

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 d'Ingénieur d'État

*Spécialité : Sciences Alimentaires*

## Thème

*Suivi de la qualité physico-chimique et microbiologique du lait UHT chocolaté « Candy-Choco » au cours de fabrication produit par l'unité Tchîn-lait/CANDIA*

Présenté par :

Mr. AISSOU Farid

Mr. AKACHE Oualid

Tchîn  
Lait  
candia

Devant le jury composé de :

Présidente : M<sup>me</sup> IKHENACHE F.

Promoteur : M<sup>f</sup> MADANI K.

Examinatrices : M<sup>elle</sup> TOUATI N.

M<sup>elle</sup> BRAHIMI F.



# Remerciements

*Nous tenons à remercier tout d'abord le Dieu le tout puissant qui nous a procuré du courage et de la volonté pour mener ce modeste travail.*

*Nous tenons vivement à remercier notre promoteur Mr MADANI Khodir pour les consignes et la grande volonté qu'il n'a pas cessé de nous témoigner, pendant tout notre travail.*

*Nos remerciements vont également à :*

*M<sup>me</sup> IKHENACHE F. ainsi que M<sup>lle</sup> TOUATI N. et M<sup>lle</sup> BRAHIMI F., d'avoir respectivement présidé le jury et examiné ce travail.*

*Nos sincères remerciements et notre profonde reconnaissance sont adressés à tous les responsables et personnels de laboratoires pour leur entière disponibilité et coopération lors de la réalisation de notre travail, ainsi que Le PDG de l'entreprise Tchén-lait/CANDIA Mr BERKATI Faouzi de nous avoir ouvert les portes de son entreprise et d'avoir mis à notre disposition les moyens nécessaires.*

*Nos sincères remerciements et notre profonde reconnaissance sont adressés à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.*

*A nos familles, Pour nous avoir tant offert et tant donné.*

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail à toutes les personnes qui me sont chères :*

*Mes parents que j'aime beaucoup et pour leurs sacrifices et soutiens tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrai jamais assez  
«Que Dieu les protège».*

*Mes frères et leurs enfants (Amine, youyou et Massil)*

*Mes sœurs et leurs enfants.*

*Mes tantes, mes oncles, mes cousins, cousines ainsi que toutes leurs familles.*

*Mes amis (es) à l'université, au village avec lesquels j'ai partagé des moments inoubliables, ainsi que Faroudja et sa famille.*

*Mon camarade Oualid et sa famille ;*

*Tous ceux qui me connaissent de loin ou de près et je n'ai pas pu citer ;*

*Et à toute la promotion SA 2011-2012.*

*Farid*



The page is framed by a decorative border of various colorful flowers, including purple, pink, yellow, and blue blossoms, interspersed with green leaves and several butterflies in shades of brown and orange. The title 'Dédicaces' is written in a large, red, cursive font at the top center.

# Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail à toutes les personnes qui me sont chères:*

*Mes parents que j'aime beaucoup et pour leurs sacrifices et soutiens tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrai jamais assez «Que Dieu les protège».*

*Mes grandes mères «Que Dieu les protège».*

*Mes frères Abderazek et Sami et mes sœurs Doniazed, Ibtissem et Nazifa.*

*Mes tantes, mes oncles, mes cousins, cousines ainsi que toutes leurs familles.*

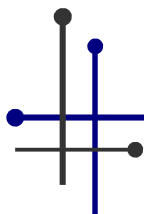
*Mes amis ainsi que tous les membres de l'association religieuse et culturelle «ERRACHED» sans oublier les membres de l'association scientifique et culturelle «ASSIREM» avec lesquels j'ai partagé des moments inoubliables.*

*Mon camarade Farid et sa famille ;*

*Tous ceux qui me connaissent de loin ou de près et je n'ai pas pu citer ;*

*Et à toute la promotion SA 2011-2012.*

*Qualid*



# Sommaire

---

**Liste des abréviations**

**Liste des figures**

**Liste des tableaux**

**Introduction** ..... 1

## **Partie théorique**

<b>I. Généralités sur le lait UHT</b> .....	2
I.1. Définition du lait UHT .....	2
I.1.1. Définition générale du lait UHT .....	2
I.1.2. Définition réglementaire .....	2
I.1.3. Pourquoi le lait UHT ? .....	3
I.2. Lait UHT chocolaté.....	3
I.2.1. Définition du lait UHT chocolaté .....	3
I.2.2. Valeur nutritionnelle .....	3
I.2.3. Composition du lait UHT chocolaté .....	4
I.2.3.1. La poudre de lait .....	4
I.2.3.2. La poudre de cacao .....	4
I.2.3.3. L'eau .....	4
I.2.3.4. Les ingrédients (Sucre, Amidon, Stabilisants, Arôme, Sel, Vitamines)....	5
<b>II. Technologie du lait UHT chocolaté</b> .....	6
II.1. Processus de fabrication du lait UHT chocolaté.....	6
II.2. Différents traitements thermiques .....	10
II.3. Effets du traitement thermique sur le lait .....	11
II.3.1. Action du chauffage sur les constituants du lait .....	11
II.3.1.1. Effets sur les protéines.....	11
II.3.1.2. Effets sur le lactose.....	12
II.3.1.3. Effets sur la matière grasse .....	12
II.3.1.4. Effets sur les vitamines.....	12
II.3.1.5. Effets sur les enzymes .....	13
II.3.2. Action du chauffage sur les microorganismes.....	13

# Partie pratique

<b>I. Matériels et méthodes</b> .....	16
I.1. Physico-chimie .....	16
I.1.1. Mode de prélèvement et d'échantillonnage .....	16
I.1.1.1. Matières premières.....	16
I.1.1.2. Produit en cours de fabrication .....	17
I.1.1.3. Produit fini .....	17
I.1.2. Analyses physico-chimiques .....	18
I.1.2.1. Humidité .....	19
I.1.2.2. Acidité titrable .....	19
I.1.2.3. pH.....	20
I.1.2.4. Matière grasse .....	20
I.1.2.5. Tests de stabilité .....	22
I.1.2.6. Analyses sensorielles (Goût, odeur et couleur) .....	25
I.1.2.7. Titre hydrotimétrique (TH).....	26
I.1.2.8. Densité .....	27
I.1.2.9. Extrait sec total (EST).....	28
I.1.2.10. Brix. ....	28
I.1.2.11. Poids.....	29
I.1.2.12. Volume.....	29
I.2. microbiologie .....	30
I.2.1. Mode de prélèvement et d'échantillonnage .....	30
I.2.1.1. Matières premières.....	30
I.2.1.2. Produit fini .....	31
I.2.2. Analyses microbiologiques .....	32
I.2.2.1. Microorganismes recherchés dans les poudres de lait .....	32
I.2.2.2. Microorganismes recherchés dans la poudre de cacao .....	34
I.2.2.3. Microorganismes recherchés dans le sucre.....	35
I.2.2.4. Microorganismes recherchés dans l'eau de reconstitution .....	36
I.2.2.5. Microorganismes recherchés dans le produit fini .....	37
I.2.2.6. Contrôle du pH du produit fini .....	38
<b>II. Résultats et discussions</b> .....	39
II.1. Physico-chimie .....	39
I.1.2.1. Humidité .....	39
I.1.2.2. Acidité titrable .....	40
I.1.2.3. pH.....	42
I.1.2.4. Matière grasse .....	44
I.1.2.5. Tests de stabilité .....	45
I.1.2.6. Analyses sensorielles (Goût, odeur et couleur) .....	46
I.1.2.7. Titre hydrotimétrique (TH).....	47
I.1.2.8. Densité .....	47
I.1.2.9. Extrait sec total (EST).....	48

I.1.2.10. Brix.....	49
I.1.2.11. Poids.....	51
I.1.2.12. Volume.....	52
II.2. Microbiologie .....	53
II.2.1. Poudres de lait .....	53
II.2.2. Poudre de cacao .....	54
II.2.3. Sucre .....	54
II.2.4. Eau de reconstitution .....	55
II.2.5. Produit fini .....	56
II.2.6. Contrôle du pH du produit fini .....	57
<b>Conclusion .....</b>	<b>58</b>
<b>Références bibliographiques</b>	
<b>Annexes</b>	

# liste des abréviations

**%** : pourcentage.

**°C**: Degré Celsius.

**°D**: Degré Dornic.

**°F**: Degré Français

**ADE** : Algérienne Des Eaux.

**AFNOR** : Association Française de Normalisation

**BLBV B** : bouillon lactosé bilié au vert brillant.

**BCPL** : Bouillon Lactosé au Pourpre de Bromocrésol

**BLBVB** : Bouillon Lactosé Bilié au Vert Brillant

**Ca**: Calcium.

**Cb** : chute de burette

**D/C**: double concentration.

**DLC**: Date Limite de Conservation.

**EDTA**: Ethyl Diamine Tétra Acétique.

**EST**: Extrait Sec Total.

**g**: gramme.

**h**: heure.

**ISO** : International Standard Organisation.

**J.O.R.A** : Journal Officiel de la République Algérienne.

**Kcal**: kilocalorie.

**Kg**: kilogramme.

**Kj**: kilo joule.

**l**: litre.

**LR** : liquide ringer.

**MG**: Matière Grasse.

**mg**: milligramme.

**ml**: millilitre.

**mn**: minute.

**NET** : Noir Erichrome T.

**NPP**: Nombre le plus probable.

**OGA**: Oxytetracycline Glucose Agar.

**PAE**: prélèvement automatique d'échantillons.

**PCA**: Plate Count Agar.

**pH**: Potentiel Hydrogène.

**f** : masse volumique.

**s** : seconde.

**S/C**: Simple Concentration.

**SM** : Solution Mère.

**T°**: Température.

**TH**: Titre Hydrotimétrique.

**TR**: Tank de Reconstitution.

**TS**: Tank Stérile.

**TSC**: Tryptone-Sulfite-Cyclosérine

**TT**: Tank Tampon.

**UHT**: Ultra Haute Température.

**UV**: Ultra Violet.

**VF**: Viande-Foie.

**VRBG** : gélose glucosé bilié au cristal violet et au rouge neutre.

**VRBL**: Violet Red Bile Lactose.



# liste des figures

## liste des figures

Pages

<b>Figure 1</b> : Processus de fabrication du lait UHT chocolaté « Candy-Choco ».	6
<b>Figure 2</b> : Circulation du lait et de l'air dans le dégazeur.	8
<b>Figure 3</b> : Réduction de la taille des globules gras dans l'homogénéisateur.	9
<b>Figure 4</b> : Courbe de survie d'une espèce microbienne chauffée à une température T°C	14
<b>Figure 5</b> : Courbe de temps de réduction thermique	15
<b>Figure 7</b> : Évolution de l'humidité des produits analysés dans les cinq lots.	40
<b>Figure 8</b> : Évolution de l'acidité titrable des produits analysés dans les cinq lots.	42
<b>Figure 9</b> : Évolution du pH des produits analysés dans les cinq lots	43
<b>Figure 10</b> : Évolution de la matière grasse des produits analysés dans les cinq lots	45
<b>Figure 11</b> : Évolution de la densité des produits analysés dans les cinq lots.	48
<b>Figure 12</b> : Évolution de l'extrait sec total des produits analysés dans les cinq lots.	49
<b>Figure 13</b> : Évolution du Brix des produits analysés dans les cinq lots	50
<b>Figure 14</b> : Évolution du poids des briques du produit fini dans les cinq lots	51
<b>Figure 15</b> : Évolution du volume des briques du produit fini dans les cinq lots	52

### *Liste des figures citées en annexe*

<b>Figure 6</b> : Organigramme de l'organisation de la laiterie Tchik-lait/CANDIA	Annexe 1
---	----------

# liste des tableaux

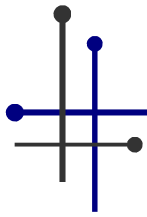
Pages

<b>Tableau I</b> : Valeur nutritionnelle moyenne du lait UHT chocolaté « Candy-Choco » (informations relevées sur l'étiquette figurant sur l'emballage du produit).....	3
<b>Tableau II</b> : Composition moyenne de lait UHT .....	4
<b>Tableau IV</b> : Détermination des différents paramètres physico-chimiques.....	18
<b>Tableau V</b> : les différentes analyses microbiologiques effectuées sur l'ensemble des échantillons.....	32
<b>Tableau VI</b> : Microorganismes recherchés dans les poudres de lait (0% et 26% MG) .....	33
<b>Tableau VIII</b> : Microorganismes recherchés dans la poudre de cacao.....	34
<b>Tableau IX</b> : Microorganismes recherchés dans le sucre .....	35
<b>Tableau X</b> : Microorganismes recherchés dans l'eau de reconstitution .....	36
<b>Tableau XII</b> : Microorganisme recherché dans le produit fini .....	38
<b>Tableau XIII</b> : Résultats de l'humidité des produits analysés dans les cinq lots .....	39
<b>Tableau XIV</b> : Résultats de l'acidité titrable des produits analysés dans les cinq lots .....	41
<b>Tableau XV</b> : Résultats du pH des produits analysés dans les cinq lots.....	42
<b>Tableau XVI</b> : Résultats de la matière grasse des produits analysés dans les cinq lots. ....	44
<b>Tableau XVII</b> : Résultats des analyses sensorielles des produits analysés. ....	46
<b>Tableau XVIII</b> : Résultats du Titre hydrotimétrique de l'eau analysée dans les cinq lots.....	47
<b>Tableau XIX</b> : Résultats de la densité des produits analysés dans les cinq lots. ....	47
<b>Tableau XX</b> : Résultats de l'extrait sec total des produits analysés dans les cinq lots .....	48
<b>Tableau XXI</b> : Résultats du Brix des produits analysés dans les cinq lots .....	50
<b>Tableau XXII</b> : Résultats du poids des briques du produit fini dans les cinq lots.....	51
<b>Tableau XXIII</b> : Résultats du volume des briques du produit fini dans les cinq lots.....	52
<b>Tableau XXIV</b> : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur la poudre de lait à 26% MG. ....	53
<b>Tableau XXV</b> : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur la poudre de lait à 0% MG .....	53
<b>Tableau XXVI</b> : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur la poudre de cacao	54
<b>Tableau XXVII</b> : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur le sucre. ....	54
<b>Tableau XXVIII</b> : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur l'eau de reconstitution.....	55
<b>Tableau XXIX</b> : Résultats d'analyse microbiologique effectuée sur le produit fini, pour la recherche de la flore totale aérobie mésophile .....	56
<b>Tableau XXX</b> : Résultats du pH des briques prélevées au milieu du lot. ....	57
<b>Tableau XXXI</b> : Résultats du pH des briques prélevées aux événements et PAE.....	58

## *Liste des tableaux cités en annexe*

- Tableau III** : Dénaturation complète par la chaleur des diverses fractions protéiques du lait de vache .....Annexe 2
- Tableau VII** : Table NPP de Mac Grady .....Annexe 4
- Tableau XI** :Table de Mac Grady pour dénombrement de germes par méthode NPP. Annexe 5
- Tableau XXXII** : Résultats de corrélation entre les cinq lots .....Annexe 7

# *Introduction*



## **INTRODUCTION**

L'Algérie est l'un des plus grands importateurs mondiaux de lait ; elle représente un marché de plus de 3 milliards de litres/an, soit 100 litres/habitant/an. (**Anonyme, 2012**)

Le marché des boissons laitières est une industrie alimentaire compétitive en pleine croissance et qui vient satisfaire l'attente des consommateurs mais aussi combler un marché où la demande en matière de produits nouveaux ne cesse de croître.

Mais en raison de la richesse du lait en nutriments, il constitue un excellent milieu de culture pour les microorganismes, c'est la raison pour laquelle les altérations d'origine microbienne sont plus fréquentes. Les méthodes de conservation visent donc avant tout à stopper la prolifération des germes et de mettre le produit à l'abri des modifications physico-chimiques.

Le traitement UHT est considéré comme un traitement de choix qui permet la destruction totale de la microflore du lait et l'inhibition des enzymes de dégradation tout en conservant les qualités organoleptiques et nutritionnelles du lait. (**Vignola, 2002**)

En effet, le lait au chocolat est un produit qui confirme l'intérêt d'une alliance harmonieuse entre la valeur nutritive des produits laitiers et l'attraction exercée par le chocolat ; dans cette optique, la laiterie Tchén-Lait/CANDIA a lancé sur le marché, en juin 2004, un produit de lait chocolat UHT « Candy-Choco », présent sous deux formes différentes afin de toucher un plus grand nombre de consommateurs.

Au cours de notre stage au sein de la laiterie Tchén-Lait/CANDIA, nous avons réalisé un suivi de la qualité du lait chocolaté « Candy-Choco » en effectuant des analyses physico-chimiques et microbiologiques sur des échantillons d'eau et des différentes matières premières et de produit au cours de fabrication ainsi que le produit fini dans le but d'évaluer la charge microbienne et les caractéristiques physico-chimiques.



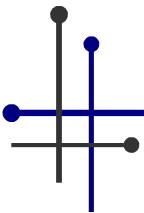


# *Partie théorique*

---

*I.*

*Généralités sur  
le lait UHT*



## **I. Généralités sur le lait UHT**

### **I.1. Définition du lait UHT**

#### **I.1.1. Définition générale du lait UHT**

Le lait UHT est le lait le plus répandu de nos jours, il est traité à une température de 140-150°C pendant 3 à 4 secondes seulement. Ce traitement thermique permet de mieux préserver les qualités nutritionnelles et organoleptiques originales du lait (**Mahaut et al. 2000**).

Le traitement thermique est suivi par la mise du lait dans son emballage aseptique sous forme de briques protégeant le produit de la lumière et de l'oxygène de l'air, et se vend hors rayon froid. Sa DLC est de 90 jours à température ambiante. On trouve entier, demi écrémé ou écrémé (**Lubin, 1998**).

Ce traitement peut être direct ou indirect :

- Dans le cas du traitement direct ; la vapeur est injectée dans le lait préchauffé à 80°C.
- Dans le cas du traitement indirect ; il n'y a aucun contact entre le lait et la vapeur ; le traitement s'effectue avec des échangeurs à plaques ou tubulaires (**Mahaut et al, 2000**).

#### **I.1.2. Définition réglementaire**

Le lait stérilisé et le lait stérilisé UHT sont des laits soumis à un traitement thermique aboutissant à la destruction ou l'inhibition totale des enzymes, des microorganismes et de leurs toxines, dont la présence ou la prolifération pourrait altérer le lait ou le rendre impropre à la consommation.

Le lait UHT est le lait dont la conservation est assurée par l'emploi successif des deux techniques suivantes :

- Traitement par procédé de chauffage direct ou indirect, en flux continu appliqué en une seule fois de façon ininterrompue pendant un temps très court (1 à 3 secondes) à une température d'environ 140°C.
- Conditionnement aseptique dans un contenant stérile, hermétiquement clos, étanche aux liquides et microorganismes et permettant de soustraire le lait à toute influence défavorable de la lumière (**JORA n°69, 1993**).

### I.1.3. Pourquoi le lait UHT ?

Le traitement UHT est considéré comme une révolution importante en technologie laitière. Ce procédé offre en particulier le double avantage d'une longue conservation du lait de consommation sans besoin de réfrigération. La distribution en devient plus économique, puisqu'elle peut être étendue, sur un délai hebdomadaire par exemple, et qu'elle n'est pas sujette à des limites de parcours. (Vignola, 2002)

Un lait UHT susceptible d'être stocké pendant des périodes prolongées sans détérioration et sans exiger de réfrigération, présente de nombreux avantages pour le producteur, le détaillant et le consommateur, le producteur peut ainsi, par exemple, atteindre des marchés plus éloignés, simplifier les livraisons, utiliser des véhicules de distribution moins nombreux et moins chers et supprimer les retours d'invendus.

## I.2. Lait UHT chocolaté

### I.2.1. Définition du lait UHT chocolaté

C'est une boisson lactée, à laquelle est additionné du cacao pendant le processus de fabrication. (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. (Vignola, 2002)

### I.2.2. valeur nutritionnelle

Le tableau 1 résume la valeur nutritionnelle moyenne du lait UHT chocolaté « Candy-Choco » pour un volume de 100ml.

**Tableau I :** valeur nutritionnelle moyenne du lait UHT chocolaté « Candy-Choco » (informations relevées sur l'étiquette figurant sur l'emballage du produit).

Composition	Valeur (pour 100 ml)
Valeur énergétique	82 kcal (344 kj)
protéines	2,6 g
glucides	12,8 g
Lipides (matière grasse)	2,3 g
calcium	86 mg
Vitamines (B1, B2, B3, B5, B6, B8, B9, B12, D, E.)	10,9 mg

### I.2.3. Composition du lait UHT chocolaté

#### I.2.3.1. La poudre de lait

Le lait en poudre est constitué essentiellement de matière sèche de lait et d'une très faible quantité d'eau (de 2 à 4 %) ce qui prive les microorganismes de l'eau nécessaire à leur multiplication. (Lubin, 1998)

La poudre de lait est produite à grande échelle dans des installations modernes. La durée de conservation est d'environ 3 ans pour la poudre de lait écrémé, tandis qu'elle est de 6 mois maximum pour la poudre de lait entier. Cette différence s'explique par le fait que la matière grasse du lait s'oxyde en cours de stockage et entraîne une altération progressive du goût. (Gösta, 1995)

La poudre de lait est obtenue par la déshydratation du lait cru, il y a trois sortes de poudres selon la quantité de matière grasse (MG) :

- poudre de lait à 26% de MG.
- poudre de lait à 15% de MG.
- poudre de lait à 0% de MG.

**Tableau II** : composition moyenne du lait UHT. (Feinberg et al, 1987)

constituant	Lait entier UHT g/Kg	Lait demi écrémé UHT g/Kg	Lait écrémé UHT g/Kg
Eau	878	896	910
Matière sèche	122	104	90
Azote total	5	5	5,2
Protéine	31,9	31,9	32,9
Lipides totaux	35,4	15,7	2
Glucide disponible	44,7	45,3	45,4

#### I.2.3.2. La poudre de cacao

On entend par fèves de cacao, les graines de cacaoyer (*Theobroma cacao lineaus*). Fermentées, séchées et transformées en poudre par un procédé mécanique. (J.O.R.A, n°87,1999)

#### I.2.3.3. L'eau

La qualité de l'eau joue un rôle important dans les industries de reconstitution du lait, car non seulement elle est utilisée pour le procédé technologique et le nettoyage, mais elle entre en grande partie dans la composition du produit, sur le plan microbiologique, elle ne doit



contenir aucun germe pathogène (bactérie coliformes dont Escherichia-coli, streptocoques fécaux, clostridium sulfito-réducteurs. (Möller, 2000)

Si l'eau n'est pas potable de façon permanente, il est indispensable de la traiter, notamment par pasteurisation ou chloration. Sur le plan physicochimique, elle ne doit contenir ni pesticides, ni nitrate, elle doit être de pH proche de la neutralité et d'une dureté allant de 0 à 15°F ; en effet, une dureté élevée de l'eau ne va pas permettre une bonne dispersion de la poudre dans le lait. (Rodier, 2005)

#### **I.2.3.4. Les ingrédients**

- **Sucre** : c'est un sucre blanc cristallisé (Saccharose), pour donner un goût sucré au produit.
- **Amidon** : amidon de maïs joue un rôle d'un épaississant.
- **Stabilisants** : E407 (Carraghénanes) et E466 (Gomme de cellulose), sont des Additifs alimentaires qui augmentent la viscosité du lait chocolaté.
- **Arôme** : l'arôme utilisé est la vanille, pour améliorer l'odeur.
- **Sel** : sel de table pour donner un goût légèrement sapide.
- **Vitamines** : B1, B2, B3, B5, B6, B8, B9, B12, D, E. les dix vitamines, pour couvrir les besoins nutritionnels quotidiens des consommateurs.

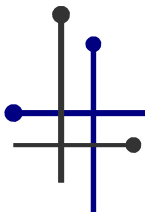


*II.*

*Technologie du*

*lait UHT*

*chocolaté*



## II. Technologie du lait UHT chocolaté

### II.1. Processus de fabrication du lait UHT chocolaté (Figure 1)

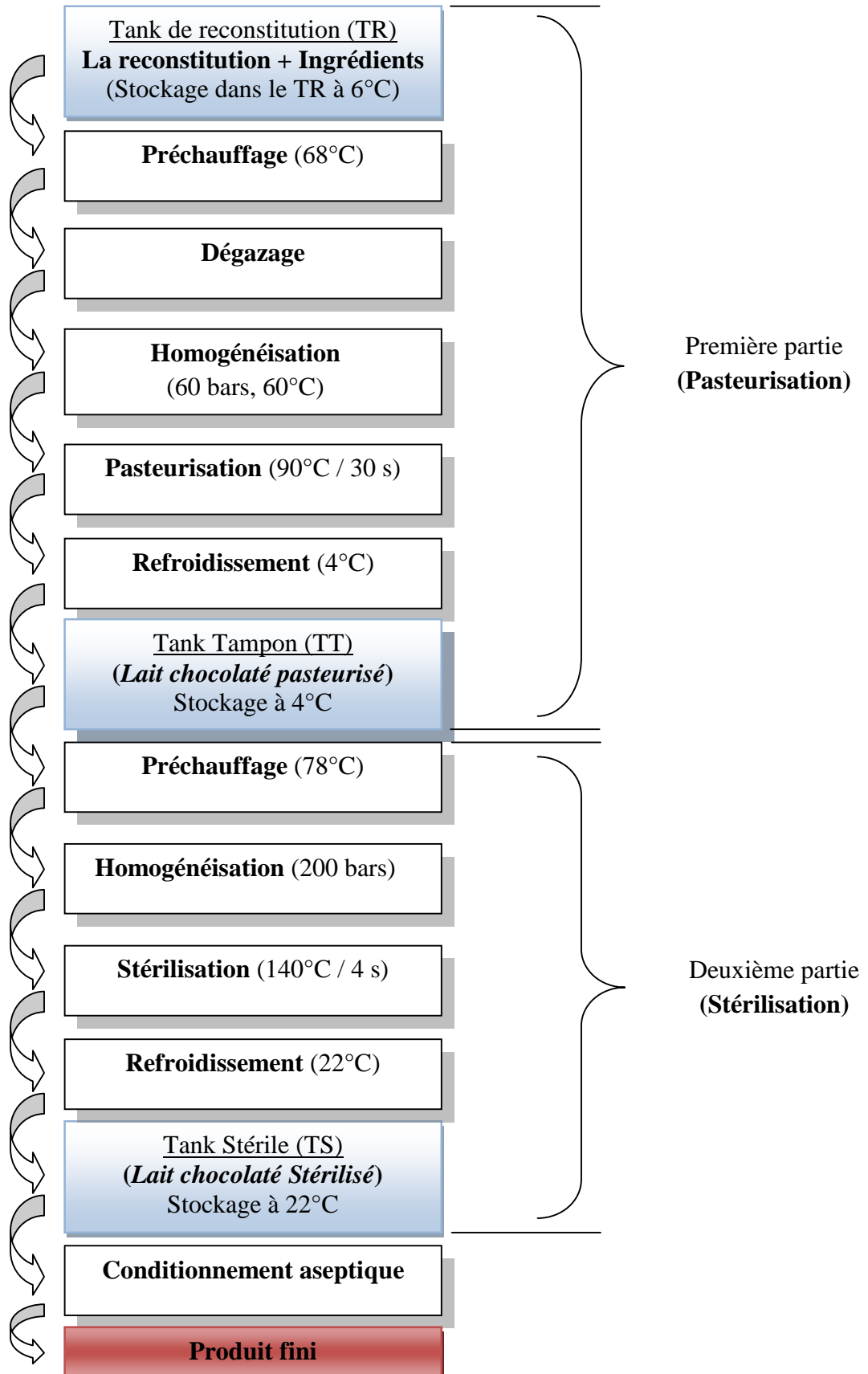


Figure 1 : Processus de fabrication du lait UHT chocolaté « Candy-Choco ».

**a) La reconstitution**

L'opération de reconstitution consiste à mélanger de l'eau à 15°F avec de la poudre de lait écrémé et celle à 26% de MG dans l'unité de mélange dite triblender, le produit obtenu rentre dans un circuit fermé qui relie le triblender et le tank de reconstitution afin d'obtenir un produit dont la teneur est conforme à un apport eau/matière sèche donnée.

**a-1) Inclusion des ingrédients**

Dans le triblender, ajouter la poudre de cacao, le sucre, l'amidon, les stabilisants, l'arôme, le sel et les vitamines.

**a-2) Agitation et filtration**

Le tank de reconstitution est équipé de système d'agitation permettant ainsi d'éviter la formation de grosses particules de lait et sédimentation au fond des récipients, l'agitation a pour but d'augmenter la dispersion, de favoriser l'hydratation des composés colloïdaux et d'éviter la formation d'agglomérat.

Après réhydratation et agitation, le lait est soutiré à travers des filtres pour éliminer tout ce qui n'est pas dissout.

**a-3) Réfrigération**

Le lait chocolaté reconstitué est acheminé vers un échangeur de chaleur où il est refroidi à 6°C par l'eau froide.

**b) Préchauffage à 68°C**

Le lait chocolaté reconstitué est porté à une température de 68°C avant de passer au dégazage, cette opération se fait à l'aide d'un échangeur de chaleur tubulaire.

Le but du préchauffage est :

- Réduction de la flore microbienne, principalement des levures et des moisissures qui pourraient dégrader le produit plus tard.
- Destruction des enzymes endogènes et exogènes du lait, particulièrement les lipases, afin d'éviter le rancissement.
- Stabilisation du lait face aux traitements thermiques ultérieurs.

Lors du préchauffage, la plus grande partie des protéines sériques sont dénaturées et il y a une insolubilisation importante du phosphate de calcium. Cette opération, en provoquant en conditions contrôlées des changements dans la phase colloïdale du lait, permet d'inactiver le produit face à des traitements thermiques plus intenses. **(Vignola, 2002)**



### c) Dégazage

Le lait chocolaté préchauffé à 68 °C est introduit tangentielllement dans la cuve sous vide du dégazeur. Les gaz véhiculés à la vapeur montent vers le haut de la chambre et sont aspirés par la pompe sous vide, et la vapeur se condense dans le condenseur et revient dans le lait. Le but du dégazage est de retirer une partie des odeurs caractéristiques du lait reconstitué et d'éliminer l'air entraîné et la mousse formée. (Moller, 2000)

Cette opération se fait à une pression de -0,8 bar.

- 1 ; Condenseur incorporé
- 2 ; Entrée tangentielle du lait
- 3 ; Sortie du lait avec système de régulation du niveau
- 4 ; Sortie des gaz indésirables.

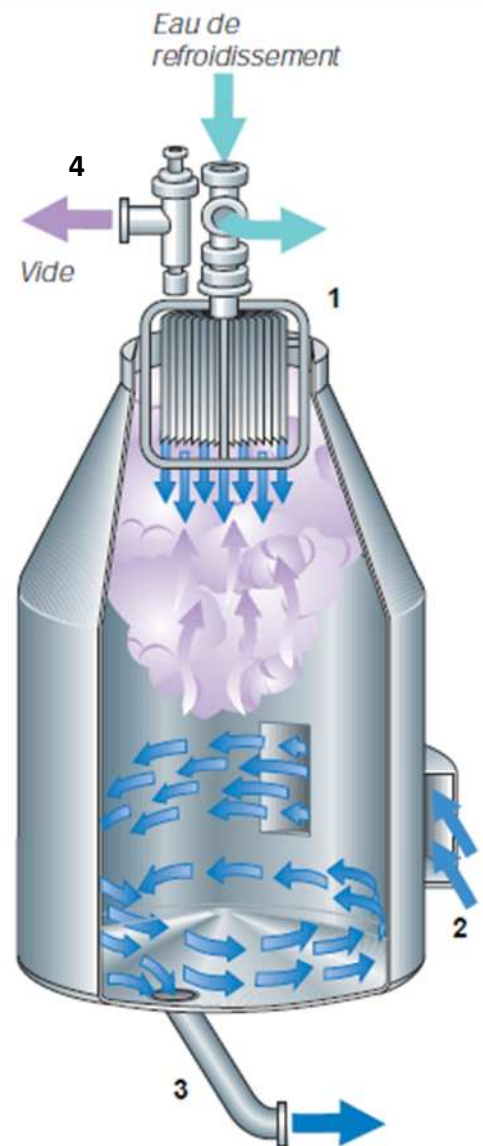
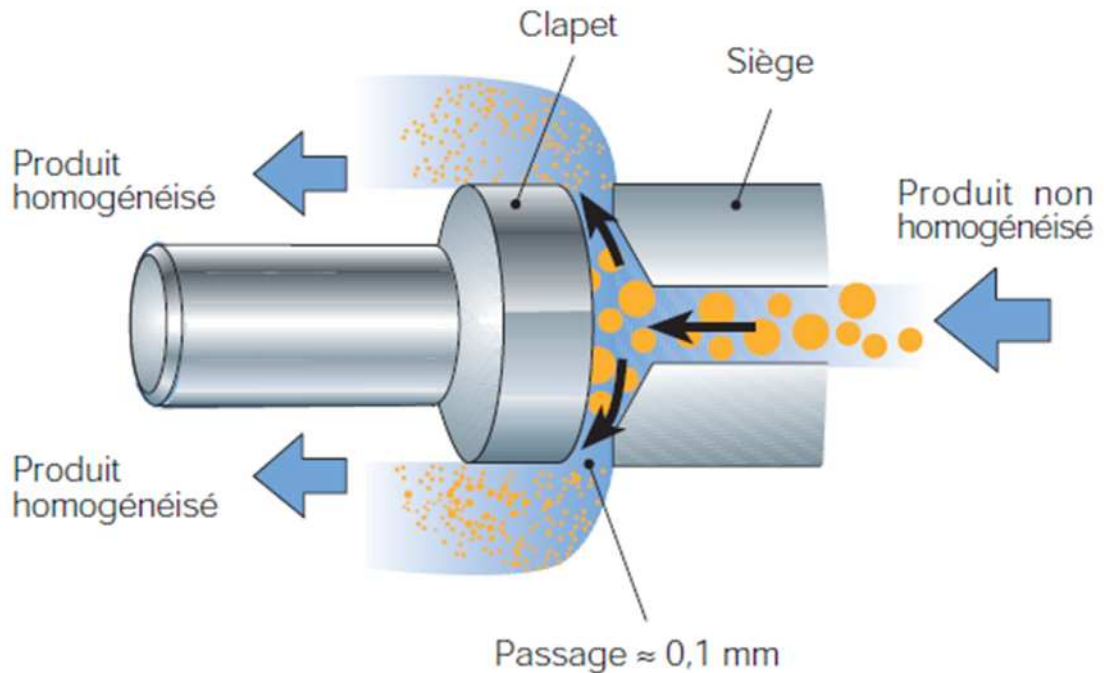


Figure 2 : Circulation du lait et de l'air dans le dégazeur.

### d) Homogénéisation à 60 bars

L'homogénéisation consiste à faire passer le lait sous forte pression à 60 bars à travers des orifices très étroits qui réduisent la taille des globules gras, et détruisent partiellement les micelles de caséines.

L'homogénéisation présente l'avantage de stabiliser l'émulsion de la matière grasse uniformément dispersée dans tout le liquide. Ce traitement donne au lait une saveur et une texture plus douces, plus onctueuses pour la même teneur en matière grasse, il permet aussi de réduire sa sensibilité à l'oxydation de la matière grasse. (Vignola, 2002)



**Figure 3 :** Réduction de la taille des globules gras dans l'homogénéisateur.

**e) Pasteurisation**

Le lait sort de l'homogénéisateur à une température de 60°C, il est conduit vers le pasteurisateur pour être chauffé à l'aide d'un échangeur de chaleur tubulaire à 90°C pendant 30 secondes.

**f) Refroidissement**

Le lait pasteurisé est refroidi à une température de 4°C avec de l'eau glacée, puis stocké dans des tanks tampons (TT).

**g) Préchauffage à 78°C**

La deuxième partie du processus de fabrication (la stérilisation) commence par un préchauffage à 78°C. Le lait chocolaté pasteurisé est porté à une température de 78°C avant de passer à l'homogénéisation (à 200 bars), ce préchauffage se fait à l'aide d'un échangeur de chaleur tubulaire.

**h) Homogénéisation à 200 bars**

Le lait préchauffé subit une deuxième homogénéisation à 200 bars avant de gagner la section chauffage. Elle permet d'améliorer la consistance et la stabilité du lait au cours de la longue conservation.

**i) Stérilisation**

Le lait homogénéisé gagne la section de chauffage de l'échangeur de chaleur à tubes, le lait est chauffé à 140°C pendant 4 secondes.

A la sortie du stérilisateur, le lait est refroidi à 22°C par échange thermique entre l'arrivé du lait froid (4°C) et la sortie du lait chaud.

**j) Conditionnement aseptique**

Le but du Conditionnement aseptique est de réaliser le remplissage d'un récipient préalablement stérilisé et sa fermeture étanche au moyen d'un système lui aussi stérile, de façon à éviter toute contamination microbiologique du produit conditionné. **(Odets et al, 1980).**

La conditionneuse stérilise la bande de papier carton qui servira d'emballage au produit. En premier lieu, par trempage préalable dans une solution de peroxyde d'hydrogène puis essoré partiellement entre deux rouleaux et séché à l'air stérile.

La superposition du carton, du polyéthylène et l'aluminium confère aux briques l'étanchéité convenable. La soudure du fond de l'emballage est réalisée par la conditionneuse elle-même.

Ces étapes sont suivies du remplissage et pose bouchons.

**II.2. Différents traitements thermiques**

**a) Pasteurisation**

La pasteurisation se fait à une température inférieure à 100°C et ne vise à détruire que les bactéries pathogènes présentes sous forme végétative. **(Vignola, 2002)**

**b) Stérilisation**

Le but de la stérilisation est la destruction des microorganismes pouvant se développer lors de l'entreposage. Pour la stérilisation commerciale de lait UHT, on vise la réduction du nombre de thermophiles par un facteur de  $10^9$ , cela afin de prévoir une certaine marge de sécurité au cas où il se formerait des dépôts sur la paroi de l'échangeur de chaleur.

La destruction des microorganismes est fonction de deux paramètres ; la durée du traitement thermique et la température. **(Vignola, 2002)**

### **II.3. Effets du traitement thermique sur le lait**

#### **II.3.1. Action du chauffage sur les constituants du lait**

##### **II.3.1.1. Effets sur les protéines**

Les protéines affectées par le traitement sont particulièrement les protéines du sérum, soit les lactalbumines, lactoglobulines et immunoglobulines (Voir annexe 2).

Ainsi, des traitements de chaleur supérieurs à 75°C peuvent provoquer la dénaturation des protéines du sérum. Cette dénaturation entraîne deux phénomènes:

- Premièrement, on note une augmentation de la propriété d'hydratation de ces protéines puisque la structure tertiaire de la protéine est étirée, Cet étirement augmente le nombre de groupements hydrophiles en contact avec l'eau et par conséquent le pouvoir d'adsorption d'eau.
- Deuxièmement, cette dénaturation provoque une coagulation de ces protéines qui se manifeste par une perte de solubilité. De plus, il est important de noter que lors du chauffage du lait à une température de 90°C, la  $\beta$ -lactoglobuline se dénature et se fixe à la micelle de caséine par un pont disulfure entre cette protéine et la caséine K. Cette fixation a pour effet d'augmenter le volume des micelles de caséine et d'augmenter la viscosité des produits laitiers. A part cette augmentation de volume, les micelles de caséines peuvent perdre leur stabilité lors du traitement thermique à haute température du fait que l'équilibre entre le calcium micellaire et le calcium solubilisé est modifié. **(Amiot et al., 2002)**

La protéolyse du lait UHT provoque le développement de saveurs amères et l'augmentation de la viscosité avec formation de gel. Elle a été attribuée à la protéinase alcaline à serine naturelle du lait, connue sous le nom plasmine, mais aussi aux protéinases produites par les bactéries psychrotrophes qui contaminent le lait cru.

La plasmine du lait est associée aux micelles de caséine ainsi qu'à la membrane des globules gras du lait et elle est hautement résistante au traitement thermique.

Les protéines du lait les plus susceptibles d'être attaquées par la plasmine du lait sont  $\beta$ -caséines qui est trois fois plus sensible que  $\alpha_{s1}$  caséines ;  $\alpha_{s2}$  caséines et en moindre taux  $\alpha_{s1}$  caséines. **(Deeth et Datta, 2003)**

### **II.3.1.2. Effets sur le lactose**

A partir de 110°C, le lactose perd son eau de cristallisation et le brunissement apparaît dès 120°C avec un goût de cuit, puis jaunit de 130°C à 150°C ; au delà de 175°C, il se transforme en caramel. Ces effets sont plus marqués dans le lait chauffé et se produisent aussi à température plus basse (une heure à 95°C ou 20 minutes à 120°C) ; cela s'explique par le rôle de catalyseurs que jouent les protéines dans le brunissement au cours des réactions de Maillard. **(Lorient, 2001)**

Pour des températures beaucoup plus élevées le lactose se décompose et donne naissance à l'hydroxyméthylfurfural qui est produit cyclique à odeur caractéristique de pain de cuit. l'hydroxyméthylfurfural est un corps labile qui tend à se décomposer en acide lévulique et formique. **(Pougheon et Goursaud, 2001)**

Tous ces produits modifient le profile sensoriel du lait et manifestent certaines activités biologiques telles que l'activation de la croissance des bactéries lactiques. **(Lorient, 2001)**

### **II.3.1.3. Effets sur la matière grasse**

Lorsque le lait est exposé à des températures supérieures à 100°C, les concentrations des acides butanoïques, hexanoïques sont les acides gras libres majeurs dans le lait écrémé et entier et le lait en poudre écrémé. Ces acides contribuent à la formation de saveurs chimiques et rancissement dans le lait chauffé. **(Suloff, 2002)**

Il faut atteindre des températures nettement supérieures à 100°C ou des durées de chauffage prolongées pendant plusieurs heures à 70 - 80°C pour enregistrer une dégradation des glycérides se traduisant par formation de  $\delta$  lactone à partir des acides gras hydroxylés. **(Veisseyre, 1979)**

La pasteurisation n'altère pas les acides gras polyinsaturés et donc les acides gras essentiels, l'acide linoléique est stable à haute température et sa décomposition ne survient qu'après un chauffage d'une heure à 180°C. Par contre, les laits stérilisés et UHT subiraient au cours du traitement thermique une réduction légère de leur teneur en acides gras essentiels. **(Lubin, 1998)**

### **II.3.1.4. Effets sur les vitamines**

Les vitamines du lait, du fait de leurs structures chimiques très différentes, peuvent subir des modifications très variées (oxydation, hydrolyse) et sont par conséquent surtout sensibles à la lumière et à la chaleur.

Les études réalisées ont montré que les vitamines liposolubles (A, D et E) et hydrosolubles (riboflavine, acide pantothénique, biotine et acide nicotinique) sont stables durant la pasteurisation et les traitements UHT, alors que les vitamines B1, B6, B12, l'acide folique et l'acide ascorbique sont beaucoup plus sensibles à la chaleur et à l'oxydation. La destruction de ces vitamines se poursuit lors du stockage, surtout en ambiance humide. **(Lorient, 2001)**

Les techniques actuelles de pasteurisation et stérilisation UHT ne modifient que peu la teneur vitaminique du lait (inférieure à 20%), pour autant que les précédentes soient correctement appliquées (sans exposition prolongée à haute température).

La destruction des vitamines peut être réduite par dégazage du lait, c'est-à-dire en diminuant fortement la teneur en oxygène ambiant. **(Lubin, 1998)**

#### **II.3.1.5. Effets sur les enzymes**

Les enzymes endogènes (phosphatases alcalines, peroxydase) sont très thermosensibles. Leur disparition sert d'indice d'efficacité de la méthode thermique appliquée: la xanthine-oxydase n'est détruite qu'à des températures supérieures à 85°C et les phosphatases acides supportent la pasteurisation, mais pas le traitement UHT. En établissant le profil enzymatique d'un lait, on peut ainsi établir le traitement qu'il a subi et donc son origine.

Les souches de *Pseudomonas psychrotrophe* produisent des lipases et des protéases thermostables. Le chauffage long à des températures élevées nécessaire à la destruction de ces enzymes exogènes, abîme aussi le lait, leur persistance favorise l'apparition dans le lait UHT d'acides gras, cause d'acidité et de rancissement. Un chauffage préalable et modéré du lait (une heure à 55°C pour les protéinases, 10 secondes à 74°C pour les lipases) permet de se débarrasser, en partie au moins, de ces enzymes gênantes. **(Lubin, 1998)**

#### **II.3.2. Action du chauffage sur les microorganismes**

Lorsqu'on soumet une population microbienne à l'action d'une température donnée pendant un temps déterminé, une certaine proportion de cette population est détruite. Ce fait se traduit par deux lois expérimentales :

- La première loi montre qu'à l'intérieur d'une même espèce et pour un traitement thermique déterminé, le nombre de survivants est fonction de la durée du traitement. **(Lubin, 1998)**

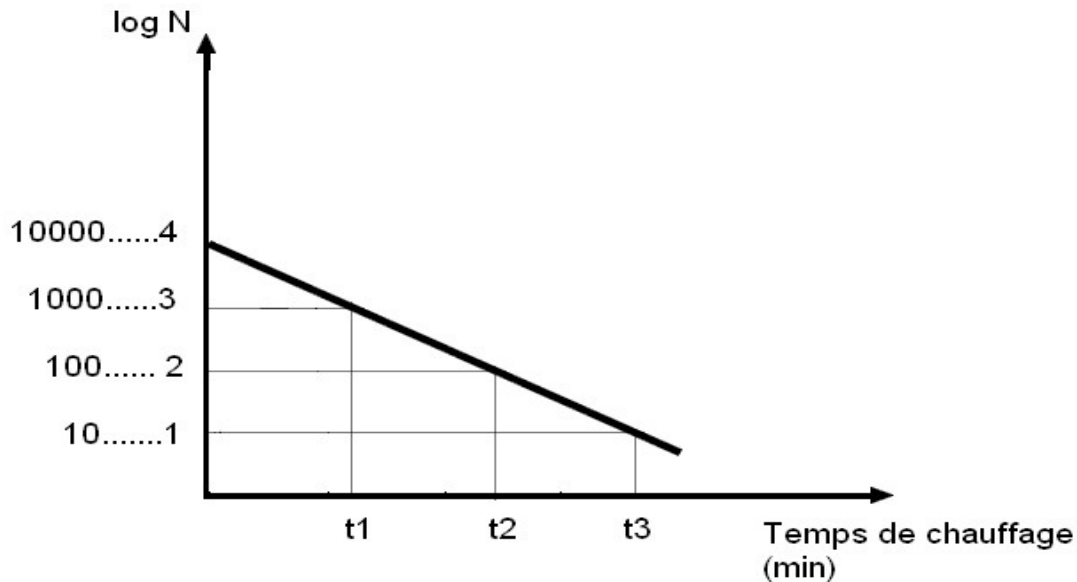
Si l'on chauffe à une température déterminée (**T**) pendant des temps variables (**t**) une culture d'une espèce microbienne donnée présentant un nombre de germes vivants égal à **N<sub>0</sub>** immédiatement avant le début du chauffage (**t<sub>0</sub>**), la courbe qui représente le nombre de germes suivants **N<sub>t</sub>** en fonction de la durée du chauffage est appelée courbe de survie (**figure 4**).

Tracée en coordonnées semi-logarithmiques cette courbe est une droite dont l'équation générale est:

$$\text{Log } N_t = \text{Log } N_0 - t / D$$

Pour chaque espèce et pour chaque température de chauffage, il existe une courbe de survie caractérisée par sa pente **D** qui exprime le temps de chauffage nécessaire pour réduire la population du milieu au dixième de sa valeur initiale.

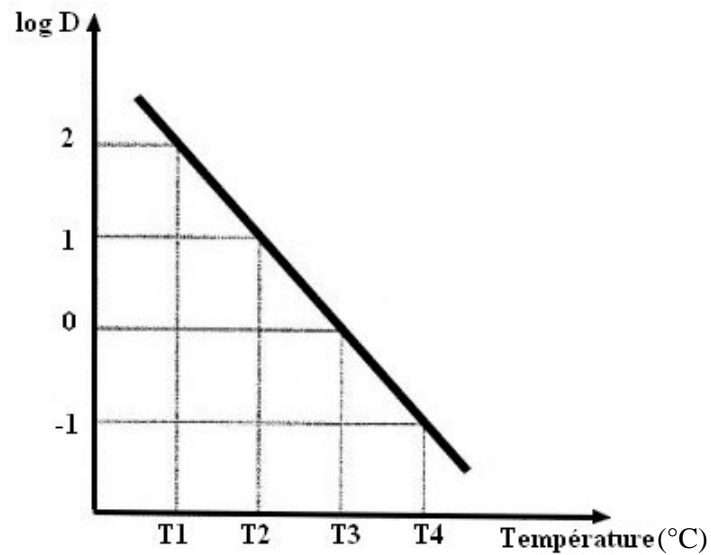
A partir de l'équation générale précédente on constate que, théoriquement, le nombre de survivants dans un milieu chauffé n'est égal à zéro que si la durée du traitement thermique est infiniment grande. (Veisseyre, 1979)



**Figure 4** : Courbe de survie d'une espèce microbienne chauffée à une température T °C (Veisseyre, 1979)

- La seconde loi fait apparaître que pour une même espèce, et pour obtenir un taux de réduction donné de la population, la durée du traitement nécessaire est fonction de la température du traitement. La représentation graphique de cette loi est la courbe du temps de réduction. (Lubine, 1998)

Si l'on traduit les variations de D en fonction de la température de chauffage, on obtient la courbe du temps de réduction thermique qui est une droite lorsque D est exprimé par son logarithme représentée dans la figure 5. (Veisseyre, 1979)



**Figure 5 :** Courbe de temps de réduction thermique. (Veisseyre, 1979)

La combinaison de température et de durée choisie est donc une question d'optimisation, pour laquelle on devra tenir compte à la fois des effets microbiologiques et des problèmes de qualité.





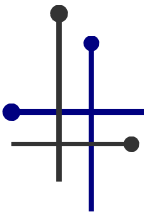


# *Partie pratique*

---

*I.*

*Matériels et  
méthodes*



## **I. Matériels et méthodes**

### **I.1. Physico-chimie**

#### **I.1.1. Mode de prélèvement et d'échantillonnage**

L'échantillonnage est un point clef de l'obtention de résultats analytiques valides. En effet, sa bonne mise en œuvre permettra d'obtenir une bonne représentativité de l'échantillon prélevé. (**Pointurier, 2003**)

D'après **Salghi (2010)**, la préparation de l'échantillon et le prélèvement de la portion servant à l'analyse sont les deux premières étapes d'une analyse physico-chimique. Ces étapes sont importantes pour la réussite d'une analyse, car l'exactitude du résultat en dépend. Les techniques qui seront utilisées lors de ces étapes devront permettre de respecter le principe suivant : L'aliquote prélevé pour l'analyse doit être le plus représentatif possible du lot.

##### **I.1.1.1. Matières premières**

➤ **Poudre de lait (0% et 26% MG), poudre de cacao et sucre :**

Le prélèvement se fait à chaque nouvelle réception sur 5 sacs de 50 Kg au hasard pour chaque lot de poudre de lait, de cacao et de sucre, ces sacs sont acheminés vers le laboratoire. Prélever environ 200 g (40 g dans chaque sac) à l'aide d'une cuillère en inox après avoir mentionner le numéro et la date de fabrication du lot sur le sachet de prélèvement.

L'échantillon prélevé est homogène et dépourvu de grumeaux de poudre.

Remarque :

L'ouverture des sacs destinés à l'analyse s'effectue aseptiquement dans le laboratoire de bactériologie, pour prendre des prélèvements pour la section microbiologie en premier, avant de prélever pour la section physico-chimie.

- **Préparation de l'échantillon :**

Mélanger 25 g de la poudre de lait ou de cacao avec 230 ml de l'eau dans un bécher à l'aide d'un baromagnétique sur une plaque agitatrice, pour faire une dilution de 10%.

Pour le sucre, prendre 10 g de sucre dans un bécher et compléter par l'eau jusqu'à 100ml, agiter pour faire dissoudre le sucre dans l'eau et obtenir une dilution de 10%.

➤ **Eau de reconstitution :**

Le prélèvement s'effectue au niveau de la conduite d'eau (robinet situé avant le tank de reconstitution), le remplissage du flacon se fait après quelques minutes d'ouverture du robinet, le prélèvement est quotidien.

**I.1.1.2. Produit en cours de fabrication**

A la fin de la reconstitution, le lait chocolaté reconstitué reste stocker dans le tank de reconstitution (TR) à 6°C, Le prélèvement s'effectue au niveau du TR dans deux endroits :

- En bas du tank ; à l'aide d'une seringue qui est introduite dans la membrane du TR.
- Au haut du tank ; par le couvercle du tank, à l'aide d'un broc de 1 litre de capacité, plonger plusieurs fois le récipient dans le lait pour le remplir et avoir un échantillon homogène.

Le prélèvement s'effectue dans deux endroits différents (le bas et le haut du tank), dans le but de vérifier l'homogénéité du produit à la reconstitution. Ces prélèvements s'effectuent à chaque nouvelle reconstitution.

**I.1.1.3. Produit fini**

Pour chaque lot, prélever 3 briques comme suit :

- Une brique au début de conditionnement.
- Une brique à milieu de conditionnement.
- Une brique à la fin de conditionnement.

### I.1.2. Analyses physico-chimiques

Les différents paramètres physico-chimiques déterminés sont illustrés dans le tableau IV.

**Tableau IV** : Détermination des différents paramètres physico-chimiques.

Échantillons analysés	Paramètres
Les matières premières :	
➤ Poudres de lait (0% et 26% MG).	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Humidité.</li> <li>- Acidité titrable.</li> <li>- pH.</li> <li>- Matière grasse.</li> <li>- Tests de stabilité : ☒ Test de Ramsdell. ☒ Test de sédimentation. ☒ Test d'ébullition. ☒ Bain d'huile.</li> <li>- Goût et odeur.</li> </ul>
➤ Poudre de cacao.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Humidité.</li> <li>- pH.</li> <li>- Goût et odeur.</li> </ul>
➤ Sucre.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Brix.</li> </ul>
➤ Eau de reconstitution.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- TH.</li> <li>- pH.</li> <li>- Goût, odeur et couleur.</li> </ul>
Le lait chocolaté reconstitué.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Matière grasse.</li> <li>- Acidité titrable.</li> <li>- Densité.</li> <li>- EST.</li> <li>- pH.</li> <li>- Brix.</li> <li>- Goût, odeur et Couleur.</li> </ul>
Le produit fini.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Acidité titrable.</li> <li>- pH.</li> <li>- Densité.</li> <li>- EST.</li> <li>- Tests de stabilité : ☒ Test d'ébullition. ☒ Test à l'alcool.</li> <li>- Matière grasse.</li> <li>- Couleur, goût, odeur.</li> <li>- Poids.</li> <li>- Volume.</li> </ul>

### I.1.2.1. Humidité

- **Définition :** L'humidité est la teneur en eau des poudres, elle est exprimée en pourcentage massique. (Mahaut et al. 2000)
- **Principe :** peser et évaporer l'échantillon au moyen d'un dessiccateur à infrarouge muni d'une balance de précision.
- **Mode opératoire :**
  - Sélectionner le programme du dessiccateur sur la fiche « poudres ».
  - Soulever le couvercle du dessiccateur à infrarouge.
  - Peser la coupelle dans l'appareil et tarer.
  - Peser 5g de poudre (bien répartir sur la coupelle).
  - Appuyer sur la touche appropriée pour sélectionner l'affichage de l'humidité.
  - La fin du séchage est obtenue lorsque la perte de poids reste constante. Elle se manifeste par un « Bip » sonore.
- **Expression des résultats :**

Soit H la vapeur lue sur l'appareil :

$$\text{Taux d'humidité} = H \% \text{ (g d'eau /100g de poudres)}$$

Le dessiccateur calcule le résultat on utilisant la formule suivante :

$$H \% = \frac{(\text{Poids initial} - \text{Poids final})}{\text{Poids initial}} \times 100$$

### I.1.2.2. Acidité titrable

La mesure de l'acidité titrable du lait est la quantité d'acide lactique contenue dans un litre de lait. Elle est exprimée en degré Dornic (un degré Dornic est équivalent à une teneur de 0,1 g d'acide lactique par litre de lait. (Luquet, 1985)

- **Principe :** Titrage de l'acidité par une solution alcaline (la soude dornic), jusqu'à atteindre le pH égale à 8,3.
- **Mode opératoire :**

Prendre 10 ml de l'échantillon à analyser et les mettre dans le bécher, puis titrer par la soude dornic jusqu'à atteindre le pH égale à 8,3.
- **Expression des résultats :**

L'acidité est exprimée en degré Dornic (°D), elle est donnée par la formule suivante :

$$\text{Acidité} = Cb \times 10 \times f$$

**Cb** : chute de burette (ml).

**f** : facteur de correction (f=1,024)

1 °D = 0,1g d'acide lactique par litre de lait.

### I.1.2.3. pH

- **Définition :** la mesure du potentiel hydrogéné (pH) est la concentration en ion d'hydrogène ( $H^+$ ) d'une solution ionisée. (**Rodier et al., 2005**)
- **Principe :** La mesure du pH se fait par un pH-mètre muni d'une électrode en verre. Elle est basée sur réaction mettant en jeu les ions  $H^+$  libres d'une solution.
- **Mode opératoire :**

L'échantillon à analyser est ramené à une température de 20°C. Le pH-mètre est préalablement étalonné.

- Pour les eaux et les laits (lait reconstitué et produit fini) : l'électrode en verre et la sonde de température de l'appareil sont introduites dans la solution à analyser.
- Pour les laits en poudre : le lait est d'abord reconstitué à 10%, la mesure de pH se fait de la même manière qu'en premier.
- **Expression des résultats :**

La valeur du pH de la solution analysée est directement lue sur le cadran du pH-mètre et exprimé par deux chiffres après la virgule.

### I.1.2.4. Matière grasse

#### ❖ Pour les poudres de lait :

La méthode acido-butyrométrique (méthode GERBER) ; est une technique de détermination de la matière grasse par centrifugation.

#### - Principe :

Dissolution des composants constituant les poudres par l'acide sulfurique, sauf la matière grasse, cette dernière se sépare sous l'influence de la force centrifuge, après adjonction d'une petite quantité d'alcool iso amylique. Le butyromètre est gradué d'une manière à donner par lecture directe le taux de matière grasse. (**AFNOR, 1985**)

#### - Mode opératoire :

- Dans un butyromètre, introduire 10 ml d'acide sulfurique sans mouiller le col.
- Ajouter 8 ml d'eau distillée à l'aide d'une pipette.
- Peser 2,5 g de l'échantillon et introduire la prise d'essai dans le butyromètre.
- Ajouter 1ml d'alcool iso amylique sans mouiller le col du butyromètre.
- Essuyer le col du butyromètre et le boucher avec soin puis secouer le butyromètre et mélanger par trois retournements successifs.
- placer le butyromètre au bain-marie pendant 5 minutes, en orientant le bouchon vers le bas.
- Centrifuger pendant 5 minutes, le bouchon vers le bas.



- Retirer le butyromètre de la centrifugeuse et ajuster le bouchon, si nécessaire, pour amener la colonne de matière grasse dans la partie graduée.
- Placer le butyromètre au bain-marie pendant 5 minutes, où le butyromètre est immergé au moins jusqu'à la dernière graduation de l'échelle, le bouchon vers le bas.
- Pour la lecture maintenir le bouchon de façon à faire coïncider le bas de la colonne grasse avec une division puis faire la lecture sur l'échelle graduée du butyromètre aussi rapidement que possible.
- Placer à nouveau le butyromètre au bain-marie pendant 3 minutes et renouveler l'opération de la lecture. Les deux lectures doivent donner le même résultat.
- **Expression des résultats :**

La teneur en matière grasse exprimée en pourcentage de masse du produit, est obtenue par la formule suivante : **MG = B – A** (% ou g/100g)

- A : représente la valeur correspondant au niveau inférieur de la colonne grasse.
- B : représente la valeur correspondant au niveau supérieur de la colonne grasse.

❖ **Pour les laits (lait chocolaté reconstitué et produit fini) :**

- **Principe :**

Après dissolution des protéines par addition d'acide sulfurique dans un butyromètre, la séparation de la matière grasse par centrifugation est favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool iso-amylque.

La teneur en matière grasse (en gramme par 100 ml de lait) est déterminée par la lecture directe sur l'échelle du butyromètre.

- **Mode opératoire :**

- Dans un butyromètre, introduire 10 ml d'acide sulfurique en évitant de mouiller le col.
- Ajouter 11 ml de l'échantillon sans mouiller le col du butyromètre.
- Ajouter 1 ml d'alcool iso amylique.
- Essuyer le col du butyromètre et le boucher avec soin.
- Agiter le butyromètre avec précaution mais énergiquement et rapidement jusqu'à disparition des grumeaux.
- Le remettre dans sa position initiale et attendre que le mélange est complètement rempli l'ampoule terminale puis procéder au retournement et attendre que l'ampoule terminale soit complètement vidée.

- Après six retournements successifs, l'agitation est suffisante et le mélange est homogène.
- Ne pas laisser le butyromètre se refroidir (si nécessaire, le réchauffer à 65°C dans le bain-marie).
- Centrifuger pendant 5 minutes.
- A la sortie de la centrifugeuse, modifier s'il y a lieu, le réglage du bouchon pour que la phase lipidique se place exactement dans l'échelle graduée.
- Plonger le butyromètre verticalement, bouchon orienté vers le bas dans le bain-marie et y laisser 5 minutes, le niveau d'eau doit recouvrir l'ampoule terminale du butyromètre.
- La lecture doit être effectuée rapidement (maximum en 10 secondes).
- Le butyromètre étant maintenu verticalement, amener le niveau inférieur de la phase lipidique en coïncidence avec une division par une manœuvre appropriée du bouchon.
- Lire la valeur A de la graduation correspondant au niveau inférieur de la colonne lipidique puis lire aussi rapidement que possible la valeur B de la graduation correspondant au point le plus bas du ménisque supérieur de la colonne lipidique.
- **Expression des résultats :**

La teneur en matière grasse est :

$$\text{MG} = (\text{B} - \text{A}) \quad (\% \text{ ou g/100g})$$

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

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

### **I.1.2.5. Tests de stabilité**

#### **a) Test de Ramsdell**

Le test de stabilité de Ramsdell permet d'apprécier la stabilité du lait par rapport au traitement thermique subi, en fonction de son équilibre minéral et protéique. (Odet et al 1984)

##### **- Principe :**

Le lait est surchargé en ions phosphates et porté au Bain-marie bouillant pendant 5 minutes, la surcharge entraîne la coagulation. Plus la quantité de phosphate nécessaire pour provoquer celle-ci est élevée, plus le lait est stable et inversement.

##### **- Mode opératoire :**

Préparer une série de tubes contenant des quantités croissantes de la solution phosphate mono potassique, (2 / 2,2 / 2,4 ml). A chacun des tubes, ajouter 10 ml de laits à tester.

- Homogénéiser le mélange par retournements successifs et placer au bain-marie bouillant et maintenir pendant 5 minutes à ébullition.
- Refroidir dans un courant d'eau froide puis examiner l'aspect des tubes.
- **Expression des résultats :**
  - ✓ Tubes coagulés = Tubes positifs (+).
  - ✓ Tubes non coagulés = Tubes négatifs (-).

Relever la quantité de phosphate mono potassique exprimée en ml de solution contenu dans le premier tube de série ayant coagulé.

### **b) Test de sédimentation**

Le test de sédimentation du lait reconstitué contrôle la présence de dépôts et des impuretés avant son traitement thermique, pour éviter des encrassements des échangeurs thermiques et la sédimentation au cours du stockage.

#### **- Principe :**

Il s'agit d'une méthode physico-chimique permettant de déterminer si un lait présente des sédimentations et des impuretés. Elle consiste à centrifuger 23 ml de lait reconstitué dans un tube à essai pendant 30 minutes. Lorsqu'un dépôt important est constaté au fond du tube, on dit que la sédimentation est positive, un léger dépôt on dit qu'il y a légère sédimentation. Elle est négative lorsqu'aucun dépôt n'est constaté.

#### **- Mode opératoire :**

Prendre dans deux tubes à essais, deux échantillons de 23 ml de lait reconstitué (poudre de lait diluée à 10 %) et les mettre dans la centrifugeuse pendant 30 minutes.

Après centrifugation retirer les tubes et procéder à leur retournement pour évaluer la quantité du dépôt.

#### **- Expression des résultats :**

La sédimentation est exprimée visuellement :

- ✓ Lorsqu'un dépôt important est constaté au fond du tube, on dit que la sédimentation est positive.
- ✓ Lorsqu'un léger dépôt on dit qu'il y a légère sédimentation.
- ✓ Lorsqu'aucun dépôt n'est constaté, la sédimentation est négative.

### **c) Test d'ébullition**

La stabilité à l'ébullition est l'aptitude du lait à subir un traitement thermique sans coagulation ni floculation. (**Guiraud, 1998**)

- **Principe :**

Lorsqu'un lait est en phase d'acidification. Un traitement thermique entraîne une déstabilisation des protéines du lait qui se manifeste par coagulation ou floculation.

- **Mode opératoire :**

Prélever 5 ml du lait à analyser, les mettre dans un tube à essai, fermer le tube et le placer dans l'eau bouillante pendant 10 minutes.

- **Lecture :**

- Un lait est dit normal, ne coagule pas à l'ébullition, lorsqu'il s'écoule le long des parois du tube sans laisser de traces.
- Un lait est dit anormal, lorsqu'il laisse des grumeaux ou il se forme un coagulum avec exsudation de sérum.
- Lorsque l'acidité dépasse 21°D, la coagulation débute.
- Lorsque l'acidité dépasse 28°D, le lait se prend en masse.

- **Expression des résultats :**

Le lait analysé est soit :

- ✓ **Stable à l'ébullition :** le lait peut supporter le traitement thermique.
- ✓ **Non stable à l'ébullition :** le lait ne peut supporter le traitement thermique.

**d) Bain d'huile**

- **Définitions :**

- **Bain d'huile :** bain-marie contenant une huile, thermostaté à 140°C.
- **Stabilité thermique :** aptitude du lait reconstitué à supporter un traitement thermique de 140°C pendant un certain temps, sans coagulation. (**Odet, 1985**)

- **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.

- **Mode opératoire :**

- Reconstituer le lait à 10%.
- Introduire 4 ml de lait dans chacun des 5 tubes.
- Boucher les tubes et les laisser sur le portoir.
- Placer le portoir dans le bain l'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 15 minutes de chauffage, recommencer l'opération en diminuant le temps de chauffage, jusqu'à la détermination du temps de chauffage minimal nécessaire pour faire coaguler le lait.

- **Expression des résultats :**

La stabilité à la chaleur du lait mesurée par la méthode du bain d'huile, s'exprime en temps minimum de chauffage nécessaire à la coagulation du lait.

**Remarque :**

- La détermination visuelle de la coagulation manque de précision.
- L'observation du point de coagulation peut se faire en sortant le portoir du bain d'huile toutes les minutes pendant quelques secondes.
- Pour la sécurité, porter les lunettes et des gants.

**e) Test à l'alcool**

- **Définition :** la stabilité à l'alcool est l'aptitude des laits à subir un traitement thermique sans coagulation. **(Guiraud 1998)**

- **Principe :**

Si un lait est en phase d'acidification, un ajout d'alcool (éthanol) volume par volume, entraîne une déstabilisation des protéines du lait qui coagulent proportionnellement à l'acidité. **(Guiraud 2003)**

- **Mode opératoire :**

Prélever 2 ml de l'échantillon de lait et les verser dans un tube à essai puis ajouter 2 ml d'alcool (éthanol) au lait. Homogénéiser le mélange par deux retournements successifs sans agiter. **(Odet et al .1985)**

- **Expression des résultats :**

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 flocons de protéines précipitées : le lait est instable.

**I.1.2.6. Analyses sensorielles (Goût, odeur et couleur)**

❖ **Pour les poudres de lait : 0% et 26% MG :**

L'analyse sensorielle est effectuée à 25°C après reconstitution de la poudre à 10%.

- **Expression des résultats :**

La poudre doit répondre aux critères suivants :

- ✓ Goût : absence de goût de cuit, de goût de rance et de goût amer ou désagréable.
- ✓ Odeur : absence d'odeurs indésirables ou de rances ou étrangère à celle du lait.

❖ **Pour la poudre de cacao :**

L'analyse sensorielle est effectuée à 25°C après reconstitution de la poudre à 10%.

- **Expression des résultats :**

La poudre de cacao doit répondre aux critères suivants :

- ✓ Goût : goût de chocolat et absence de goût de cuit ou de goût de rance ou désagréable.
- ✓ Odeur : odeur de chocolat et absence d'odeurs indésirables.

❖ **Pour le lait chocolaté reconstitué et le produit fini :**

L'analyse sensorielle est effectuée à 25°C à chaque prélèvement.

- **Expression des résultats :**

Le lait chocolaté reconstitué et le produit fini doivent répondre aux critères suivants :

- ✓ Goût : goût de chocolat et absence de goût de cuit, de goût de rance ou désagréable.
- ✓ Odeur : odeur de chocolat et absence d'odeurs indésirables.
- ✓ Couleur : couleur de chocolat (marron).

❖ **Pour l'eau de reconstitution :**

L'analyse sensorielle est effectuée à 25°C à chaque prélèvement.

- **Expression des résultats :**

L'eau doit répondre aux critères suivants :

- ✓ Goût : typique de l'eau.
- ✓ Odeur : l'eau ne doit présenter aucune odeur indésirable.
- ✓ Couleur : claire.

### **I.1.2.7. Titre hydrotimétrique (TH)**

- **Définition :**

La dureté de l'eau est un concept utilisé pour décrire la teneur en ions calcium et magnésium présent dans l'eau sous forme de chlorures, sulfates ou hydrogénocarbonates.

Le Titre hydrotimétrique exprimé en degrés Français (°F), correspond à 10 mg/l de CaCO<sub>3</sub>, soit encore 10<sup>-4</sup> ions Ca<sup>2+</sup> ou MG<sup>2+</sup> par litre. (Rodier et al, 2005)

- **Principe :**

Titration par complexométrie du calcium et du magnésium avec solution aqueuses de sel dissodique d'acide éthylène – diamine tétra acétique (EDTA) à un pH de 10.

L'Eriochrome noir T, qui donne une couleur rouge foncée ou violette en présence des ions calcium et magnésium, est utilisé comme indicateur.

Lors du titrage, l'EDTA réagit tout d'abord avec les ions calcium et magnésium libre en solution puis, au point d'équivalence, avec les ions calcium et magnésium combinés avec l'indicateur, ce qui libère l'indicateur et provoque un changement de couleur du bordeaux ou violet au bleu. **(Rodier et al., 2005)**

Les résultats sont exprimés en unités de concentration de quantité de matière.

- **Mode opératoire :**

Prélever 100ml d'eau à analyser puis ajouter 4ml du tampon ammoniacal et une pincée de l'indicateur (NET). Titrer avec l'EDTA jusqu'au virage du violet au bleu. **(Rejeseck, 2002)**

- **Expression des résultats :**

$$TH (^{\circ}F) = Cb \quad Cb : \text{chute de burette (ml).}$$

### **I.1.2.8. Densité**

- **Définition :**

La densité du lait est une grandeur sans dimension qui désigne le rapport entre la masse d'un volume donné de lait à 20°C et la masse du même volume d'eau. **(Pointurier, 2003)**

- **Principe :**

C'est le rapport massique à 20 °C d'un même volume d'eau et de lait. Elle se mesure par un lactodensimètre, cet appareil est constitué d'un cylindre surmonté d'une tige graduée. **(AFNOR, 1999)**

- **Mode opératoire :**

Une éprouvette de 250 ml est remplie par l'échantillon (de température 20°C) jusqu'à un niveau permettant le débordement ultérieur.

Immerger doucement le lactodensimètre dans l'éprouvette puis le retenir jusqu'à sa position d'équilibre et le laisser se stabiliser, éviter le contact du lactodensimètre avec la paroi de l'éprouvette.

- **Expression des résultats :**

La densité du lait est obtenue par l'expression suivante :

$$\text{Densité} = 1 + \text{Lecture} \times 0,001$$

### I.1.2.9. Extrait sec total (EST)

- **Définition :**

L'extrait sec est la quantité de matières sèches contenues dans 1 litre de produit, il est exprimé en pourcentage massique (m/m) ou volumique (g/l).

- **Principe :**

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

- **Mode opératoire :**

- Soulever le couvercle du dessiccateur à infrarouge.
- Mettre une coupelle en aluminium sur la balance du dessiccateur puis tarer.
- Peser 11 g de sable de fontainebleau dans la coupelle, rajouter le bâtonnet puis tarer.
- Peser 3 g d'échantillon dans la coupelle.
- Rabattre le couvercle du dessiccateur infrarouge.
- 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.

- **Expression des résultats :**

Le résultat final de l'extrait sec est directement lu sur le cadran du dessiccateur.

$$\text{Résultat} \times 10 = \text{Extrait sec en g/Kg}$$

$$\text{Résultat} \times 10 \times f = \text{Extrait sec en g/l.}$$

$f$  : masse volumique du produit.

### I.1.2.10. Brix

L'indice réfractométrique ou degré Brix est le pourcentage de matières sèches solubles contenues dans une solution. Il est utilisé pour estimer la teneur en sucre dans les sirops.

- **Principe :**

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

- **Mode opératoire :**

- Nettoyer correctement le prisme avec du papier absorbant avant son utilisation et vérifier qu'il n'y a pas de traces d'impuretés sur ce dernier.
- Vérifier que la température de l'échantillon est à 20°C.
- Allumer l'appareil en appuyant sur la touche ON/OFF.



- Placer une goutte de l'échantillon (0.4ml) sur la surface circulation du prisme.
- Appuyer sur la touche « MES ».
- Lire le résultat directement affiché sur le cadran digital de l'appareil.
- **Expression des résultats :**

$$\text{Taux de sucre (saccharose)} = \% \text{ lu sur l'échelle du réfractomètre}$$

(g de sucre/ 100 g d'échantillon)

#### **I.1.2.11. Poids**

- **Principe :**

Le principe est basé sur la mesure du volume exact au moyen d'une Balance analytique.

- **Mode opératoire :**

Poser la brique contenant le produit fini sur la Balance analytique et le résultat du poids s'affiche directement sur l'écran de la balance.

- **Expression des résultats :**

Vérifier si le poids lu correspond au poids nominal affiché sur l'emballage.

#### **I.1.2.12. Volume**

- **Principe :**

Le principe est basé sur la mesure d'un volume exact au moyen d'une éprouvette graduée.

- **Mode opératoire :**

Préparer l'éprouvette (selon le volume à mesurer) puis ouvrir la brique et ramener la température de l'échantillon à 20°C. Verser le produit, délicatement tout en évitant la formation de mousse et laisser reposer puis lire le volume.

- **Expression des résultats :**

Vérifier si le volume lu correspond au volume nominal affiché sur l'emballage.



## **I.2. microbiologie**

### **I.2.1. Mode de prélèvement et d'échantillonnage**

Avant d'effectuer une analyse microbiologique il convient de procéder à une série d'opérations très importantes dont dépend en grande partie la qualité du résultat de l'analyse **(Guiraud et Galzy, 1980)**

En effet l'analyse microbiologique ne peut être valable que si l'échantillon analysé est bien représentatif du produit. Ce dernier doit être prélevé de manière aseptique, transmis et conservé dans de bonnes conditions au laboratoire d'analyse afin d'éviter toute détérioration et toute modification de la composition ainsi que toute contamination par le manipulateur ou l'environnement.

Le prélèvement doit donc être correctement effectué de façon à permettre une bonne interprétation des résultats d'analyse. Le matériel de prélèvement et récipients destinés à recevoir l'échantillon doivent être propres et stérilisés à l'autoclave ou au four pasteur et cela avant chaque prélèvement. **(Guiraud, 2003 ; Rodier et al, 2005)**

#### **I.2.1.1. Matières premières**

➤ **Poudres de lait (0% et 26% MG), poudre de cacao, sucre**

Le prélèvement de 5 sacs de chaque lot de poudre de lait, de cacao ou de sucre a été fait au hasard à chaque nouvelle réception. Ces sacs sont ensuite acheminés vers le laboratoire. Le prélèvement aseptique au moyen d'une sonde stérile à raison de 100 g environs par sac a été effectué, puis noter le numéro du lot et la date de sa fabrication. Une fois ces échantillon sont prélevés ils doivent être placés par la suite dans un récipient stérile ou un sachet stérile.

✓ **Préparation de l'échantillon**

L'échantillon est homogénéisé afin d'assurer une répartition uniforme des microorganismes. Préparer la première dilution (suspension mère) et si nécessaire les dilutions décimales, en vue de réduire le nombre de microorganismes par unité de volume, afin de faciliter l'examen microbiologique.

Afin d'éviter d'endommager les microorganismes par de brusques changements de température, le diluant est utilisé à une température voisine de celle de l'échantillon à analyser.

Pour préparer la solution mère (SM), dilution 1/4 :

- ✓ 25 g (poudre de cacao ou sucre ou amidon) + 75 ml de liquide Ringer (LR).

Pour préparer la dilution  $10^{-1}$  :

- ✓ 4 ml SM (dilution 1/4) + 6 ml LR.
- ✓ 10 g (poudres de lait) + 90 ml LR. (la dilution  $10^{-1}$  est la SM pour les poudres de lait).

Les autres dilutions décimales sont obtenues en mélangeant un volume déterminé de la première dilution avec un volume 9 fois la même quantité du diluant. Cette opération est répétée sur chaque dilution ainsi préparée jusqu'à obtention d'une gamme de dilutions décimales adaptée à l'analyse (les dilutions seront donc  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  ... etc.). (ISO 8261, 1989)

#### ➤ Eau de reconstitution

Le prélèvement est effectué de façon manuelle trois fois par semaine au niveau de la station de traitement des eaux de l'unité Tchén-Lait/CANDIA.

Avant de procéder à l'échantillonnage. L'orifice de sortie d'eau 15°F. situé en aval du traitement UV, est aspergé d'alcool et flambé à l'aide d'un flambeau, puis des flacons en verre de 250ml stérilisés et étiquetés sont remplis après avoir laissé couler l'eau durant trois minutes afin d'enlever les organismes dans le mécanisme du robinet et pour garantir qu'il n'y ait pas de désinfectant résiduel qui puisse pénétrer dans les flacons (Lightfoot et Maier, 2002).

#### I.1.1.3. Produit fini

##### ➤ Pour les tests microbiologiques :

Un prélèvement de 5 briques du produit fini est effectué pour chaque lot à différents stades de production :

- ✓ 1 brique au début de conditionnement.
- ✓ 3 briques au milieu de conditionnement (à 25% ; 50% ; 75% de conditionnement).
- ✓ 1 brique à la fin de conditionnement.

##### ➤ pour la pH-métrie :

Le prélèvement est effectué comme suit :

- ✓ 5 briques au milieu du lot.

- ✓ PAE (1/399 briques). PAE : Prélèvement Automatique d'Echantillons.
- ✓ Événements :
  - 10 briques au départ de la production.
  - 4 briques après chaque raccord papier.
  - 4 briques après chaque raccord film.
  - 6 briques après chaque arrêt court (- 15 minutes).
  - 6 briques après chaque arrêt long (+ 15 minutes).

### I.2.2. Analyses microbiologiques

Les différentes analyses microbiologiques effectuées sont illustrées dans le tableau V.

**Tableau V :** les différentes analyses microbiologiques effectuées sur l'ensemble des échantillons.

Échantillons analysés	Germes recherchés
Matières premières :	
➤ Poudre de lait (0% et 26% MG).	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flore totale aérobie mésophile.</li> <li>- Coliformes totaux.</li> <li>- Clostridium sulfito-réducteur.</li> </ul>
➤ Poudre de cacao.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flore totale aérobie mésophile.</li> <li>- Entérobactéries.</li> <li>- Levures.</li> <li>- Moisissures.</li> </ul>
➤ Sucre.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flore totale aérobie mésophile.</li> <li>- Clostridium sulfito-réducteur.</li> <li>- Levures.</li> <li>- Moisissures.</li> <li>- Germes acidifiants.</li> </ul>
➤ Eau de reconstitution.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flore totale aérobie mésophile.</li> <li>- Coliformes totaux.</li> <li>- Coliformes fécaux.</li> <li>- Clostridium sulfito-réducteur.</li> <li>- Streptocoques.</li> </ul>
Produit fini.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Flore totale aérobie mésophile.</li> </ul>

#### I.2.2.1. Microorganismes recherchés dans les poudres de lait (0% et 26% MG)

Les méthodes d'analyses effectuées sur les poudres de lait (0% et 26% MG) sont représentées dans le tableau ci-dessous :

**Tableau VI :** Microorganismes recherchés dans les poudres de lait (0% et 26% MG).

Microorganismes recherchés	Méthodes d'analyses	Références
Flore totale aérobie mésophile	<p><b>Milieu de culture :</b> PCA.  <b>Ensemencement :</b> 1 ml de la dilution <math>10^{-2}</math> et <math>10^{-3}</math> dans chaque boîte pétri (deux boîtes par dilution), couler la PCA dans les boîtes et laisser solidifier.  <b>Incubation :</b> à <math>30^{\circ}\text{C}</math> pendant 72 heures.  <b>Lecture :</b> dénombrer toutes les colonies présentes dans les boîtes de pétri (contenant entre 10 et 300 colonies). Calculer le nombre N de microorganismes par gramme de produit à l'aide de l'équation suivante :</p> $N = \frac{\sum C}{(n_1 + 0,1n_2)d}$ <p><math>\sum C^{(1)}</math>, <math>n_1^{(2)}</math>, <math>n_2^{(3)}</math>, <math>d^{(4)}</math></p>	<p><b>JORA N°19, 2000.</b>  <b>(Guiraud, 2003)</b></p>
Coliformes totaux	<p><b>Milieu de culture :</b> BLBVB.  <b>Ensemencement :</b> dans trois tubes à essai contiennent 10 ml de BLBVB avec cloche de DURHAM ensemercer 1 ml de la dilution <math>10^{-1}</math> dans chaque tubes.  <b>Incubation :</b> à <math>30^{\circ}\text{C}</math> pendant 48 heures.  <b>Lecture :</b> le résultat est exprimé par le nombre le plus probable (NPP) de coliformes contenus dans un gramme de produit, accompagné éventuellement des valeurs les faibles et les élevés correspondant aux limites de confiance de 95 à 99%. (voir annexe 4, Tableau : VII)</p>	<p><b>JORA N°19, 2000.</b>  <b>(Guiraud, 2003)</b></p>
Clostridium sulfito-réducteur	<p>Porter 20 ml de la solution mère dans un tube à essai à <math>80^{\circ}\text{C}</math> pendant 10 minutes au bain-marie afin de détruire la forme végétative et d'activer les spores.            Refroidir le tube sous un filet d'eau froide (choc thermique).  <b>Milieu de culture :</b> TSC.  <b>Ensemencement :</b> 2 tubes à essai à 5 ml et 1 tube à 1 ml de la solution mère de tube qui a passé au choc thermique, les trois tubes sont complétés à 20 ml par TSC. (Pour 100 ml de milieu de base TSC, ajouter stérilement 1 ml de supplément sélectif D-cyclosérine).  <b>Incubation :</b> à <math>46^{\circ}\text{C}</math> pendant 20 heures.  <b>Lecture :</b> compter le nombre de colonies noires observées dans les trois tubes et exprimer le résultat par gramme de produit.            Nombre de germes = nombre de colonies <math>\times</math> inverse de la dilution</p>	<p><b>JORA N°19, 2000.</b></p>

- (1) : La somme des colonies comptées dans toutes les boîtes retenues.  
 (2) : Le nombre de boîtes comptées à la première dilution.  
 (3) : Le nombre de boîtes comptées à la deuxième dilution.  
 (4) : Le facteur de dilution correspondant à la première dilution positive.

### I.2.2.2. Microorganismes recherchés dans la poudre de cacao

Les méthodes d'analyses effectuées sur la poudre de cacao sont représentées dans le tableau ci-dessous :

**Tableau VIII** : Microorganismes recherchés dans la poudre de cacao.

Microorganismes recherchés	Méthodes d'analyses	Références
Flore totale aérobie mésophile	<p><b>Milieu de culture</b> : PCA.  <b>Ensemencement</b> : 1 ml de la dilution <math>10^{-2}</math> dans chaque boîte pétri (deux boîtes), couler la PCA dans les boîtes et laisser solidifier.  <b>Incubation</b> : à 30°C pendant 72 heures.  <b>Lecture</b> : dénombrer toutes les colonies présentes dans les boîtes de pétri (contenant entre 10 et 300 colonies). Calculer le nombre N de microorganismes par gramme de produit à l'aide de l'équation suivante :</p> $N = \frac{\sum C}{(n1 + 0,1n2)d}$	<p><b>JORA N°87, 1999.</b>  <b>(Guiraud, 2003)</b></p>
Entérobactéries	<p><b>Milieu de culture</b> : VRBG.  <b>Ensemencement</b> : 1 ml de la solution mère dans chaque boîte pétri (4 boîtes), couler le VRBG dans les boîtes. Après solidification une deuxième couche de milieu est coulée au-dessus (technique de double couche) et laisser solidifier.  <b>Incubation</b> : à 37°C pendant 24 heures.  <b>Lecture</b> : le comptage des colonies rouges d'au moins 0,5mm de diamètre donne le nombre d'entérobactéries.</p>	<p><b>JORA N°87, 1999.</b>  <b>(Guiraud et Galzy,1980)</b></p>
Levures Et Moisissures	<p><b>Milieu de culture</b> : OGA.  <b>Ensemencement</b> : 1 ml de la solution mère dans chaque boîte pétri (4 boîtes), couler l'OGA dans les boîtes et laisser solidifier.  <b>Incubation</b> : à 25°C pendant 5 jours.  <b>Lecture</b> :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Les levures se présentent sous forme de colonies rondes plus ou moins bombé ou plate en surface les contours est le plus souvent régulier, elles sont opaques et pigmentées.</li> <li>- Les moisissures se présentent sous forme de colonies duveteuses pigmentées plus ou moins étendus.</li> </ul> <p>L'identification de toutes les colonies douteuses ou de la taille de la pointe d'épingle est faite sous la loupe.  Le nombre de levures et moisissures par gramme de produit est donné par comptage des colonies présentes dans les boîtes.</p>	<p><b>JORA N°87, 1999.</b>  <b>FIL 94B, 1991.</b></p>

### I.2.2.3. Microorganismes recherchés dans le sucre

Les méthodes d'analyses effectuées sur le sucre sont représentées dans le tableau ci-dessous :

**Tableau IX :** Microorganismes recherchés dans le sucre.

Microorganismes recherchés	Méthodes d'analyses	Références
Flore totale aérobie mésophile	(faire la même chose que pour l'analyse du cacao)	<b>JORA N°35, 1998.</b>  <b>(Guiraud, 2003)</b>
Clostridium sulfito-réducteur	Porter 20 ml de la solution mère dans un tube à essai à 80°C pendant 10 minutes au bain-marie afin de détruire la forme végétative et d'activer les spores. Refroidir le tube sous un filet d'eau froide (choc thermique). <b>Milieu de culture :</b> VF. <b>Ensemencement :</b> un tube à essai à 4 ml de la solution mère de tube qui a passé au choc thermique, les 4 ml sont complétés à 20 ml par la VF. Laisser refroidir le tube jusqu'à complète solidification. <b>Incubation :</b> 46°C pendant 48 heures. <b>Lecture :</b> compter les colonies noires observées dans le tube et exprimer les résultats par gramme de produit : Nombre de germes = nombre de colonies × inverse de la dilution	<b>JORA N°35, 1998.</b>  <b>(Guiraud et Galzy,1980)</b>
Levures Et Moisissures	(faire la même chose que pour l'analyse du cacao)	<b>JORA N°35, 1998.</b>  <b>FIL 94B, 1991.</b>
Germes acidifiants	<b>Milieu de culture :</b> BCPL (gélose). <b>Ensemencement :</b> 1 ml de la solution mère dans chaque boîte pétri (4 boîtes), couler le BCPL dans les boîtes et laisser solidifier. <b>Incubation :</b> à 37°C pendant 24 heures. <b>Lecture :</b> compter les colonies jaunes observées dans les boîtes et exprimer le résultat par gramme de produit. Nombre de germes = nombre de colonies × inverse de la dilution	<b>JORA N°35, 1998.</b>



#### I.2.2.4. Microorganismes recherchés dans l'eau de reconstitution

Les méthodes d'analyses effectuées sur l'eau de reconstitution sont représentées dans le tableau ci-dessous :

**Tableau X :** Microorganismes recherchés dans l'eau de reconstitution.

Microorganismes recherchés	Méthodes d'analyses	Références
Flore totale aérobie mésophile	<p><b>Milieu de culture :</b> PCA.  <b>Ensemencement :</b> 1 ml d'eau par boîte pétri (2 boîtes), couler la PCA dans les boîtes et laisser solidifier.  <b>Incubation :</b> à 30°C pendant 72 heures.  <b>Lecture :</b> dénombrer toutes les colonies présentes dans les boîtes de pétri (contenant entre 10 et 300 colonies). Calculer le nombre N de microorganismes par gramme de produit à l'aide de l'équation suivante :</p> $N = \frac{\sum C}{(n1 + 0,1n2)d}$	<p><b>JORA N°35, 1998.</b>  <b>(Guiraud, 2003).</b></p>
Coliformes totaux et Coliformes fécaux	<p><b>Milieu de culture :</b> BCPL simple concentré (S/C).  BCPL double concentré (D/C).  <b>Ensemencement :</b> l'ensemencement d'une série de 9 tubes (avec cloches de DURHAM) avec le bouillon BCPL de la manière suivante :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- 3 tubes à 10ml de BCPL(S/C) avec 0,1 ml de l'échantillon.</li> <li>- 3 tubes à 10ml de BCPL(S/C) avec 1 ml de l'échantillon.</li> <li>- 3 tubes à 10ml de BCPL(D/C) avec 10 ml de l'échantillon.</li> </ul> <p><b>Incubation :</b> à 30°C pendant 48 heures.  <b>Lecture :</b> le développement des coliformes se traduit par un virage du milieu du pourpre au jaune avec une production de gaz dans la cloche (au moins un dixième du volume).  L'exploitation des résultats obtenus s'effectue à l'aide de la table NPP pour 100 ml d'échantillon donne les résultats en nombre de germes par ml. (Voir annexe 5)  <b>Repiquage :</b> afin de dénombrer les coliformes fécaux, les tubes positifs sont repiqués sur milieu BLBVB et incubés à la température sélective de 40°C pendant 24 heures.  Le développement des coliformes fécaux se traduit par un virage du milieu du pourpre au jaune plus une production du gaz. L'exploitation des résultats obtenus s'effectue à l'aide de la table NPP pour 100 ml d'échantillon. (Voir annexe 5)</p>	<p><b>JORA N°35, 1998.</b>  <b>(Guiraud et Galzy,1980</b>  <b>(Guiraud, 2003).</b></p>

Clostridium sulfito-réducteur	<p><b>Milieu de culture :</b> VF.</p> <p><b>Mode opératoire :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- <b>Recherche de la forme sporulée par 1 ml :</b> Porter 20 ml de l'échantillon dans un tube à essai à 80°C pendant 10 minutes au bain-marie afin de détruire la forme végétative et d'activer les spores. Refroidir le tube sous un filet d'eau froide (choc thermique). Ensemencer 1 ml de l'échantillon dans 20 ml du milieu gélosé VF maintenu en surfusion à 45°C. Laisser refroidir le tube jusqu'à complète solidification. Incuber à 46°C pendant 48 heures.</li> <li>- <b>Recherche de la forme végétative par 20 ml :</b> Répartir 20 ml de l'échantillon sur 4 tubes stériles. Ensemencer chaque tube contenant 5 ml de l'échantillon avec 20 ml de VF. Laisser refroidir le tube jusqu'à complète solidification. Incuber à 46°C pendant 48 heures.</li> </ul> <p><b>Lecture :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- La forme sporulée: compter les colonies noires observées dans le tube et exprimer les résultats par 1 ml de produit.</li> <li>- La forme végétative: compter les colonies noires observées dans les quatre tubes et exprimer les résultats par 20 ml de produit.</li> </ul>	<p><b>JORA N°35, 1998.</b></p> <p><b>FIL 94B, 1991.</b></p>
Streptocoques	<p><b>Milieu de culture :</b> Rothe.</p> <p><b>Ensemencement :</b> 50 ml de l'échantillon dans 50 ml de milieu Rothe (dans un flacon).</p> <p><b>Incubation :</b> à 37°C pendant 48 heures.</p> <p><b>Lecture :</b> apparition de trouble.</p>	<p><b>JORA N°35, 1998.</b></p>

**Remarque :**

- Additionner dans les flacons de prélèvements un agent qui neutralise toutes traces résiduelles de désinfectant dans l'eau, afin de ne pas affecter la viabilité ou la croissance des microorganismes. Pour neutraliser le chlore, ajouter pour 100 ml d'eau 0,2 ml de la solution stérile de thiosulfate de sodium à 3% (3 g/100 ml).
- Ajouter 5 ml de sulfite de sodium et 2 ml d'alun de fer par flacon de 200 ml de VF.

**I.2.2.6. Microorganismes recherchés dans le produit fini**

La méthode d'analyse effectuée sur le produit fini est représentée dans le tableau ci-dessous :

**Tableau XII :** Microorganisme recherché dans le produit fini.

Microorganisme recherché	Méthode d'analyse	Références
Flore totale aérobie mésophile	<p>Avant l'analyse, les briques sont nettoyées puis agitées pour homogénéiser ensuite leurs ouvertures sont aseptisées à l'aide d'un papier absorbant imbibé d'alcool.</p> <p><b>Milieu de culture :</b> PCA.</p> <p><b>Ensemencement :</b> 1 ml de l'échantillon dans chaque boîte pétri (deux boîtes), couler la PCA dans les boîtes et laisser solidifier.</p> <p><b>Incubation :</b> à 30°C pendant 72 heures.</p> <p><b>Lecture :</b> dénombrer toutes les colonies présentes dans les boîtes et exprimer les résultats par 1 ml de produit.</p> <p>Nombre de germes = nombre de colonies × inverse de la dilution</p>	<p><b>JORA N°35, 1998.</b></p> <p><b>(Guiraud, 2003)</b></p>

#### I.2.2.7. Contrôle du pH du produit fini

➤ Pour les cinq briques prélevées au milieu du lot :

Mesurer le pH de 5 briques d'un même lot après avoir étuver :

- 2 briques pendant 15 jours à 37°C.
- 2 briques pendant 7 jours à 55°C.
- Une brique considérée comme témoin, incubé à température ambiante pendant 15 jours.

La température de 37°C favorise la germination des spores traitées par la chaleur et convient aussi à la multiplication des formes végétatives de *Bacillus*.

La température de 55°C favorise la germination et la multiplication des thermophiles. Le séjour à cette température ne doit pas dépasser 10 jours pour éviter l'auto-stérilisation.

**(Beerens et Luquet, 1987)**

Aucune des briques ne doit présenter :

- Une altération après étuvage.
- Un écart supérieur à 0,2 unité de pH ( $\Delta$  pH) entre la brique témoin et celles incubées.

Dans ce cas, le produit est stable.

➤ Pour les briques prélevées aux événements et PAE :

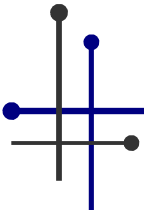
Mesurer le pH des briques prélevées après avoir étuver ces briques pendant 7 jours à 37°C.

Aucune des briques ne doit présenter un écart supérieur à 0,2 unité de pH entre la brique au jour de production et la même brique après incubation. Dans ce cas, le produit est stérile.



*II.*

*Résultats et  
discussions*



## II. Résultats et discussions

### II.1. Physico-chimie

Durant le mois d'avril, nous avons pris les résultats de cinq lots dans différents stades de production, en commençant par la matière première (les poudres de 0% et 26% à MG, la poudre de cacao, le sucre et l'eau de reconstitution), puis le produit à la reconstitution ; enfin le produit fini.

La moyenne et l'écart-type sont calculés pour chaque paramètre (humidité, densité, acidité titrable, pH, TH, matière grasse, EST et Brix) et sont comparées aux normes recommandées par JORA (Journal Officiel de la République Algérienne. JORA N°55, 1997).

Pour répondre à la question de savoir si les valeurs obtenues pour les paramètres (humidité, densité, acidité titrable, pH, TH, matière grasse, EST et Brix) sur les cinq lots sont stables ou non? Dans ce qui suit, nous allons illustrer les données de chaque tableau sous forme de courbes et cela pour chaque paramètre.

#### II.1.1. Humidité

Les résultats de l'humidité des produits analysés sont rapportés dans le tableau ci-dessous.

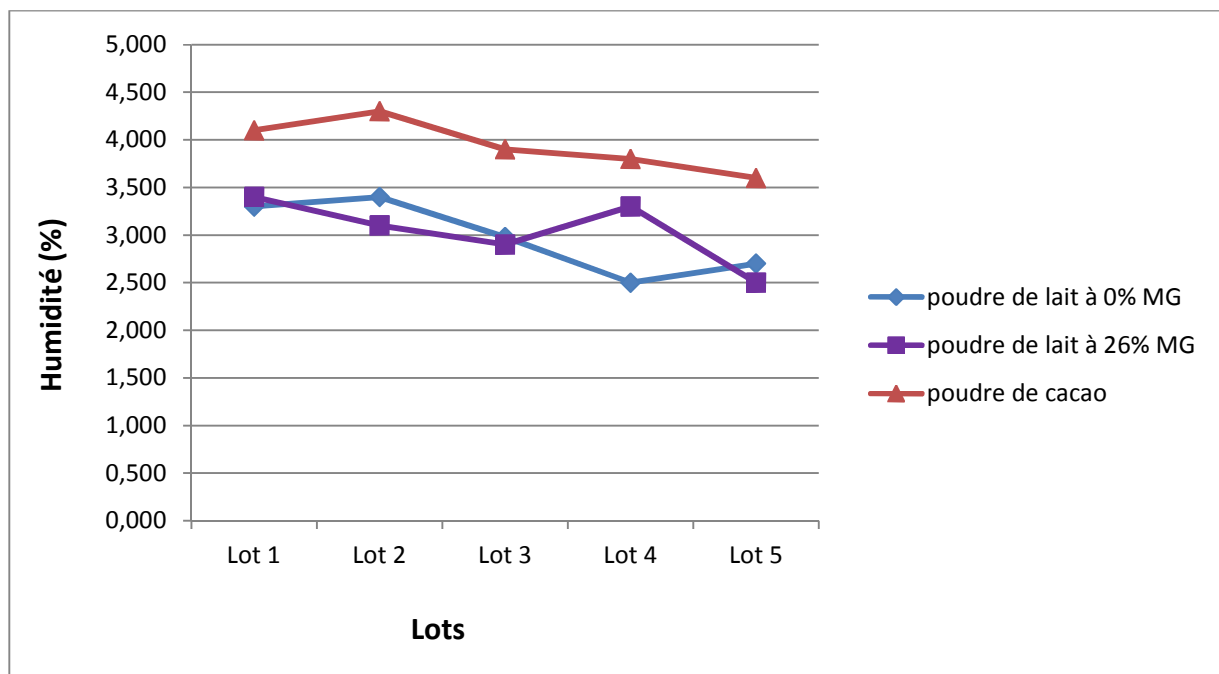
**Tableau XIII:** Résultats de l'humidité des produits analysés dans les cinq lots.

Produits Lots	poudre de lait à 0% MG	Poudre de lait à 26% MG	poudre de cacao
Lot 1	3,300	3,400	4,100
Lot 2	3,400	3,100	4,300
Lot 3	2,980	2,900	3,900
Lot 4	2,500	3,300	3,800
Lot 5	2,700	2,500	3,600
<b>Moyenne</b>	2,976	3,040	3,940
<b>Écart-type</b>	0,383	0,358	0,270
<b>Norme</b>	≤5	≤ 5	≤5

Les valeurs de l'humidité sont exprimées en % (g/100g de produit).

D'après les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, on remarque que :

- L'humidité de la poudre de cacao varie entre 3,600 et 4,300 % avec une moyenne de  $3,940 \pm 0,270$  tandis que les poudres de lait (à 0% et 26% MG) ont des densités moyennes très proches ( $2,976 \pm 0,383$  et  $3,040 \pm 0,358$ ).
- Les valeurs mesurées de l'humidité des cinq lots pour les poudres de lait (0% et 26% MG) et pour la poudre de cacao sont conformes à la norme recommandée ( $\leq 5$  %). Cela est dû à l'intervention de certains facteurs tels que le conditionnement dans des sacs en polyéthylène doublé de sacs en papier à l'extérieur, et leur stockage à des températures convenables permet d'éviter l'augmentation des taux d'humidité qui est inférieur à 5%, cette teneur en eau empêche les altérations microbiennes.



**Figure 7 :** Évolution de l'humidité des produits analysés dans les cinq lots.

Dans la figure 7 sont présentées les variations de l'humidité des produits analysés dans les cinq lots. On y observera que l'évolution du taux d'humidité est assez stable pour les poudres de lait (à 0% et 26% MG) tout comme pour le produit fini.

### II.1.2. Acidité titrable

Les résultats de l'acidité titrable des produits analysés sont rapportés dans le tableau ci-dessous.

**Tableau XIV** : Résultats de l'acidité titrable des produits analysés dans les cinq lots.

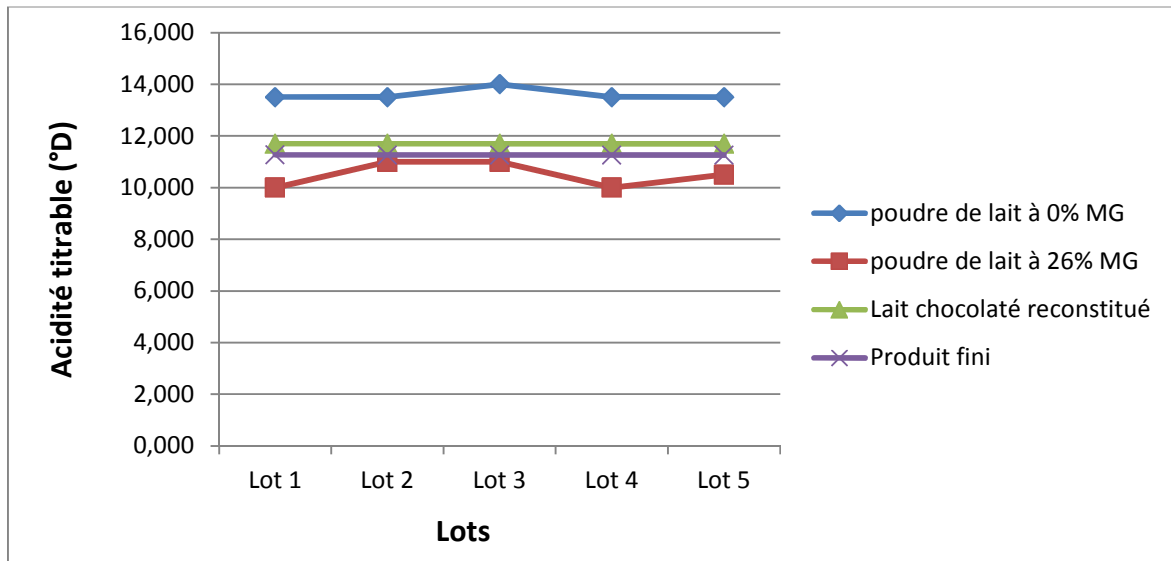
Produits Lots	Poudre de lait à 0% MG	Poudre de lait à 26% MG	Lait chocolaté reconstitué	Produit fini
Lot 1	13,500	10,000	11,700	11,270
Lot 2	13,500	11,000	11,700	11,260
Lot 3	14,000	11,000	11,700	11,260
Lot 4	13,500	10,000	11,700	11,260
Lot 5	13,500	10,500	11,700	11,260
<b>Moyenne</b>	13,600	10,500	11,700	11,262
<b>Écart-type</b>	0,224	0,500	0,000	0,004
<b>Norme</b>	≤15	≤ 15	12 - 14	12 - 14

Les valeurs de l'acidité titrable sont exprimées en °D.

D'après les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, on remarque à propos du taux de l'acidité titrable que :

- pour la poudre de lait à 0% MG, l'acidité varie entre 13,500 et 14,000 °D avec une moyenne de  $(13,600 \pm 0,224)$ .
- pour la poudre de lait à 26% MG, elle oscille de 10,000 à 11,000 à raison d'une moyenne de  $(10,500 \pm 0,500)$ .
- le produit fini présente une infime variation entre 11,260 et 11,270 avec une moyenne de  $(11,262 \pm 0,004)$ .
- quant au lait chocolaté reconstitué, sa valeur reste constante à 11,700.
- les valeurs mesurées de l'acidité titrable des cinq lots pour les poudres de lait (0% et 26% MG), pour le lait chocolaté reconstitué de même que pour le produit fini sont conformes aux normes recommandées qui sont respectivement de  $(\leq 15, \leq 15, 12 - 14, 12 - 14)$ .





**Figure 8 :** Évolution de l'acidité titrable des produits analysés dans les cinq lots.

Dans la figure 8, nous présentons les variations de l'acidité titrable des produits analysés dans les cinq lots. On y observera que l'évolution de la teneur en acidité titrable est :

- stable et régulière pour le lait chocolaté reconstitué et le produit fini, ces derniers ont des valeurs d'acidité titrable proches ;
- assez stable pour les poudres de lait (à 0% et 26% MG), une acidité plus élevée dans la poudre à 0% MG plutôt que celle de la poudre 26% MG.

### II.1.3. pH

Les résultats du pH des produits analysés sont rapportés dans le tableau ci- dessous.

**Tableau XV :** Résultats du pH des produits analysés dans les cinq lots.

Produits	poudre de lait à 0% MG	poudre de lait à 26% MG	poudre de cacao	eau	Lait chocolaté reconstitué	Produit fini
Lot 1	6,690	6,800	7,340	7,780	6,940	6,950
Lot 2	6,700	6,800	7,400	7,760	6,910	6,940
Lot 3	6,680	6,790	7,380	7,740	6,900	6,940
Lot 4	6,710	6,800	7,410	7,670	6,890	6,820
Lot 5	6,720	6,780	7,450	7,650	6,910	6,910
Moyenne	6,700	6,794	7,396	7,720	6,910	6,912
Écart-type	0,016	0,009	0,040	0,057	0,019	0,054
Norme	6,6 - 6,8	6,6 - 6,8	7,4 - 7,6	6,5 - 8,5	6,6 - 6,9	6,6 - 6,9

D'après le tableau ci-dessus, se référant aux diverses valeurs de pH, il ressort la remarque suivante :

- pour la poudre de lait à 0% MG, le pH varie entre 6,680 et 6,720 avec une moyenne de  $(6,700 \pm 0,016)$ .
- pour la poudre de lait à 26% MG, elle oscille de 6,790 à 6,830 à raison d'une moyenne de  $(6,810 \pm 0,016)$ .
- pour l'eau, elle oscille de 7,650 à 7,780 à raison d'une moyenne de  $(7,720 \pm 0,057)$ .
- pour la poudre de cacao, le pH varie entre 7,340 et 7,450 avec une moyenne de  $(7,396 \pm 0,040)$ .
- pour le lait chocolaté reconstitué et le produit fini, ils ont des moyennes de pH très proches  $(6,910 \pm 0,019$  et  $6,912 \pm 0,054)$ .
- les valeurs relevées des cinq lots pour les poudres de lait (à 0 % et 26% MG), la poudre de cacao, l'eau de reconstitution, le Lait chocolaté reconstitué et de même que pour le Produit fini sont conformes respectivement aux normes recommandées (6,6-6,8), (7,4 -7,6), (6,5 - 8,5), (6,6 - 6,9) et (6,6 - 6,9).
- Les valeurs relevées des cinq lots pour le Lait chocolaté reconstitué et pour le Produit fini sont légèrement au dessus de la norme, à cause de l'ajout de la poudre de cacao qui possède un pH alcalin.

Le pH est au voisinage de la neutralité, ce qui permet une longue conservation du produit, en sauvegardant ces qualités organoleptiques et sa valeur nutritionnelle. Le PH nous renseigne beaucoup plus sur la stabilité du lait et celle de ces micelles. (Mathieu 1998)

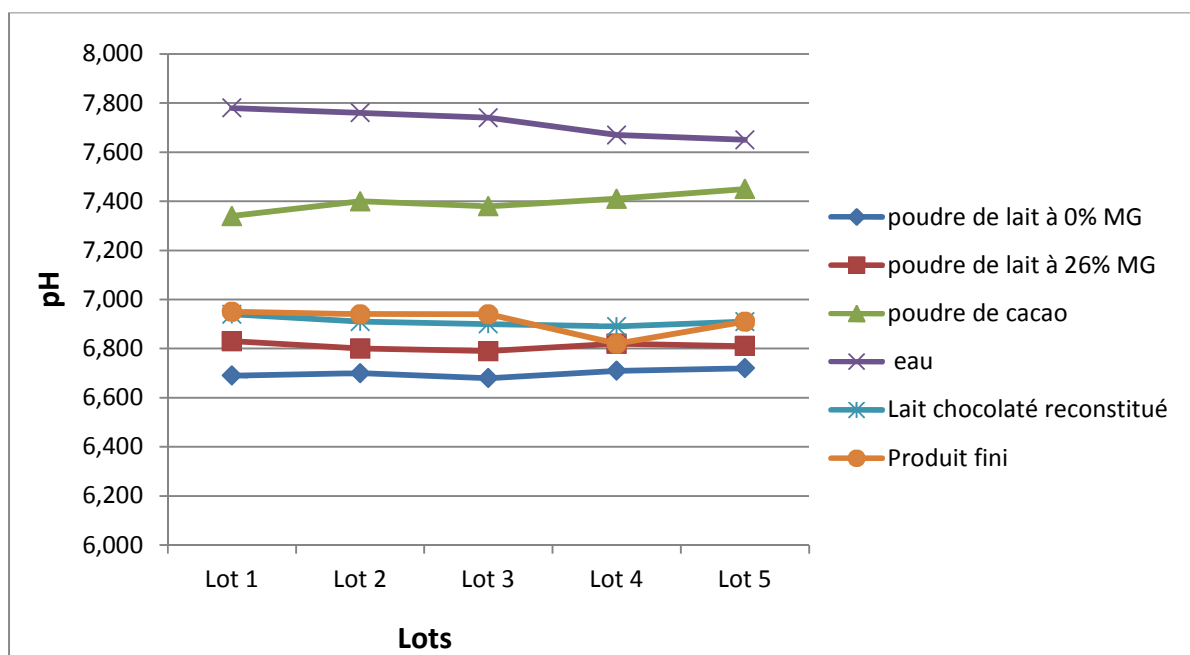


Figure 9 : Évolution du pH des produits analysés dans les cinq lots.

Dans la figure 9, nous présentons les variations du pH des produits analysés dans les cinq lots. On y observera que l'évolution de la teneur en pH est :

- stable et régulière pour celui des poudres de lait (0% et 26% MG), ces dernières ont des valeurs de pH très proches ;
- stable pour la poudre de cacao et pour l'eau de reconstitution, mais on constate une légère augmentation successive du pH du premier lot jusqu'au cinquième lot pour la poudre de cacao, et une légère diminution successive du pH du premier lot jusqu'au cinquième lot pour l'eau de reconstitution.
- stable pour le lait chocolaté reconstitué, assez stable pour le produit fini, ces derniers ont des valeurs de pH très proches. Une corrélation se constate entre les deux courbes du 1<sup>er</sup> lot jusqu'au 3<sup>ème</sup> ; cependant, à partir du 4<sup>ème</sup> lot, s'affiche une diminution brusque du pH du lait chocolaté reconstitué par rapport au produit fini. Ensuite, les deux courbes se séparent, l'une décroissant tandis que l'autre reste constante, puis finissent par converger au même point.

#### II.1.4. Matière grasse

Les résultats du taux de matière grasse des produits analysés sont rapportés dans le tableau ci-dessous.

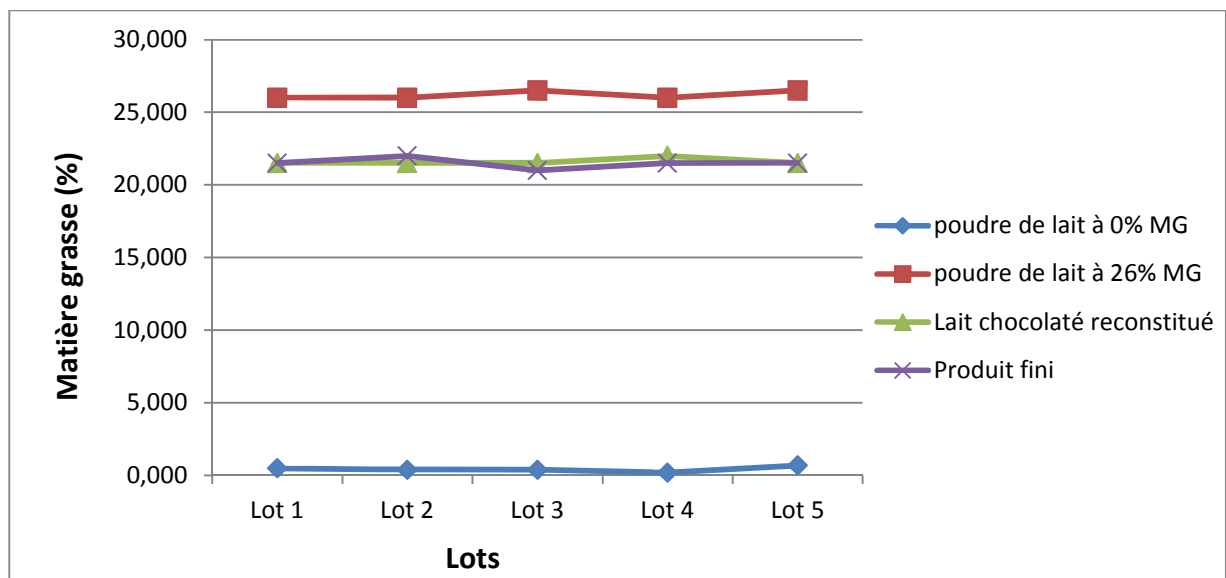
**Tableau XVI :** Résultats de la matière grasse des produits analysés dans les cinq lots.

Produits Lots	poudre de lait à 0% MG	poudre de lait à 26% MG	Lait chocolaté reconstitué	Produit fini
Lot 1	0,500	26,000	21,500	21,500
Lot 2	0,400	26,000	21,500	22,000
Lot 3	0,400	26,500	21,500	21,000
Lot 4	0,200	26,000	22,000	21,500
Lot 5	0,700	26,500	21,500	21,500
Moyenne	0,440	26,200	21,600	21,500
Écart-type	0,182	0,274	0,224	0,354
Norme	≤1,5	≥ 26	23±3	23±3

Les taux de matière grasse sont exprimés en % (g/100g de produit).

D'après le tableau ci-dessus, se référant aux divers taux de matière, il ressort la remarque suivante :

- pour la poudre de lait à 0% MG, la matière grasse varie entre 0,200 et 0,700 avec une moyenne de  $(0,440 \pm 0,182)$ .
- pour la poudre de lait à 26% MG, elle oscille de 26,000 à 26,500 à raison d'une moyenne de  $(26,200 \pm 0,274)$ .
- pour le lait chocolaté reconstitué et le produit fini, ils ont des moyennes de matière grasse très proches  $(21,600 \pm 0,224$  et  $21,700 \pm 0,354)$ .
- les valeurs mesurées de la matière grasse des cinq lots pour les poudres de lait (0% et 26% MG), pour le lait chocolaté reconstitué de même que pour le produit fini sont conformes aux normes recommandées qui sont respectivement de  $(\leq 1,5, \geq 26, 23 \pm 3, 23 \pm 3)$ .



**Figure 10 :** Évolution de la matière grasse des produits analysés dans les cinq lots.

La figure 10 nous instruit que les variations de la teneur en matière grasse des produits analysés dans les cinq lots est stable et régulière pour tous les produits analysés. De même, le lait chocolaté reconstitué et le produit fini ont des teneurs de matière grasse très proches.

### II.1.5. Tests de stabilité

#### a) Test de Ramsdell

La quantité de la solution phosphate mono potassique nécessaire pour provoquer une coagulation est de 2,2 ml, et la norme recommandée est :  $>1,6$  ml.

Ce test est négatif sur les cinq lots ce qui traduit une grande stabilité du lait par rapport au traitement thermique, en fonction de son équilibre minéral et protéique

**b) Test de sédimentation**

Dans les cinq lots de poudres de lait (à 0% et 26% MG) la sédimentation est négative, aucun dépôt n'est constaté.

**c) Test d'ébullition**

Les résultats montrent l'absence d'une coagulation dans les analyses effectuées sur les cinq lots, en effet on sait qu'en règle générale, le lait ne commence à coaguler que lorsque l'acidité dépasse 21°D, la coagulation des laits sujet de notre expérience a débuté à 28°D, on conclut que les laits analysés dans les cinq lots sont stables à l'ébullition, les laits peuvent supporter le traitement thermique.

**d) Bain d'huile**

La stabilité à la chaleur du lait mesurée par la méthode du bain d'huile, s'exprime en temps minimum de chauffage nécessaire à la coagulation du lait qui varie entre 17 à 20 minutes dans les cinq lots analysés, elle est conforme à la norme recommandée qui est ( $\geq 12$  minutes), cela explique que les poudres de lait résistent au traitement thermique UHT.

**e) Test à l'alcool**

Dans les cinq lots, l'aspect du mélange analysé est homogène, donc les laits sont stables.

**II.1.6. Analyses sensorielles (Goût, odeur et couleur)**

Les résultats des analyses sensorielles obtenus sur les produits analysés sont représentés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau XVII :** Résultats des analyses sensorielles des produits analysés.

<b>Caractéristiques</b> <b>Produits</b>	Goût	Odeur	Couleur
Poudres de lait (0% et 26% MG)	Normal	Normal	/
Poudre de cacao	Normal	Normal	/
Eau de reconstitution	Normal	Normal	Claire
Lait chocolaté reconstitué	Normal	Normal	Marron
Produit fini	Normal	Normal	Marron

**Remarque :** ces résultats sont obtenus dans les cinq lots.

### II.1.7. Titre hydrotimétrique (TH)

Les résultats du Titre hydrotimétrique obtenus sur l'eau de reconstitution sont représentés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau XVIII :** Résultats du Titre hydrotimétrique de l'eau analysée dans les cinq lots.

Produits Lots	Eau de reconstitution
<b>Lot 1</b>	14,400
<b>Lot 2</b>	13,000
<b>Lot 3</b>	14,800
<b>Lot 4</b>	14,000
<b>Lot 5</b>	12,000
<b>Moyenne</b>	13,640
<b>Écart-type</b>	1,135
<b>Norme</b>	10 - 20

Les valeurs du Titre hydrotimétrique sont exprimées en °F

Le tableau ci-dessus nous donne à voir que :

- le TH de l'eau varie entre 12,000 et 14,800 avec une moyenne de  $13,640 \pm 1,135$ .
- les valeurs mesurées du TH des cinq lots sont conformes à la norme recommandée, (10 - 20).

Cela est évidemment dû au traitement d'adoucissement effectué par l'entreprise dans le but d'avoir une bonne qualité d'eau qui permet d'obtenir des résultats satisfaisants concernant la mouillabilité et la solubilité de la poudre de lait utilisée.

### II.1.8. Densité

Les résultats de la densité des produits analysés sont rapportés dans le tableau ci-dessous.

**Tableau XIX:** Résultats de la densité des produits analysés dans les cinq lots.

Produits Lots	Lait chocolaté reconstitué	Produit fini
<b>Lot 1</b>	1,058	1,058
<b>Lot 2</b>	1,058	1,058
<b>Lot 3</b>	1,058	1,058
<b>Lot 4</b>	1,058	1,058
<b>Lot 5</b>	1,058	1,058
<b>Moyenne</b>	1,058	1,058
<b>Écart-type</b>	0,000	0,000
<b>Norme</b>	1,055 - 1,059	1,055 - 1,059

Les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus nous apprennent que :

- la densité du lait chocolaté reconstitué et celle du produit fini sont égales à 1,058 dans les cinq lots, avec une moyenne de  $1,058 \pm 0.000$ .
- Les valeurs mesurées de la densité des cinq lots sont respectivement conformes à la norme recommandée (1,055-1,059).



**Figure 11 :** Évolution de la densité des produits analysés dans les cinq lots.

La figure 11, nous donne les variations de la densité du lait chocolaté reconstitué et celle du produit fini dans les cinq lots. On en conclue que l'évolution de la densité est stable et régulière, elle se situe à la valeur de 1,058 ; les deux courbes sont identiques.

### II.1.9. Extrait sec total (EST)

Les résultats de l'extrait sec total des produits analysés sont rapportés dans le tableau ci- dessous.

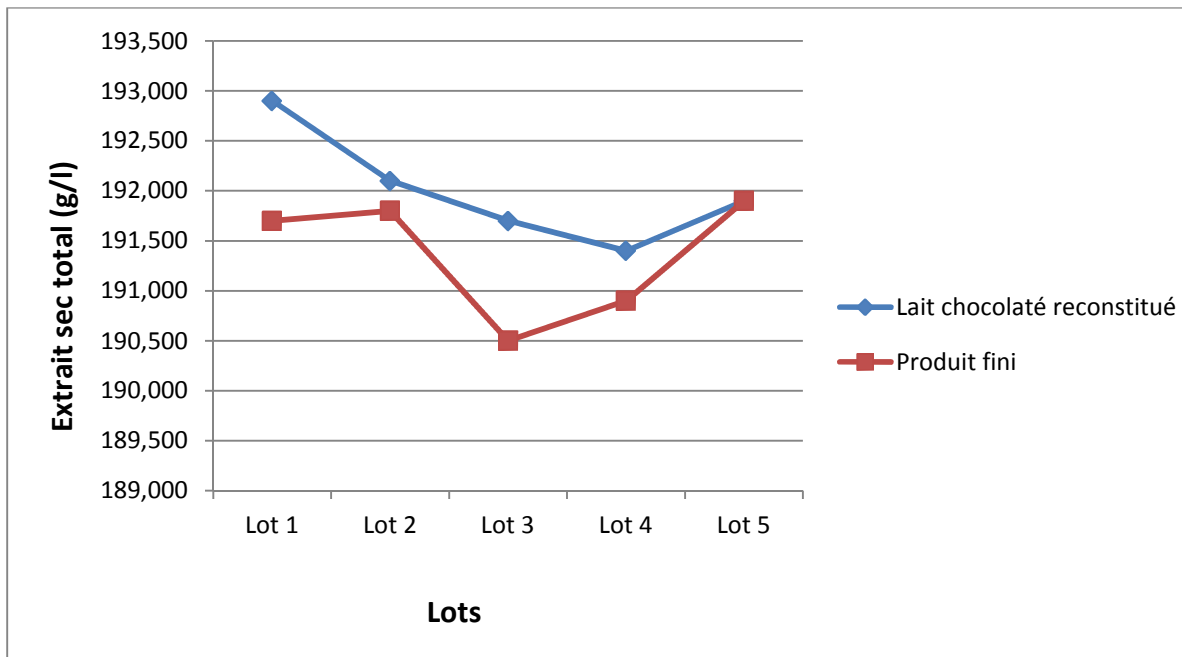
**Tableau XX :** Résultats de l'extrait sec total des produits analysés dans les cinq lots.

Produits	Lait chocolaté reconstitué	Produit fini
Lot 1	192,900	191,700
Lot 2	192,100	191,800
Lot 3	191,700	190,500
Lot 4	191,400	190,900
Lot 5	191,900	191,900
Moyenne	192,000	191,360
Écart-type	0,566	0,623
Norme	191 - 193	191±1

L'extrait sec total est exprimé en g/l

D'après les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, on remarque que :

- l'extrait sec total du lait chocolaté reconstitué varie entre 191,400 et 192,900 avec une moyenne de  $192,000 \pm 0,566$  tandis que celui du produit fini va de 190,500 à 191,900 avec une moyenne de  $191,360 \pm 0,623$ .
- les valeurs mesurées de l'extrait sec total des cinq lots sont respectivement conformes à la norme souhaitée (191 - 193) et (190 – 192).



**Figure 12 :** Évolution de l'extrait sec total des produits analysés dans les cinq lots.

D'après la figure 12, on constate que :

- l'extrait sec total des produits analysés dans les cinq lots de lait chocolaté reconstitué et de produit fini est irrégulier et instable.
- une différence significative est à constater entre l'extrait sec total du Lait chocolaté reconstitué et celui du produit fini. Le premier est inférieur par rapport au dernier dans tous les lots sauf dans le cinquième où ils sont identiques.

### II.1.10. Brix

Les résultats du Brix des produits analysés sont rapportés dans le tableau ci- dessous.



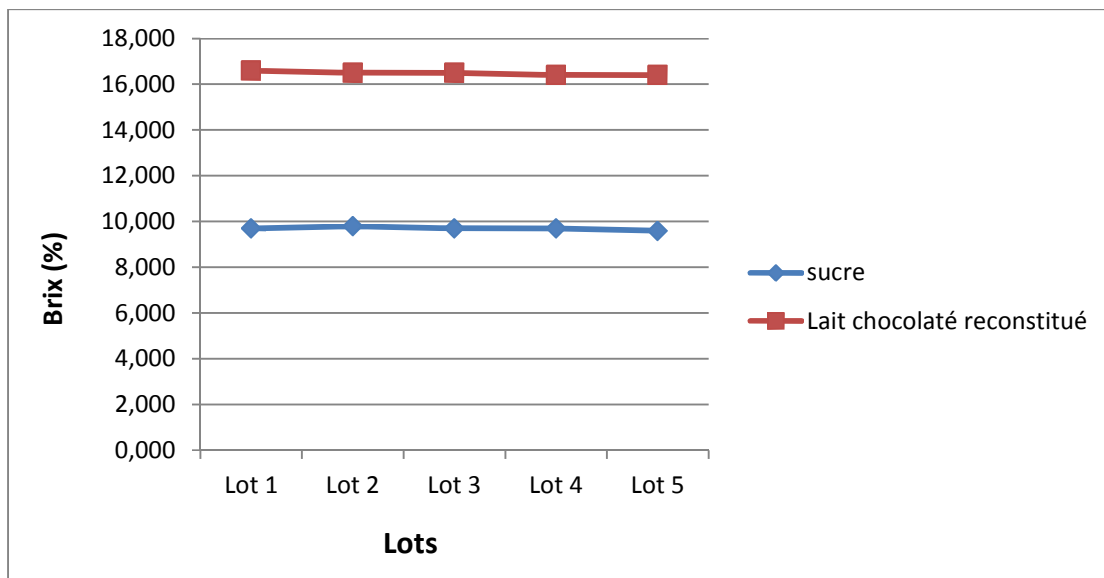
**Tableau XXI** : Résultats du Brix des produits analysés dans les cinq lots.

Produits	sucre	Lait chocolaté reconstitué
Lot 1	9,700	16,6
Lot 2	9,800	16,5
Lot 3	9,700	16,5
Lot 4	9,700	16,4
Lot 5	9,600	16,4
Moyenne	9,700	16,480
Écart-type	0,071	0,084
Norme	≤10	16,3 - 16,7

Le Brix est exprimé en %.

Le tableau ci-dessus nous donne à voir que :

- le Brix du sucre varie entre 9,600 et 9,800 avec une moyenne de  $9,700 \pm 0,071$ . Celui du lait chocolaté reconstitué varie entre 16,400 et 16,600 avec une moyenne de  $16,480 \pm 0,084$ .
- les valeurs mesurées du Brix des cinq lots sont respectivement conformes à la norme recommandée, soit  $\leq 10$  et (16,3 – 16,7).



**Figure 13** : Évolution du Brix des produits analysés dans les cinq lots.

D'après la figure 13, nous constatons que :

- le Brix des cinq lots de sucre et celui du Lait chocolaté reconstitué est stable et régulier.

- Il y a une différence notable entre le Brix du sucre et celui du Lait chocolaté reconstitué. Le premier est inférieur par rapport au dernier, cela est dû à l'ajout d'amidon qui augmente le taux de saccharose du Lait chocolaté reconstitué.

### II.1.11. Poids

Les résultats du poids obtenus sur les briques du produit fini sont représentés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau XXII** : Résultats du poids des briques du produit fini dans les cinq lots.

Lots	Poids
Lot 1	220,300
Lot 2	221,200
Lot 3	221,100
Lot 4	222,000
Lot 5	221,700
Moyenne	221,260
Écart-type	0,650
Norme	220±3

Les valeurs du poids sont exprimées en gramme.

Le tableau ci-dessus nous donne à voir que :

- le poids des briques du produit fini varie entre 220,300 et 222,000 avec une moyenne de  $221,260 \pm 0,650$ .
- les valeurs mesurées des cinq lots du poids des briques du produit fini sont respectivement conformes à la norme recommandée, soit  $220 \pm 3$ .



**Figure 14** : Évolution du poids des briques du produit fini dans les cinq lots.

D'après la figure 14, nous lisons que le poids des briques du produit fini est assez stable.

### II.1.12. Volume

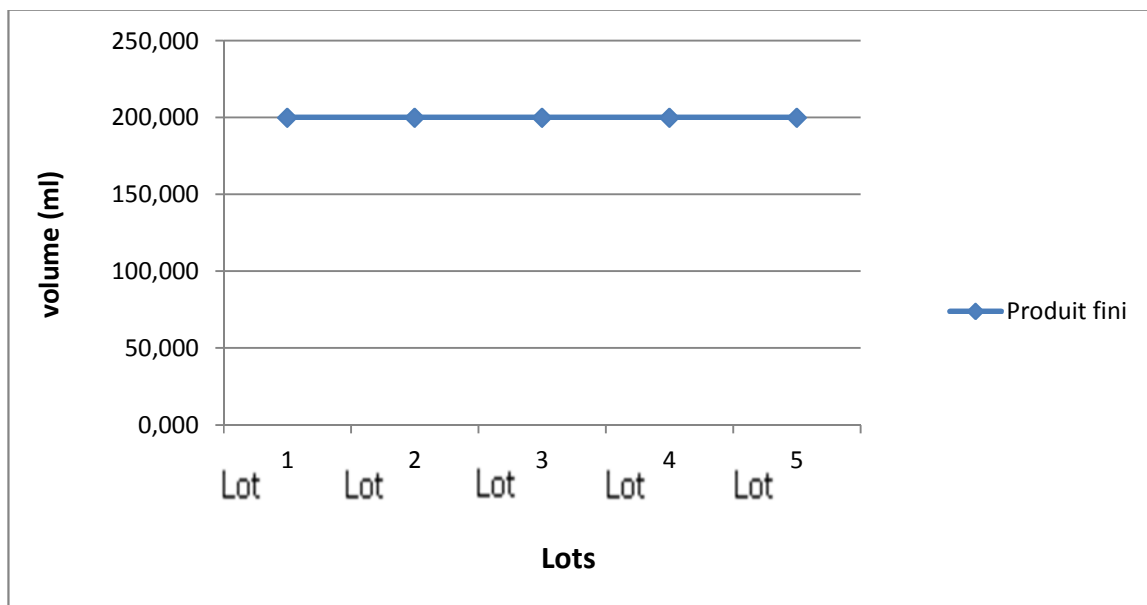
Les résultats du volume obtenus sur les briques du produit fini sont représentés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau XXIII** : Résultats du volume des briques du produit fini dans les cinq lots.

Lots	Volume
Lot 1	200,000
Lot 2	200,000
Lot 3	200,000
Lot 4	200,000
Lot 5	200,000
Moyenne	200,000
Écart-type	0,000
Norme	200±3

Les valeurs du volume sont exprimées en millilitre.

Le tableau ci-dessus nous donne à voir que le volume des briques du produit fini reste constante à 200 ml.



**Figure 15** : Évolution du volume des briques du produit fini dans les cinq lots.

D'après la figure 15, nous lisons que le volume des briques du produit fini est stable et régulier.

## II.2. Microbiologie

### II.2.1. Poudres de lait (0% et 26% MG)

L'ensemble des résultats des analyses microbiologiques effectuées sur les poudres de lait est rapporté dans les deux tableaux ci- dessous.

**Tableau XXIV:** Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur la poudre de lait à 26% MG.

Échantillons		Germes	Flore totale aérobie mésophile	Coliformes totaux	Clostridium sulfito-réducteur
Lot 1	1 <sup>er</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
	2 <sup>ème</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
	3 <sup>ème</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
	4 <sup>ème</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
	5 <sup>ème</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
<b>Normes</b>			<2.10 <sup>5</sup> germes/ml	<10 germes/ml	<10 germes/ml
<b>Références</b>			<b>JORA N°19, 2000.</b>	<b>JORA N°19, 2000.</b>	<b>JORA N°19, 2000.</b>

**Remarque :** mêmes résultats pour les quatre autres lots.

**Tableau XXV :** Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur la poudre de lait à 0% MG.

Échantillons		Germes	Flore totale aérobie mésophile	Coliformes totaux	Clostridium sulfito-réducteur
Lot 1	1 <sup>er</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
	2 <sup>ème</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
	3 <sup>ème</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
	4 <sup>ème</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
	5 <sup>ème</sup> sac		<2.10 <sup>5</sup>	Absence	Absence
<b>Normes</b>			<2.10 <sup>5</sup> germes/ml	<10 germes/ml	<10 germes/ml
<b>Références</b>			<b>JORA N°19, 2000.</b>	<b>JORA N°19, 2000.</b>	<b>JORA N°19, 2000.</b>

**Remarque :** mêmes résultats pour les quatre autres lots.

On remarque que les résultats obtenus, que ce soit pour la poudre de lait à 0% MG ou celle à 26% sont conformes à la réglementation en vigueur, notamment pour la flore totale aérobie mésophile où un résultat dans la norme a été enregistré, et une absence totale des coliformes et des Clostridium sulfito-réducteurs qui indique que les poudres de lait n'ont pas subi une contamination, révélant le respect d'hygiène lors de la fabrication, du conditionnement et de l'entreposage de ces poudres.

### II.2.2. Poudre de cacao

Le tableau ci-dessous représente les résultats des analyses effectuées sur la poudre de cacao.

**Tableau XXVI** : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur la poudre de cacao.

Germes		Flore totale aérobie mésophile	Entérobactéries	Levures	Moisissures
Échantillons					
Lot 1	1 <sup>er</sup> sac	< 10 <sup>5</sup>	Absence	<10 <sup>2</sup>	<10
	2 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>5</sup>	Absence	<10 <sup>2</sup>	<10
	3 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>5</sup>	Absence	<10 <sup>2</sup>	<10
	4 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>5</sup>	Absence	<10 <sup>2</sup>	<10
	5 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>5</sup>	Absence	<10 <sup>2</sup>	<10
<b>Normes</b>		< 10 <sup>5</sup> germes/ml	< 1 germes/ml	<10 <sup>2</sup> germes/ml	<10 germes/ml
<b>Références</b>		<b>JORA N°87, 1999.</b>	<b>JORA N°87, 1999.</b>	<b>JORA N°87, 1999.</b>	<b>JORA N°87, 1999.</b>

**Remarque** : mêmes résultats pour les quatre autres lots.

Les résultats obtenus pour la poudre de cacao sont conformes aux normes réglementaires, où un nombre de germes dans la norme a été obtenu pour les cinq sacs pour la flore totale aérobie mésophile et les levures et moisissures et une absence totale d'entérobactéries qui indique que la poudre de cacao n'a pas subi une contamination, révélant le respect d'hygiène lors de la fabrication, du conditionnement et de l'entreposage de la cette poudre.

### II.2.3. Sucre

Le tableau ci-dessous représente les résultats des analyses effectuées sur le sucre.

**Tableau XXVII** : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur le sucre.

Germes		Flore totale aérobie mésophile	Germes acidifiants	Clostridium sulfito- réducteur	Levures	Moisissures
Échantillons						
Lot 1	1 <sup>er</sup> sac	< 20	Absence	Absence	Absence	Absence
	2 <sup>ème</sup> sac	< 20	Absence	Absence	Absence	Absence
	3 <sup>ème</sup> sac	< 20	Absence	Absence	Absence	Absence
	4 <sup>ème</sup> sac	< 20	Absence	Absence	Absence	Absence
	5 <sup>ème</sup> sac	< 20	Absence	Absence	Absence	Absence
<b>Normes</b>		< 20 germes/ml	< 5 germes/ml	<1 germes/ml	<1 germes/ml	<1 germes/ml
<b>Références</b>		<b>JORA N°35, 1998</b>	<b>JORA N°35, 1998</b>	<b>JORA N°35, 1998</b>	<b>JORA N°35, 1998</b>	<b>JORA N°35, 1998</b>

**Remarque** : mêmes résultats pour les quatre autres lots.

Les résultats obtenus pour le sucre sont conformes aux normes réglementaires, où un nombre de germe dans la norme a été obtenu pour les cinq sacs pour la flore totale aérobie mésophile et une absence totale de germes acidifiants a été enregistrée ainsi que pour les levures et moisissures.

Cela nous permet de déduire que toutes les étapes de production du sucre jusqu'à son transport ont été réalisées conformément aux normes.

#### **II.2.4. Eau de reconstitution**

Le tableau ci-dessous représente les résultats des analyses effectuées sur l'eau de reconstitution.

**Tableau XXVIII** : Résultats des analyses microbiologiques effectuées sur l'eau de reconstitution.

Germes Échantillons		Flore totale aérobie mésophile	Coliformes totaux	Coliformes fécaux	Clostridium sulfito- réducteur	Streptocoques
Lot 1	1 <sup>er</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	Absence	Absence	Absence	Absence
	2 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	Absence	Absence	Absence	Absence
	3 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	Absence	Absence	Absence	Absence
	4 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	Absence	Absence	Absence	Absence
	5 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	Absence	Absence	Absence	Absence
<b>Normes</b>		< 10 <sup>2</sup> germes/ml	< 10 germes/100ml	Absence	Absence	Absence
<b>Références</b>		<b>JORA N°35, 1998</b>	<b>JORA N°35, 1998</b>	<b>JORA N°35, 1998</b>	<b>JORA N°35, 1998</b>	<b>JORA N°35, 1998</b>

**Remarque :** mêmes résultats pour les quatre autres lots.

Les résultats obtenus pour l'eau de reconstitution sont conformes aux normes réglementaires, où un nombre de germe dans la norme a été obtenu pour les cinq sacs pour la flore totale aérobie mésophile et une absence totale de coliformes a été enregistrée ainsi que pour les Clostridium sulfito-réducteur et Streptocoques. Cela peut s'expliquer par le fait que cette eau destinée à la reconstitution est une eau qui a déjà subi un traitement préalable non seulement au niveau de l'entreprise de distribution de l'eau (ADE) mais aussi plusieurs étapes de traitement au sein de l'unité Tchén-lait/CANDIA (filtration sur sable, adoucissement et traitement UV).

### II.2.5. Produit fini

Le tableau ci-dessous représente les résultats d'analyse microbiologique effectuée sur le produit fini, pour la recherche de la flore totale aérobie mésophile.

**Tableau XXIX** : Résultats d'analyse microbiologique effectuée sur le produit fini, pour la recherche de la flore totale aérobie mésophile.

Échantillons Lot / Sacs		au début de conditionnement	à 25% de conditionnement	à 50% de conditionnement	à 75% de conditionnement	à la fin de conditionnement
Lot 1	1 <sup>er</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>
	2 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>
	3 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>
	4 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>
	5 <sup>ème</sup> sac	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>
<b>Normes</b>		< 10 <sup>2</sup> germes/ml				
<b>Références</b>		<b>JORA N°35, 1998</b>				

**Remarque** : mêmes résultats pour les quatre autres lots.

Les résultats obtenus pour l'eau de reconstitution sont conformes aux normes réglementaires, où un nombre de germe dans la norme a été obtenu pour les cinq sacs pour la flore totale aérobie mésophile, ce qui est justifiée par le fait de l'utilisation d'une matière première de bonne qualité et aussi de l'efficacité du traitement thermique subi qui a permis l'élimination des germes pathogènes de la flore banale.

### II.2.6. Contrôle du pH du produit fini

➤ Résultats du pH des briques prélevées au milieu du lot :

**Tableau XXX** : Résultats du pH des briques prélevées au milieu du lot.

pH		pH après 7 jours d'incubation à 55°C	pH après 15 jours d'incubation à 37°C	Norme	Référence
Lots/ Échantillons					
Lot 1	Brique 1	6,74	/	Δ pH < 0,2 UpH	<b>JORA N°35, 1998</b>
	Brique 2	6,73	/		
	Brique 3	/	6,79		
	Brique 4	/	6,80		
	Brique Témoin	6,90			
Lot 2	Brique 1	6,72	/		
	Brique 2	6,73	/		
	Brique 3	/	6,77		
	Brique 4	/	6,79		
	Brique Témoin	6,89			
Lot 3	Brique 1	6,72	/		
	Brique 2	6,71	/		
	Brique 3	/	6,78		
	Brique 4	/	6,79		
	Brique Témoin	6,89			
Lot 4	Brique 1	6,67	/		
	Brique 2	6,66	/		
	Brique 3	/	6,70		
	Brique 4	/	6,72		
	Brique Témoin	6,80			
Lot 5	Brique 1	6,73	/		
	Brique 2	6,75	/		
	Brique 3	/	6,78		
	Brique 4	/	6,79		
	Brique Témoin	6,90			

- $\Delta \text{pH} = \text{pH}_{(\text{brique témoin})} - \text{pH}_{(\text{brique incubée à } 37^\circ\text{C ou à } 55^\circ\text{C})}$
- UpH : Unité de pH.

D'après les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, aucune variation du pH n'est supérieure à 0,2 unité par rapport au pH de la brique témoin, et cela dans les cinq lots. Donc le produit est stable.



➤ **Résultats du pH des briques prélevées aux événements et PAE :**

**Tableau XXXI :** Résultats du pH des briques prélevées aux événements et PAE.

Lots	Brique prélevée	pH de la brique prélevée	pH à jour de la production	Norme	Référence
Lot 1	Brique (PAE)	6,85	6,95	$\Delta \text{pH} < 0,2 \text{ UpH}$	<b>JORA N°55, 1997.</b>
	Brique (départ de la production)	6,85			
Lot 2	Brique (PAE)	6,84	6,94		
	Brique (raccord papier)	6,82			
Lot 3	Brique (PAE)	6,83	6,94		
	Brique (raccord film)	6,83			
Lot 4	Brique (PAE)	6,72	6,82		
	Brique (arrêt court)	6,70			
Lot 5	Brique (PAE)	6,80	6,91		
	Brique (arrêt long)	6,77			

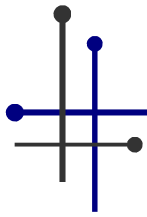
- $\Delta \text{pH} = \text{pH}_{(\text{jour de production})} - \text{pH}_{(\text{brique PAE ou événement})}$
- UpH : Unité de pH.

D'après les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, aucune variation du pH n'est supérieure à 0,2 unité par rapport au pH de la brique à jour de la production concernant le PAE et même chose que pour les briques prélevées aux événements, et cela dans les cinq lots. Donc le produit est stérile.





# *Conclusion*



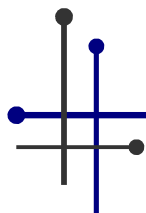
## **CONCLUSION**

Le procédé Ultra Haute Températures (UHT) est une technique très efficace pour la destruction de la flore microbienne et elle préserve les qualités organoleptiques et nutritionnelles du lait.

L'objectif du contrôle physico-chimique et microbiologique est de garantir une certaine sécurité hygiénique, afin d'assurer au consommateur une alimentation saine du point de vue microbiologique, et une stabilité du point de vue physico-chimique.

Les résultats des différentes analyses physico-chimiques et microbiologiques effectuées sur les matières premières, le produit en cours de fabrication et le produit fini nous permettent d'affirmer qu'ils sont de qualité satisfaisante, et par conséquent conformes aux normes et à la réglementation Algérienne en vigueur, ce qui révèle d'une part la bonne qualité des matières premières, et d'autre part la bonne pratique des règles d'hygiène, en plus d'une maîtrise du processus de fabrication, et les résultats obtenus sur les cinq lots montrent une répétabilité du produit à la fabrication.

# *Références*



## Références bibliographique

### A

- **Amiot J., Fournier S., Lebeuf Y., Paquin P. et Simpson R. (2002).** Composition, propriétés physiologiques, valeur nutritive, qualité technologique et technique d'analyse du lait *in* Sciences et Technologie du lait, Transformation du lait. Edition : Presses Internationales Polytechnique. p 19.
- **Anonyme (2012) :** Disponible sur: <<http://marche.agroligne.com/content/19-tchin-lait-candia>> (consulté le 13 Mai 2012).

### B

- **Beerens H. et Luquet F.M. (1987).** Guide pratique d'analyse microbiologique des laits et des produits laitiers. Edition : Tec et Toc – Lavoisier. Paris. p 79.

### D

- **Deeth H. et Datta N. (2003).** Diagnosing the cause of proteolysis in UHT milk. School of land and Food Sciences.

### F

- **Feinberg M., Favier J.C. et Irland R.J. (1987).** Répertoire générale des aliments *in* Table de composition des produits laitiers. Edition Tec et Doc-Lavoisier. Paris.

### G

- **Gösta B. (1995).** Lait longue conservation *in* Manuel de transformation du lait. Edition : Tetra Pack processing system AB. Sweden. pp 215-232.
- **Guiraud J.P et Galzy P. (1980).** les analyses microbiologiques dans les industries alimentaires. ED. Usine nouvelle, Paris.
- **Guiraud J.P. (1998).** Microbiologie alimentaire. Techniques d'analyse microbiologiques. Ed, Dunod.
- **Guiraud J.P. (2003) :** Méthode d'analyse en microbiologie alimentaire. In : Microbiologie alimentaire. Paris.

## ℒ

- **Lightfoot N.F. et Maier E.A. (2002).** Analyse microbiologique des aliments et de l'eau, Guide pour l'assurance qualité. Edition : Tec et Doc-Lavoisier. Paris. p 34.
- **Lorient D. (2001).** Influence des traitements technologiques sur les protéines nutritionnelles du lait *in* Lait : nutrition et santé. Edition : Tec et Doc-Lavoisier. Paris. pp 191-261.
- **Lubin D. (1998).** Lait de consommation *in* le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine. Collection FAO (Food Agriculture Organisation). PP 113-152.
- **Luquet F.M. (1985).** lait et produits laitiers, vache, brebis, chèvre, VI.ED. Tec & Doc. Lavoisier .Paris. p 637.

## ℳ

- **Mahaut M., Jeantet R., Brulé G. et Schuck P. (2000).** Les produits industriels laitiers. Edition : Tec et Doc-Lavoisier. p15.
- **Mathieu (1998).** initiation à la physico-chimie du lait ED. Tec et Doc .Lavoisier. Paris.
- **Möller S. (2000).** La reconstitution du lait. Ed. Sodiaal. Ivry-sur-seine.

## ℴ

- **Odet G., Cerf O., Chevillotte J., Douard D., Gikkis J.C., Helaine E. et Lignac J. (1985).** la maîtrise de la qualité du lait stérilisé UHT .ED. APRIA. Tec et Doc-Lavoisier. Paris. pp 35-133.

## ℵ

- **Pointurier H. (2003).** La gestion matière dans l'industrie laitière, Tec et Doc, Lavoisier, France: 64 (388 pages).
- **Pougheon S. et Goursaud J. (2001).** Le lait, caractéristiques physicochimiques *in* Lait : nutrition et santé. Edition : Tec et Doc-Lavoisier. Paris. pp 3-42.

## ℞

- **Rejesek F, (2002).** Analyse des eaux. Ed sceren CRDP aquitaine, France.



- **Rodier J., Bazin C., Broutin J.P., Chambon P., Champseur H. et Rodi L. (2005).** L'analyse microbiologique des eaux *in* l'analyse de l'eau ; Eau naturelle, eau résiduaire, eau de mer, Edition : Dunod. Technique et ingénieur. pp 745-862.

## *S*

- **Salghi R. (2010).** Cours d'analyses physico-chimiques des denrées alimentaires, École Nationale des Sciences Appliquées d'Agadir, <http://www.adrmessage-review3>.
- **Suloff E.C. (2002).** Flavors and Off-flavors of milk products *in* Sorption behavior of an aliphatic series of aldehydes in the presence of poly ethylene terephthalate blends containing aldehyde scavenging agents. Food Science and technology. pp 5-29.

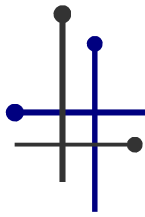
## *V*

- **Veisseyre R. (1979).** Comportement du lait au froid et à la chaleur *in* Technologie du lait. Constitution, récolte, traitement et transformation du lait. Edition : la maison Rustique. Paris. pp 100-132.
- **Vignola C.L. (2002).** Science et technologie du lait. Transformation du lait. Edition : Presses Internationales Polytechnique. Québec. pp 289-292.

## *Normes et textes réglementaires*

- **AFNOR. (1985)** Contrôle de la qualité des produits laitiers –Analyses physiques et chimiques, 3<sup>ème</sup> édition : (321 pages).
- **AFNOR. (1999)**. Lait et produit laitiers. Volume I : lait. Edition : AFNOR.
- **FIL 94B. (1991)**. Lait et produits laitiers – Dénombrement de levures et moisissures (comptage de colonies à 25°C).
- **ISO 8261. (1989). (F)** lait et produits laitiers – préparation des échantillons pour essai et des dilutions en vue de l'examen microbiologique.
- **JORA N°35, 1998**. Arrêté interministériel du 24 Janvier 1998 modifiant et complétant l'arrêté du 27 Juillet 1994 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaire.
- **JORA N°55, 1997**. Arrêté interministériel du 31 Mai 1997 relatif aux spécifications techniques des laits en poudre et aux conditions et modalités de leur présentation.
- **JORA n°69, 1993**. Arrêté interministériel du 18 Août 1993 relatif aux spécifications et à la présentation de certains laits de consommation.
- **JORA N°87, 1999**. Arrêté interministériel du 25 Octobre 1999 relatif aux spécifications et des fèves de cacao et des produits cacaotés.
- **NF V 04-206, 1969**. Lait-détermination de l'acidité titrable. P135.
- **NF V 04-210, 1990**. Lait-détermination de la teneur en matière grasse, méthode acido-butiromètre. P156.

# *Annexes*



## 1. Présentation de l'organisme d'accueil

### 1.1. Historique et situation géographique

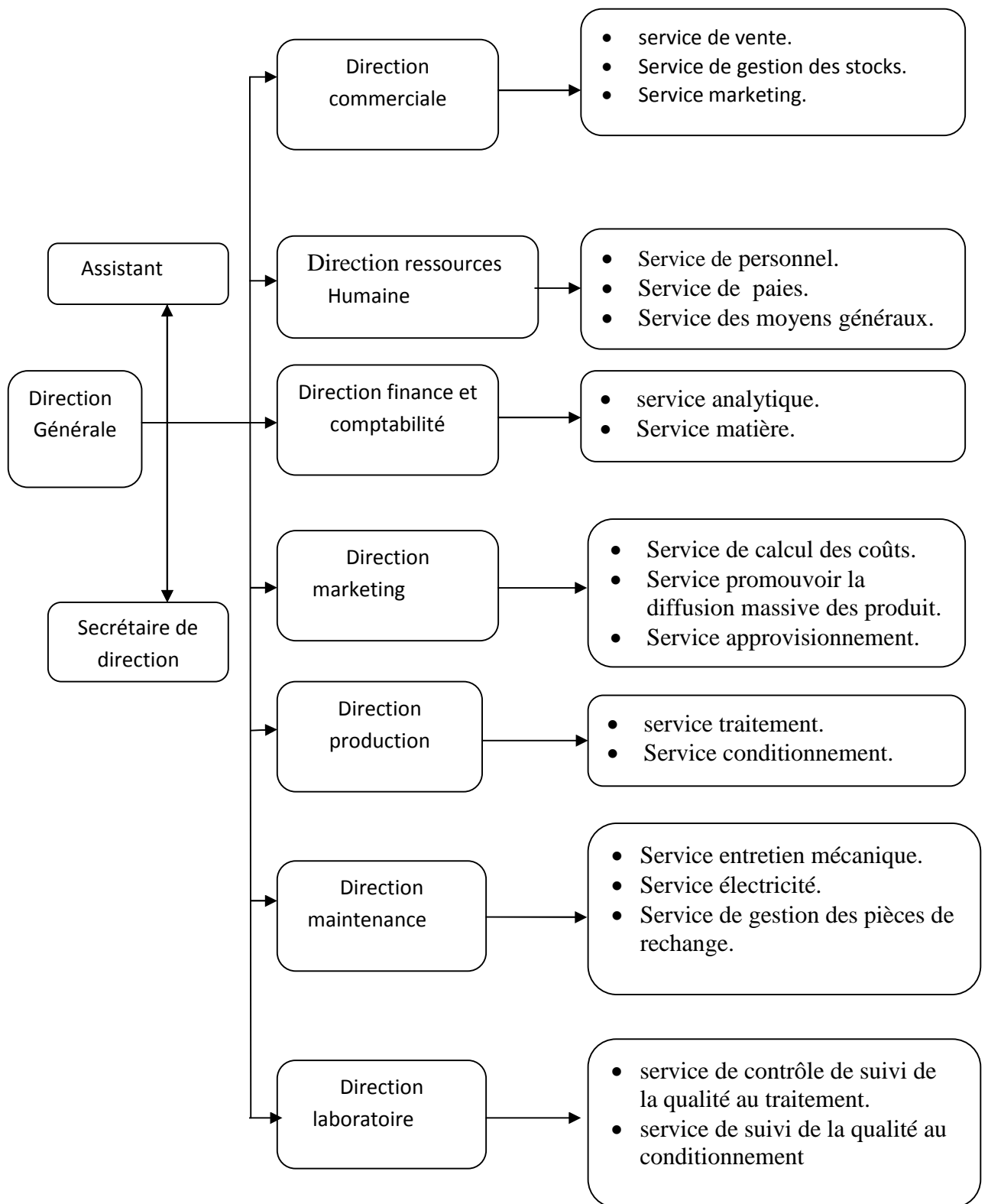
CANDIA est une marque française qui est présente en Algérie depuis plusieurs années par ses exportations de lait liquide, mais suite à une hausse importante de taxes douanière, CANDIA a dû stopper ces exportations en 1998. De ce fait plusieurs investisseurs algériens se sont adressés à CANDIA afin qu'elle se lance sur le marché Algérien du lait. En 1999 une franchise CANDIA est née en Algérie sous l'appellation de Tchîn-Lait.

Tchîn-Lait était à l'origine une entreprise familiale appelée Tchîn-tchîn spécialisée dans les boissons gazeuses depuis 1945. Cependant l'arrivée de grandes firmes multinationales sur le marché des boissons gazeuses l'a contrarié à revoir sa stratégie d'où l'idée de reconversion vers le lait UHT. La laiterie Tchîn-lait est construite sur une superficie totale de 3000 m<sup>2</sup>, située sur la route nationale N°12 à l'entrée ouest de la ville de Béjaïa (Bir-Slam).

### 1.2. Les différents produits fabriqués à la laiterie Tchîn-Lait

La gamme de produits de Tchîn-Lait est diversifiée, elle est constituée actuellement de :

- **Lait de longue conservation:** Conditionné en emballage Tetra Pak ou Combibloc 1 litre.
  - Lait stérilisé UHT partiellement écrémé.
  - Lait stérilisé UHT entier.
  - Lait stérilisé UHT Silhouette écrémé enrichi en vitamine D.
  - Lait stérilisé UHT Viva partiellement écrémé enrichi en vitamines B 1, B2, B3, B5, B6, B8, B9, B12, E, D.
  
- **Lait boisson :** Conditionné en emballage Combibloc 1 litre, Tetra Pak 20cl avec paille et 1 litre avec bouchon.
  - Lait stérilisé UHT au chocolat, dénommé « Candy- Choco ».
  - Lait additionné de jus de fruits (Orange Ananas et Pêche Abricot) dénommé « lait & jus » et « Candy Jus ».
  
- **Jus de fruits:** Conditionné en emballage Tetra Pak 20cl avec paille et emballage Combibloc 1 litre.
  - Boisson à l'orange.
  - Cocktail de fruits.



**Figure 6 :** Organigramme de l'organisation de la laiterie Tchén-lait/CANDIA.

**Tableau III** : Dénaturation complète par la chaleur des diverses fractions protéiques du lait de vache. (Lubin, 1998)

Protéines	Dénaturation	
	Température °C	Durée
Immunoglobulines	74	15 secondes
Sérum-albumine	84	15 secondes
$\beta$ -lactoglobuline	86	15 secondes
$\alpha$ -lactalbumine	100	5 minutes
caséine	125	> 60 minutes

### *Les milieux de culture utilisés*

La composition des milieux de culture (dans 1 litre) : (Guiraud et Galzy, 1980)

**1. BCPL (bouillon) :** bouillon lactosé au pourpre de bromocrésol

- Peptone .....5 g
  - Extrait de viande.....3 g
  - Lactose.....10 g
  - Pourpre de bromocrésol .....25 g
- pH = 7

**2. BCPL (gélose) :** gélose lactosée au pourpre de bromocrésol

- Peptone ..... 5 g
  - Extrait de viande.....3 g
  - Lactose.....10 g
  - Pourpre de bromocrésol .....25 g
  - Gélose.....15 g
- pH = 7

**3. B L B V B:** bouillon lactosé bilié au vert brillant

- Bile de bœuf déshydratée ..... 20 g
  - Lactose .....10 g
  - Peptone .....10 g
  - Vert brillon.....13,5 mg
- pH = 7

**4. OGA (gélose au milieu) :**

- Extrait de levure.....5 g
  - Glucose.....20 g
  - Gélose.....16 g
- pH = 7

**5. PCA :** « plat e count agar » gélose glucosée à l'extrait de levure.

- Tryptone.....5,0 g
  - Extrait autolytique de levure.....2,5 g
  - Glucose.....1,0 g
  - Agar bactériologique.....12,0 g
- pH = 7

#### 6. Rothe:

- Peptone.....20g
- Glucose.....5g
- Chlorure de sodium..... 5g
- Phosphate bipotassique.....2,7g
- Phosphate monopotassique.....2,7g
- Azide de sodium.....0,2g

pH = 7

#### 7. TSC : Tryptone-Sulfite-Cyclosérine

- Tryptone.....15,0 g
- Peptone papaïnique de soja .....5,0 g
- Extrait autolytique de levure .....5,0 g
- Métabisulfite de sodium ..... 1,0 g
- Citrate ferrique ammoniacal.....1,0 g
- D-cyclosérine .....0,4 g
- Agar agar bactériologique.....15,0 g

pH = 7,6

#### 8. VF : viande- foie

- Extrait viande –foie..... 30g
- Glucose .....2g
- Amidon .....2g
- gélose.....12g

pH = 7

#### 9. VRBG : gélose glucosé bilié au cristal violet et au rouge neutre.

- Peptone.....7g
- Extrait de levure.....5g
- Sels biliaires.....1, 5g
- Glucose.....10g
- Chlorure de sodium.....5g
- Rouge neutre.....30g
- Cristal violet.....2g
- Gélose.....12g

pH = 7,4



**Tableau VII** : Table NPP de Mac Grady. (Guiraud, 2003)

Nombre de tubes positifs	NPP par gramme	Limite de confiance	
		99%	95%
0	< 4	<1	1
1	4	32	24
2	11	2	3
3	>11	64	48

**Tableau XI** : Table de Mac Grady pour dénombrement de germes par méthode NPP.  
(Guiraud, 2003)

Nombre de tubes positifs			NPP	Limites de confiance à 95%	
3 de 10 ml	3 de 1 ml	3 de 0,1 ml	(pour 100 ml)	Inférieur	Supérieur
0	0	1	3	< 1	9
0	1	0	3	< 1	13
1	0	0	4	< 1	20
1	0	1	7	1	21
1	1	0	7	1	23
1	1	1	11	3	36
1	2	0	11	3	36
2	0	0	9	1	36
2	0	1	14	3	37
2	1	0	15	3	44
2	1	1	20	7	89
2	2	0	21	4	47
2	2	1	28	10	149
3	0	0	23	4	120
3	0	1	39	7	130
3	0	2	64	15	379
3	1	0	48	7	210
3	1	1	75	14	230
3	1	2	120	30	380
3	2	0	93	15	380
3	2	1	150	30	440
3	2	2	210	35	470
3	3	0	240	36	1300
3	3	1	460	71	2400
3	3	2	1100	150	4800

## *Matériels et Réactifs*

### ➤ Section physico-chimie.

#### Matériels :

- Bain d'huile thermostaté à 140 °C.
- Bain-marie (67 °C et 100 °C).
- Balance analytique.
- Balance de précision.
- Bâtonnet pour mélanger.
- Bêchers 100 ml à 200 ml.
- Broc en inox de 1 litre de capacité.
- Burette graduée de 0,1 ml et 25 ml.
- Butyromètre de TEICHERT « 0 – 35% »
- Butyromètre.
- Centrifugeuse Gerber (1200 tr/min).
- Coupelle en aluminium.
- Dessiccateur à infrarouge muni d'une balance de précision (type Précisa HA300).
- Distributeur automatique délivrant 1 ml d'alcool iso amylique.
- Distributeur automatique délivrant 10 ml d'acide sulfurique.
- Entonnoir.
- Éprouvette de 250 ml.
- Firole conique de 250 ml.
- Firole de 100ml.
- Gant, Masque.
- Lactodensimètre.
- Papier filtre de diamètre 75 à 150 mm.
- pH-mètre.
- Pince.
- Pipette 2 ml, 5 ml, 10 ml et 25 ml.
- Pipette de 10 ml graduée en ml.
- Pipette jaugée de 10 ml.
- Portoir en inox.
- Portoir.
- Réfractomètre digital.
- Sable de fontainebleau tamisé et séché.
- Spatule.
- Thermomètre à alcool (-10 à +100°C).
- Thermomètre digital (0 à 100°C).
- Tubes à essais avec bouchons.
- Tubes à essais.

#### Réactifs :

- Acide sulfurique (masse volumique  $\rho=1,82$  g/ml concentration 91%).
- Alcool iso amylique (masse volumique  $\rho=0,81$  g/ml)
- Chlorures de sodium NaCl.
- Eau distillée.
- Éthanol : 85°GL
- Hydroxyde de sodium : solution titrée à 0,111 mol/L (dite soude dornic).
- L'indicateur coloré NET.
- Solution de phosphate mono potassique  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (dihydrogénophosphate de potassium à : 68,1g par litre d'eau distillée).
- Solution EDTA à 0.02N.
- Sulfates d'ammonium.
- Tampon Ammoniacal pH 10.

➤ *Section microbiologie.*

**Matériels et réactifs :**

- Agitateur.
- Autoclave.
- Bain-marie.
- Balance.
- Bec bunsen.
- Boite de pétri.
- Cloche de DURHAM
- Étuves.
- Flacon 150 ml – 250 ml.
- Milieu OGA.
- Milieu BLBVB.
- Milieu VF.
- Milieu B L B V B.
- Milieu BCPL (bouillon).
- Milieu BCPL (gélose).
- Milieu TSC.
- Milieu VRBG.
- Papier absorbant imbibé d'alcool.
- pH mètre.
- Pipettes (1, 2, 5, 10 ml).
- Pipettes graduées stériles 1,2, 5 et 10ml.
- Seringues stériles
- Solution de Ringer
- Tubes à essais ‘ 18 x 180).

**Tableau XXXII** : Résultats de corrélation entre les cinq lots.

	<i>Lot 1</i>	<i>Lot 2</i>	<i>Lot 3</i>	<i>Lot 4</i>	<i>Lot 5</i>
Lot 1	1,00000				
Lot 2	1,00000	1,00000			
Lot 3	1,00000	1,00000	1,00000		
Lot 4	1,00000	0,99999	1,00000	1,00000	
Lot 5	1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	1,00000