sodium chloride, reagent grade, ACS, ISO) ;
- 0,151g x 3L de bicarbonate de soude $NAHCO_3$;
- 0,48g x 3L de calcium chlorure 2 – hydrate poudre (RFE, USP, BP, Ph, EUR) ;
- 0,315g/3L de chlorure de potassium.

Annexe VI

Fiche de résultats d'analyses physicochimiques des produits finis

Ligne de production | **Type de produit**

Critères	**Résultats**								
Quart									
[H_2O_2] machine/quart									
N° de lot									
Date de conditionnement									
Date limite de consummation									
Brik	**Début**	**Milieu**	**Fin et/ou début**		**Milieu**	**Fin et/ou début**		**Milieu**	**Fin**
Heure de prélèvement									
Température (°C)									
pH									
Acidité (°D)									
Densité à 20°C									
Matière grasse (g/l)									
Matière protéique (g/l)									
Lactose (g/l)									
EST (g/l)									
ESD (g/L)									
FPD (°C)									
Alcool									
Rams dell									
Ebullition									
Test de filtration									
Test Nizo									
Brix (%)									
Gout, odeur									
Couleur									
Poids (g)									
Volume (ml)									
Concentration en H_2O_2 (mg/l)									
Fait par									
Observations									
Palettes mises en observation									
Conclusion									

Résumé

L'objectif de ce travail était d'apprécier la conformité du lait UHT « Candy-choco » aux normes exigées par l'entreprise au cours de sa production jusqu'à son conditionnement.

Le suivi de la qualité physico-chimique et microbiologique de lait UHT chocolaté tout au long de fabrication, en partant de la matière première jusqu'au produit fini montre que l'ensemble des analyses effectuées répondent aux normes internes de l'unité et aux normes de J.O.R.A.

De ce fait, nous avons constaté une grande efficacité stérilisatrice du traitement UHT, afin de présenter au consommateur un produit sain, nutritif et de qualité supérieure.

Mots clés : Stérilisation UHT, lait UHT chocolaté, qualité, technologie, physico-chimique et microbiologique.

Abstract

The objective of this study was to assess the compliance with standards demanded by the company during its production till its conditioning.

The steady of physicochemical and microbiology quality of the milk chocolate-flavored UHT all the long of making, starting from raw material to the finish product shows that all the made analyses answer the internal standards of the company and the A.R.O.N.

Of this fact, we noted a highly effective sterilizing of the UHT treatment, in order to present to the consumer a healthy, nutritious product and of superior quality.

Keywords: UHT sterilization, milk chocolate-flavored UHT, quality, technology, physicochemical and microbiology.