

Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle  
En vue de l'obtention du diplôme

**MASTER**

*Thème*

**Etude comparative de la DLC entre un  
beurre lactique sans conservateurs et un  
beurre reconstitué avec conservateurs  
entreposés à 5 °C**

Présenté par :  
**BELLOUZE Linda & FENGAL Nadjah**  
Soutenu le : 29 Juin 2019

Devant le jury composé de :

Mme ARKOUB Warda	MCA	Présidente
M.BETTACHE Azzedine	MCA	Encadreur
Mme KERAMANE Badria	MAA	Examinateuse
M. DJEMAOUN Lounis		Invité

**Année universitaire : 2018 / 2019**

## *REMERCIEMENTS*

*Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant,  
qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce  
Modeste travail.  
« Dieu merci »*

*Nos sincères remerciements et gratitudes s'adressent tout  
particulièrement à Monsieur **BETTACHE** pour son aide, ses  
orientations et ses conseils qu'il nous a prodigué tout au long de ce  
travail. Nous le remercions pour son ouverture d'esprit et sa grande  
disponibilité, pour nous avoir suivies et acceptées et pour avoir dirigé  
ce travail qu'il a illustré par ses précieux conseils.*

*On exprime nos profondes et respectueuses gratitudes  
à Madame **ARKOUB** qui nous a fait l'honneur de présider notre jury.  
Ainsi qu'à l'examinatrice Mme **KERAMANE** d'avoir accepté  
d'examiner notre travail.*

*Nous ne manquerons pas de signaler l'accueil, la gentillesse, le  
respect et la collaboration de l'ensemble du personnel de laboratoire  
de microbiologie et physicochimie de Cevital.  
Particulièrement **DJEMAOUN Lounis**, et Mlle **ZIANI Nadia** qui ont  
mis à notre disposition toutes les conditions nécessaires  
pour la réussite de ce travail.*

*Et Enfin, nous tenons à remercier l'ensemble des enseignants (tes) qui  
ont contribué à notre formation et aussi à tous ceux qui nous ont aidés  
de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

## *DEDICACES*

*Je dédie ce travail à Mes très chers parents, mes frères et mes sœurs.  
Que Dieu les protège*

*A toute la famille BELLOUZE, à toutes les personnes qui me sont chères  
je dédie ce travail.*

***Linda***

## *DEDICACES*

*Je dédie ce travail à mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études, aux quels je ne rendrai jamais assez « Que Dieu les protège »*

*A mes chers frères et mes sœurs pour leur encouragement permanent, et leur soutien moral.*

*A tous mes amis(es), mes copines et tous ce qui me connaissent de loin ou de près.*

***Nadjah***

## Sommaire

## Liste des tableaux et des figures

Introduction.....	01
-------------------	----

**Chapitre I : Synthèse bibliographique**

1. Définition du beurre.....	02
2. Composition du beurre.....	02
3. Qualité nutritionnelle.....	02
4. Qualité organoleptique.....	03
5. Variétés du beurre.....	03
6. Etapes de fabrication du beurre lactique.....	04
7. Composition et procédé de fabrication du beurre reconstitué.....	06
7.1. Composition du beurre reconstitué.....	06
7.1. 1. La phase aqueuse.....	06
7.1.2. La phase grasse.....	07
7.2. Etapes de fabrication de beurre reconstitué.....	08
8. Date limite de conservation.....	09
8.1. Les facteurs influençant la durée de conservation.....	09
8.1.1. Altération de la matière grasse laitière.....	09
8.1.2. Microorganismes recherchés dans le beurre.....	10
8.1.3. Altération physique.....	11
8.1.4. Altération organoleptique.....	11

**Chapitre II : Matériel et méthode**

1. Prélèvement .....	12
2. Analyse sensorielle.....	13
3. Analyses physico-chimiques.....	15
3.1. Matières premières.....	15
3.1.1. Lait reconstitué pasteurisé.....	15
3.1.2. L'eau de process.....	15
3.1.3. MGLA.....	17
3.1.4. Matière première du beurre lactique.....	18
3.2. Analyses physico-chimiques du beurre lactique et du beurre reconstitué.....	18
4. Analyses microbiologiques.....	21
4.1. Préparation de la solution mère.....	21
4.2. Germes recherchés.....	22

4.2.1. Recherche et dénombrement de la flore mésophile totale à 30 °C.....	22
4.2.2. Recherche et dénombrement des coliformes .....	22
4.2.3. Recherche et dénombrement d' <i>E. coli</i> .....	23
4.2.4. Dénombrement des staphylocoques à coagulase positive.....	23
4.2.5. Recherche et dénombrement de <i>salmonella</i> .....	24
4.2.6. Recherche des anaérobies sulfito réducteurs.....	24
4.2.7. Recherche et dénombrement de <i>Listria monocytogenes</i> .....	24
4.2.8. Recherche et dénombremnts des entérobacteriaceae.....	25
4.2.9. Recherche et dénombrement des entérocoques .....	26
<b>Chapitre III : Résultats et discussion</b>	
1. Résultats d'analyse sensorielle.....	27
2. Résultats d'analyses physico-chimiques.....	27
2.1. Matières premières.....	27
2 .1.1. Lait reconstitué pasteurisé.....	27
2.1.2. MGLA.....	28
2.1.3. L'eau de process .....	29
2.1.4. Matière première de beurre lactique .....	30
2.2. Résultats d'analyses physico-chimiques du beurre lactique et du beurre reconstitué.....	31
3. Résultats d'analyses microbiologiques.....	34
3.1. Matières premières de beurre reconstitué.....	35
3.1.1. MGLA.....	35
3.1.2. Lait reconstitué pasteurisé.....	35
3.1.3. L'eau de process .....	36
3.2. Résultats d'analyses microbiologiques de matière première et produit fini du beurre lactique et le beurre reconstitué.....	37
Conclusion et perspectives.....	40
Annexes	
Références bibliographiques	

## Liste des abréviations

**MGLA:** Matière grasse laitière anhydre.

**ASR:** anaérobies sulfito-réducteurs.

**pH:** Potentiel d'Hydrogène.

**VRBL:** gélose lactosée biliée au cristal violet et au rouge neutre.

**VRBG :** Gélose à la bile, au cristal violet et au glucose.

**TSYAE :** Gélose Tryptone Soja Extrait de Levure.

**RVS :** Bouillon RAPPAPORT-VASSILIADIS Soja.

**MKTTn:** Bouillon de MULLER-KAUFMANN au Tétrathionate-Novobiocine.

**ISO:** International Standard Organisation.

**XLD :** Xylose-Lysine-Désoxycholate.

**CE :** Comité Européen.

**PCA:** Plat Count Agar.

**S. aureus :** *Staphylococcus aureus*

**L. monocytogenes :** *Listeria monocytogenes*

**E. coli :** *Escherichia coli*

**TSAYE:** gélose Tryptone Soja Extrait de Levure.

°**D** : degré Dornic.

**K I :** Iode de potassium.

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

**DLC :** Date Limite de Consommation.

**NET :** Noir Erichrome T.

**EDTA :** Acide éthylène –diamine tétracétique.

**GC :** Giolitti Cantoni.

**TA :** Titre alcalimétrique.

**TAC :** Titre alcalimétrique complet.

**TH :** Titre hydrométrique.

## Liste des tableaux et des figures

N°	Tableau	page
<b>I</b>	Composition du beurre	02
<b>II</b>	Echantillonnage et types d'analyses effectuées	12
<b>III</b>	Résultats des analyses physico-chimiques du lait reconstitué pasteurisé.	28
<b>IV</b>	Résultats des analyses physico-chimiques de MGLA	28
<b>V</b>	Résultats des analyses physico- chimiques d'eau de process	29
<b>VI</b>	Résultats des analyses physico-chimiques de matière première de beurre lactique	30
<b>VII</b>	Résultats des analyses physico-chimiques de beurre lactique et beurre reconstitué	31
<b>VIII</b>	Résultats des analyses physico-chimiques des matières premières	34
<b>IX</b>	Résultats des analyses microbiologiques du beurre lactique et du beurre reconstitué	37
<b>Figure</b>		
<b>01</b>	Analyses physico- chimiques et microbiologiques des matières premières et produits finis	14
<b>02</b>	Histogramme de l'indice de peroxyde des deux beurres	33
<b>03</b>	Courbe d'acidité de beurre reconstitué avec conservateur	34
<b>04</b>	Courbe d'acidité de beurre lactique sans conservateur.	34

# Introduction

Comme produit de la vie, le lait occupe une place de choix dans notre société moderne grâce à l'étonnante variété de ses dérivés (**Nassef., 2001**). Environ 75% du lait collecté est transformé en produits laitiers, qui vont du lait de consommation aux crèmes desserts, en passant par le beurre et les fromages (**Zagorec et al., 2013**).

L'écrêmeuse centrifuge était sans doute l'une des plus importantes inventions en industrie laitière, élaborée en 1877 par l'ingénieur suédois De Laval. En effet jusqu'à l'évènement de l'écrêmeuse, on recueillait la crème après un écrémage spontané ou naturel (**Carole, 2010**). Le beurre est un produit laitier gras qui contient réglementairement un minimum de 82% de la matière grasse. Il est obtenu exclusivement par barattage soit de la crème, soit du lait ou de ses sous-produits (**Christian and Ducauze., 2003**).

Le beurre est l'un des plus anciens produits laitiers (**Lee., 2018**). Étant donné que la crème et le beurre sont des produits à haute teneur en matière grasse, ils sont plus sensibles à la détérioration protéolytique et lipolytique causée par les enzymes thermostables des bactéries psychrotropes (**Kornacki and Flowers., 1998**). Bien que, l'amertume et la saveur peuvent également être mises au point par leur capacité à hydrolyser des protéines de lait (**McPhee and Grffiths., 2002**).

L'objectif du travail effectué au niveau de l'unité margarinerie de Cevital déroulé sur une période de 03 mois vise à suivre la DLC de deux types de beurre, par l'étude de la qualité physico-chimique et microbiologique du beurre lactique et du beurre reconstitué, à partir de leurs matières premières jusqu'aux produits finis, permettant ainsi de déterminer les origines des altérations pouvant apparaître dans ces produits.

Le présent manuscrit est répartie en trois parties :

La première partie est consacrée à la synthèse bibliographique où sont exposées des généralités sur le beurre, la composition et le procédé de fabrication du beurre reconstitué et du beurre lactique, finalement les altérations microbiologiques du beurre.

La deuxième partie expose l'ensemble des méthodes expérimentales mises en œuvre pour l'analyse physicochimique et microbiologique du beurre.

Les résultats obtenus sont présentés, déterminés et discutés par la troisième partie au cours de cette étude avant de finaliser par une conclusion et quelques perspectives.

# **Synthèse Bibliographique**

## 1. Définition du beurre

Le mot beurre vient de *bou-tyron*, ce qui semble signifier « cowcheese » en grec (**Michael et al., 2008**).

Le beurre est défini par l'article du décret du 30 septembre 1988 et le règlement CE n° 2991/94 du 5 septembre 1994. La dénomination beurre est réservée au produit de type émulsion d'eau dans la matière grasse dont les constituants sont d'origine laitière et obtenus par des procédés physiques.

Selon le codex alimentaire, c'est un produit gras drivé exclusivement de lait et/ou produit issu du lait sous la forme émulsion type eau dans l'huile (**FAO/WHO., 2007**).

Il est composé de 80 à 81% de matière grasse de lait, de 16% à 17% d'humidité, 1% d'hydrates de carbone et de protéines, et 1,2 à 1,5 % de chlorure de sodium (**Kornacki et al., 2001**).

## 2. Composition du beurre : FAO (1995)

**Tableau I : Composition du beurre.**

Composants	Valeurs
Eau	16 % maximum
Matière sèche dégraissée (lactose, protéines, minéraux)	2 % maximum
Protéines	0,6 %
Glucides	0,4 %
Lipides	82 %
Cholestérol	220-280 mg
Calcium	16 mg
Carotène	0,3-0,9 mg
Vitamine A	0,4-1,05 mg
Energie	755cal = 3150 Kj

## 3. Qualité nutritionnelle

Les lipides du beurre sont des glycérides possédant :

-65 % d'acides gras saturés.

-35 % d'acides gras insaturés.

15 % d'acides gras sont à chaîne courte et moyenne particulièrement digestes et 3 % à 5% des acides gras poly-insaturés essentiels (acide linoléique et linolénique). Le beurre est la seule matière grasse qui apporte de la vitamine A en quantité notable (une ration journalière de 24 g couvre environ 30 % des besoins en vitamine A). Son faible point de fusion le rend digeste, un temps de séjour dans l'estomac plus faible que celui des autres matières grasses animales et une vitesse d'absorption plus grande (**Jeantet et al., 2008**).

### 4. Qualité organoleptique

Les caractéristiques organoleptiques changent selon la saison. Un beurre de printemps fait avec du lait de vache nourris à l'herbe aura ainsi plus d'arôme et une texture plus tartinable. En effet, la race de vache et le fourrage influent sur la composition en acides gras. Aussi la texture du beurre est fonction des rapports entre la matière grasse liquide et la matière grasse solide (**Cossut et al., 2002**).

### 5. Variétés de beurre

**5.1. Beurre fin** : c'est un beurre pasteurisé obtenu à partir d'un mélange de crème pasteurisé et de crème surgelée ou congelée. La proportion de mélange ne peut pas dépasser 30%. En faisant la teneur en matière grasse du beurre (**Acem., 2016**).

**5.2. Beurre concentré** : un beurre pasteurisé, dont on a éliminé par fonte douce, décantation, centrifugation pratiquement toute la matière sèche non grasse. Il contient au minimum 99.8% de matière grasse laitière anhydre (MGLA) (**Acem., 2016**).

**5.3. Beurre de cuisine** : ou beurre cuisinier, provient exclusivement de matière grasse laitière après élimination quasi-totale de l'eau et de la matière sèche non grasse par des procédés physiques, et contient au minimum 96 grammes de matière grasse pour 100 grammes de produit fini (**Luquet., 1990**).

**5.4. Beurre allégé** : une émulsion obtenue par des procédés physiques à partir des constituants d'origine laitière, et dont la teneur en matière grasse est au moins égale à 41 grammes et au plus à 65 grammes pour 100 grammes de produit fini (**Luquet., 1990**).

**5.5. Beurre aromatisé** : produit en mélangeant des herbes et/ou des épices (**Tamime., 2009**).

**5.6. Beurre lactique:** est un produit gras, non salé, dérivé exclusivement du lait de vache à 82 % de MG, sous forme d'une émulsion de type eau dans l'huile.

## 6. Etapes de fabrication du beurre lactique

### 6.1. Ecrémage centrifuge

Réalisé dans une écrèmeuse. L'opération est rapide, continue et assure le passage dans la crème de la quasi-totalité de matière grasse. L'écrèmeuse comprend un récipient appelé bol, généralement sous forme cylindro conique, tournant à grande vitesse. Le lait entier, porté à la température de 30°C à 40°C, est introduit à la base au centre du bol rotatif. Sous l'action de la force centrifuge, les globules gras se dirigent vers l'axe de rotation et entraînés avec une petite quantité de lait vers la sortie (**FAO., 1995**).

### 6.2. Pasteurisation de la crème

La pasteurisation de la crème est essentielle à la destruction des micro-organismes pathogènes et à l'inactivation d'enzymes thermorésistantes (lipases, protéases). L'intensité du traitement thermique varie de 85 à 110°C pendant 15 à 20 secondes (**Mahaut., 2008**).

La crème pasteurisée est refroidie, et au cours de son refroidissement on possède au dégazage sous vide, pour extraire les bulles d'air et éliminer les mauvaises odeurs (**Corinne., 1989**).

### 6.3. Ensemencement de la crème

Son élaboration nécessite l'ensemencement à hauteur de 0,5 % environ par un levain lactique constitué d'une association de souches acidifiantes, aromatiques (*Lactococcus lactis* subsp. *lactis cremoris*, *Lactoccus lactis* subsp. *lactis diacetylactis*) et parfois épaississantes (*Leuconostoc*) (**Jeantet et al, 2007**)

### 6.4. Maturation

#### 6.4.1. Maturation biologique

La phase de maturation se déroule sur une durée de 12 à 18h à une température comprise entre 12 et 22°C (**Jeantet et al, 2007**). Consiste à développer dans la crème, par l'intermédiaire de levains lactiques sélectionnés :

-Une acidité favorable à la déstabilisation de l'émulsion de matière grasse et à la conservation du beurre.

-La formation de composés aromatiques, notamment le diacétyle responsable d'un goût de noisette caractéristique, indispensables à la fabrication du beurre (**Ramet., 1993**).

### 6.4.2. Maturation physique

La température de maturation ainsi que la température de refroidissement de la crème après maturation et avant barattage conditionnent l'état physique de la matière grasse. Elles règlent la proportion de la matière grasse à l'état liquide ou solide qui influe sur la consistance du beurre. Lorsque la température est basse, la totalité de la matière grasse se trouve à l'état solide, le beurre obtenu sera dur. Inversement, une élévation de température va entraîner la fusion partielle ou totale de la matière grasse du noyau des globules gras ; le beurre obtenu sera plus mou.

La vitesse de refroidissement de la crème influence également la consistance du beurre en déterminant la taille des cristaux de matière grasse. Si le refroidissement est rapide, les cristaux de matière grasse apparaissent en grand nombre et restent petits ; le beurre obtenu sera souple, au contraire, si le refroidissement est lent, il y a formation de gros cristaux, peu nombreux, le beurre obtenu sera cassé (**Ramet., 1993**).

### 6.5. Barattage

Le barattage consiste à soumettre le liquide à des chocs brusques et multipliés pour souder les globules gras (**Larbalétrier., 2015**). La crème est agitée et, éventuellement, des granules de beurre se forment, grossissent et fusionnent (**Michael et al., 2008**).

### 6.6. Lavage

Le lavage des grains de beurre se fait à plusieurs reprises avec une eau parfaitement propre et a pour but d'éliminer le mieux possible le lactose et les matières protidiques. Si ce lavage des grains de beurre n'est pas fait correctement, les traces restantes de lactose et de caséine, avec le vieillissement entraîne une prolifération de bactéries qui favorisent le rancissement (**Corinne., 1989**).

### 6.7. Malaxage

Opération traditionnelle de la fabrication du beurre qui consiste, après le barattage et le délaitage, à purger le beurre des dernières traces de babeurre et de l'eau de lavage qu'il contient. Le malaxage contribue à l'homogénéisation du produit fini (**Clément., 1978**).

### 6.8. Salage

Il est réalisé pendant le malaxage par addition de sel fin et pur ou de saumure saturée en sel. Il agit comme exhausteur de goût et à une action bactériostatique. Cependant il favorise l'oxydation de la matière grasse et rend difficile la bonne répartition de l'eau (**Acem., 2016**).

### 6.9. Conditionnement

La motte de beurre peut être moulée dans des moules en matière plastique ou en bois puis emballée dans du papier sulfuré ingraissable. Il existe des pousoirs à beurre pour le conditionnement en plaques de 250g, 500g et 1kg (**Raiffaud., 2017**).

## 7. Composition et procédé de fabrication de beurre reconstitué

### 7.1. Composition de beurre reconstitué

#### 7.1.1. La phase aqueuse

**L'eau :** elle est le constitué le plus important de la phase aqueuse. Les autres ingrédients y sont dissous ou dispersés, elle doit être pure de bon goût et bactériologiquement saine (**Karleskinnd., 1992**).

**Lait:** le lait additionné pasteurisé et refroidi, ne possède qu'un arôme très faible et nettement insuffisant pour l'aromatisation (**Karleskinnd., 1992**).

#### Ingrédients solubles dans la phase aqueuse

- **Conservateurs:** des substances qui prolongent la durée de conservation des denrées alimentaires en les protégeant des altérations dues aux micro-organismes (**Béatrice et al., 2017**).

**Acide acétique :** sont des acétates et sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire comme additif alimentaire en tant qu'acidifiant et agent antimicrobien (**Manfred and Nicolle., 2008**).

**Acide sorbique :** ou le sorbate de potassium peut être utilisé pour inhiber la croissance des agents pathogènes d'origine alimentaire et, par conséquent, pour la conservation des aliments. De plus, leurs effets antimicrobiens pourraient être renforcés en présence de NaCl et d'un pH bas (**Zare et al., 2014**).

- **Sel** : la quantité de sel à ajouter est basée sur une estimation de la quantité de sel dans le produit fini. Le sel utilisé pour le salage du beurre doit être de bonne qualité, exempts de matières étrangères insolubles et bactériologiquement stériles, la quantité de sel nécessaire est dissoute dans de l'eau (salage à l'eau salée)(**Mehta et al., 2009**).
- **Correcteurs du pH** : l'acide lactique et sels de potassium, acide citrique (**Dostálková., 2003**).

### 7.1.2. La phase grasse

#### La matière grasse laitière anhydre (MGLA)

Un produit gras provenant exclusivement du lait et/ou de produit obtenu à partir du lait au moyen de procédés entraînant l'élimination quasi totale de l'eau et de l'extrait sec non gras (**FAO., 1995**).

Elle doit contenir au minimum 99.8% de MG. Elle est obtenue à partir de la crème ou du beurre par élimination de l'eau et des matières sèches non grasses par décantation ou par centrifugation (**Michel et al., 2000**).

#### 7.1.2.2. Ingrédients liposolubles dans la Phase grasse

##### • Emulsifiants

Sont des substances qui, ajoutées à une denrée alimentaire permettent de réaliser ou de maintenir le mélange homogène de deux ou plusieurs phases non miscibles telle que l'huile et l'eau (**Beatrice., 2017**).

Parmi les émulsifiants qui vont permettre une bonne dispersion de la phase aqueuse, améliorant à la fois les performances et la stabilité bactériologique du produit ; des mono et diglycérides d'acides gras (E471), des lécithines (E322). Décret n°88-1204 du 30 décembre 1988 modifié réglementant la fabrication et la vente des beurres et de certaines spécialités laitières.

- **Arômes** : ils sont également interdits, à l'exception du diacétyl (obtenu par fermentation ou par synthèse) sa dose est très faible de l'ordre de 0.1 mg pour 100g. elle est peu générée par le lait (**Acem., 2016**).
- **Colorants** : la couleur est une qualité sensorielle par laquelle les aliments sont sélectionnés ; la couleur donne des informations sur la qualité, l'état sanitaire et même la texture (**Herrero et al., 2013**). Pour améliorer l'aspect, selon L'arrêté précité du 2 octobre 1997 les colorants autorisés sont les caroténoïdes ( $\beta$ -carotène).

- **Vitamines** : La vitamine A et ses esters, vitamine D, vitamine E et ses esters, autres vitamines (**Dostálová., 2003**).

### 7.2. Etapes de fabrication de beurre reconstitué

**7.2.1. Préparation de la phase aqueuse** : elle contient du lait écrémé ou du petit-lait et de l'eau pasteurisée. On y ajoute du sel (pour rehausser le goût) et de l'acide citrique (pour corriger le degré d'acidité, donner un goût frais au produit et prolonger son temps de conservation) (**Aboiron et Hameury., 2004**).

Les arômes, colorants, vitamines, sel et conservateurs sont ajoutés au mélange avant l'émulsification à 45 °C. L'émulsifié est pasteurisé à 80-85°C pendant 2 à 3 s, puis il est laissé pour cristallisation à 4-5 °C (**Ghoddusi., 2014**).

#### 7.2.2. Préparation de la phase grasse

MGLA, émulsifiants, colorant, vitamines et arômes.

#### 7.2.3. Préparation de l'émulsion

L'émulsion est le résultat de la combinaison entre la phase aqueuse, la phase grasse et l'émulsifiant, mélangés par la suite dans le bac d'émulsion. A l'aide d'une pompe d'émulsion, le mélange (émulsion) passe vers le pasteurisateur à une température de 80°C. Ensuite, il passe vers le combinateur à une température de 45° C grâce à la pompe de haute pression (**Robert and Whitehurst., 2004**).

#### 7.2.4. Pasteurisation

Pour la pasteurisation d'émulsions un traitement à 80 °C c'est effectué, en utilisant des échangeurs de chaleur à surface aclée. La pasteurisation de la phase aqueuse ou de l'émulsion liquide améliore la stabilité et la durée de conservation (**Kanes., 2014**).

#### 7.2.5. Refroidissement, cristallisation

L'émulsion préparée est envoyée dans le cylindrerefroidisseur où sous l'effet du froid intense de l'ordre de 15°C qui provient des parois elle fige et cristallise (**Aboiron and Hameury., 2004**). La cristallisation de la phase grasse à une température <0°C selon la zone de fusion. Emprisonner les gouttelettes de phase aqueuse (**Branger et al., 2007**).

### 7.2.6. Malaxage

Le malaxage est le traitement visant à disperser uniformément l'air, le sel, dans la masse butyrique et de souder les graines de beurre de façon homogène. (**Mahaut., 2008**)

### 7.2.7. Conditionnement

Le beurre peut être emballé en vrac ou en paquets de 5 kg. Le matériau d'emballage doit être résistant à la graisse et à la lumière, arômes et substances aromatiques. Il devrait également être imperméable à l'humidité, le beurre est généralement enveloppé dans du papier d'aluminium. Après l'emballage il est transporté à l'entrepôt frigorifique.

## 8. Date limite de conservation

La durée de conservation est la période au cours de laquelle un aliment conserve sa sécurité et/ou sa qualité à des conditions raisonnablement prévisibles, distribution, entreposage et utilisation, la durée de conservation commence à partir du moment où l'aliment est produit et/ou emballé.

La validation de la durée de conservation du produit permet d'obtenir et de renseigner sur tous les éléments qui maintiendront sa salubrité et/ou sa qualité jusqu'à la fin de cette durée de vie. Nombreux facteurs influençant sur la durée de conservation peuvent être intrinsèques et extrinsèques (**Guillermo., 2010**).

### 8.1. Les facteurs influençant la durée de conservation

Les facteurs intrinsèques sont influencés par des variables tels que le type et la qualité des matières premières, la formulation et la structure des produits. Les facteurs extrinsèques sont les facteurs que le produit final rencontre lorsqu'il traverse la chaîne alimentaire (**Guillermo., 2010**).

#### 8.1.1. Altération de la matière grasse laitière

Le beurre se détériore rapidement s'il n'est pas maintenu au frais. Outre les défauts de sapidités dues aux composants solides non butyreux du lait, deux autres types d'anomalies de la saveur (goût de rance ou de suif) peuvent provenir de l'hydrolyse des glycérides ou de l'oxydation des acides gras du beurre (**Downey., 1970**).

##### 8.1.1.1. Oxydation

C'est une réaction chimique qui intervient lors de stockage de beurre, elle provoque la formation de peroxyde dont la dégradation libère des aldéhydes et des cétones responsables de

goût de suif. Elle est favorisée par de nombreux facteurs : lumière, température, acidité, NaCl, fer, cuivre (**Jeantet et al., 2007**).

La principale altération des matières grasses est l'oxydation des acides gras insaturés qu'elles renferment, le risque augmente avec le nombre de leur instauration (**Adrian et al., 1998**).

### 8.1.1.2. Lipolyse

Une hydrolyse de la matière grasse entraîne donc une altération de cette dernière. De ce processus, résulte l'accumulation des produits de dégradation. Ce sont les acides gras libres qui vont s'oxyder et entraîner des défauts de qualité organoleptique du beurre (goût rance) ou d'une saveur piquante et amère (**Cauty et al., 2009**).

## 8.1.2. Microorganismes recherchés dans le beurre

Les deux principaux types de détérioration microbiologique du beurre sont l'altération superficielle et l'hydrolyse. La microbiologie du beurre reflète la microflore présente dans la crème à partir de laquelle l'eau de lavage, le lisier de sel, les conditions sanitaires de l'environnement de traitement et l'équipement, les obstacles du procédé et les conditions d'entreposage (**Kornacki et Flowers., 1998**). Les microorganismes, déjà présentes dans le beurre, ainsi que toute entrée lors du retraitement et du conditionnement, sont potentiellement capables de croître pendant l'entreposage à des températures plus élevées que 0°C (**Varnamand et Sutherland., 2001**).

### 8.1.2.1. Les salmonelles

Bacilles à Gram négatif se développent à 37°C formant des colonies typiques ou moins typiques sur des milieux sélectifs. La législation en vigueur préconise l'absence totale de ce germe dans le produit (**Norme internationale ISO 6579/2002**).

Les salmonelles sont des bactéries toujours pathogènes provoquant des gastro-entérites (avec éventuellement de graves complications) et très fréquentes. Leur recherche et leur identification permettent de montrer le danger possible d'un produit (**Christiane J et Jean-noél J., 2010**).

### 8.1.2.2. *Listeria monocytogenes*

*Listeria* sont des bâtonnets ou coccobacilles à Gram positif, aux extrémités arrondies, de 0.4 à 0.5 µm de longueur, sporulés. Ils se présentent de manière isolée, associée en V, en chainettes ou palissades. La bactérie est non capsulée et sans granulation métachromatique.

*L. monocytogenes* est un psychrotrophe ubiquitaire capable de survivre dans des conditions de stress, froid et salin (**Anonyme., 2003 ; Sutra et al., 1998**).

### 8.1.2.3. *Staphylococcus aureus*

A la coloration de Gram, *S.aureus* apparaît sous forme de coques à Gram positif de 0,5 à 1 um de diamètre, associés par paires, en chainettes de 3 à 5 coques, ou en amas irréguliers en grappes de raisin. *S.aureus* est immobile et non sporulée(**Federighi., 2005**).

### 8.1.2.4. Enterobacteriaceae

Sont des bacilles ayant en moyenne 2 à 3 um de longueur et 0,6 um de largeur. Elles sont généralement mobiles grâce à des flagelles (**Bernard et al.,2002**). Elles fermentent le glucose avec ou sans production de gaz (**Derallas., 2007**).

### 8.1.3. Altérations physiques

Le pompage du beurre à travers de gros tuyaux en acier inoxydable peut entraîner des défauts de structure, un changement dans la taille et la distribution des gouttelettes d'eau. Le pompage du beurre peut également entraîner une augmentation de la teneur en air, ce qui entraîne une augmentation de l'oxydation, et la formation de " flocons".

Le beurre "fondu" en raison de la cohésion et de l'adhérence du beurre sur les parois des tuyaux. Le défaut du beurre lamellaire peut être évité en maintenant une faible teneur en air dans le beurre, généralement inférieure à 0,2 %(**Tamime., 2009**).

### 8.1.4. Les altérations organoleptiques

**8.1.4.1. Le rancissement :** dû à des lipases présentes dans la crème d'origine qui sont utilisées par des germes de pollution lipolytiques (présente dans le beurre) et qui libèrent alors des acides gras volatils (acide butyrique, caproïque...) responsables d'une odeur de rance, d'une couleur prononcée, de légères marbrures (superficielles ou intérieures) et d'une saveur légèrement piquante (**Fredot., 2017**).

**8.1.4.2. Le goût d'ammoniac :** cette saveur désagréable provient de la dégradation des protéines de la phase aqueuse par des germes de pollution protéolytique. C'est ainsi un indice d'une absence de soins lors de la fabrication (**Fredot., 2017**).

**8.1.4.3. L'altération générale du goût :** celle-ci est généralement due à l'alimentation des animaux qui a pu être défectueuse (**Fredot., 2017**).

# **Matériel et méthodes**

## Lieu de stage

Le présent travail a été réalisé au niveau du laboratoire de microbiologie et de physicochimie de Cevital-Bejaia.

## Méthodes d'analyses

### 1. Le prélèvement

- Pour un produit liquide (lait reconstitué pasteurisé, MGLA, eau de process) :

- Ouvrir le robinet et laisser couler le produit : lait, eau, MGLA.
- Fermer le robinet et verser l'alcool puis allumer une flamme pendant 1 à 2 min.
- Au même temps, on laisse la tige contenant le coton à l'extrémité allumée.
- Laisser couler le produit quelques secondes et flamber le tube avant remplissage de flacon.
- Renfermer le tube ou le flacon sous la flamme et fermer le robinet.

- Pour un produit fini solide (beurre) :

- Prendre un sachet propre et stérile, à l'aide d'une louche stérile, prélever aseptiquement une quantité suffisante à fin d'effectuer les analyses.

**Tableau II :** Echantillonnage et types d'analyses effectuées.

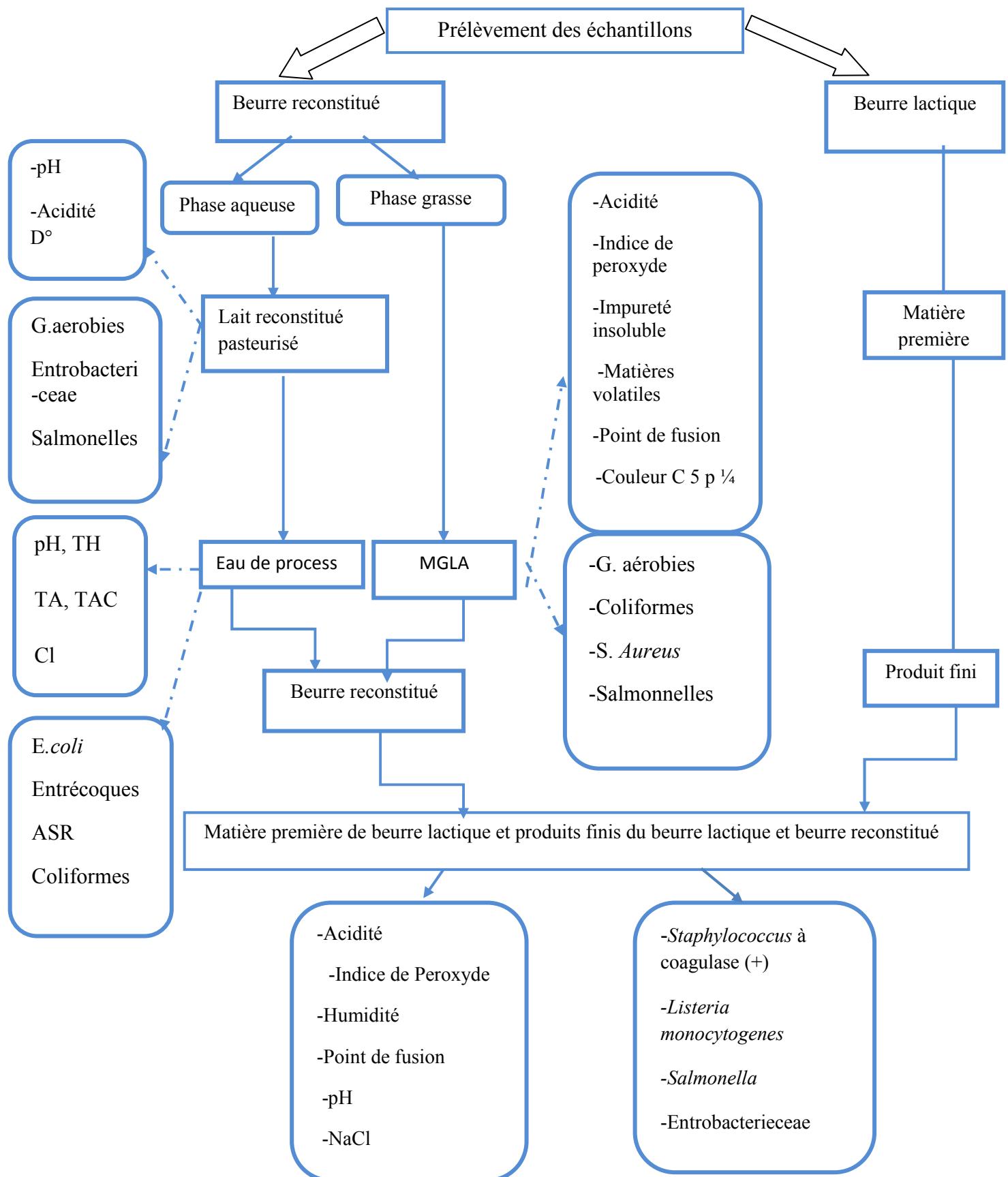
Paramètres Echantillons	Lieu de prélèvement	Nombre et quantité prélevée	Type d'analyse
Lait pasteurisé	Robinet aux niveaux de pasteurisateur	5 flacons de 250 ml	
Eau de process	Robinet au niveau de pasteurisateur	5 flacons de 250 ml	
MGLA	Robinet au niveau de la citerne de l'arrivée ou du tank pré stocké	5 flacons de 500 g	Analyses physico-chimiques et microbiologiques
Matière première de beurre lactique	Au niveau de l'arrivée de port au laboratoire de microbiologie.	5 flacons à partir de carton de 25kg	
Beurre lactique	Au niveau de chariot de récupération.	5 plaquettes de 5 kg	
Beurre reconstitué		5 plaquettes de 250 g	

### 2. Analyse sensorielle

Une analyse sensorielle a été appliquée pour les deux beurres par 15 personnes qui sont habituées à la dégustation du beurre, ces analyses ont été effectuées 4 fois pendant 3 mois après stockage au froid à 5°C.

Il s'agit d'une analyse sensorielle, axée sur la caractérisation de nos produits en fonction des appréciations d'un jury interne de CEVITAL, composé de 15 panélistes, qui avaient pour tâche d'évaluer quelques caractéristiques organoleptiques notamment la couleur, l'odeur et le goût.

La fiche de dégustation permet de porter un jugement qualitatif sur les deux beurres, et un classement des préférences est effectué par les dégustateurs.



**Figure 1 :** Analyses physico- chimiques et microbiologiques des matières premières et produits finis.

### 3. Analyses physico-chimiques :

Les analyses physico-chimiques ont été effectuées sur les deux types de beurre qui ont pour but de déterminer la qualité de la valeur fondamentale grâce aux tests et aux contrôles réalisés en permanence sur les matières premières et les produits finis.

#### 3.1. Matières premières

##### 3.1.1. Lait reconstitué pasteurisé

###### 3.1.1.1. Détermination de pH : (AFNOR 36-16, 1999)

L'électrode est lavée avec de l'eau distillée, l'étalonnage du pH-mètre a été effectué avec la solution d'hydrogénocarbonate de potassium.

On plonge l'électrode dans le lait à analyser et on le laisse jusqu'à la stabilisation de pH. Les valeurs du pH et la température sont affichées sur l'appareil.

###### 3.1.1.2. Détermination de l'acidité °D

On prend 10ml d'un échantillon de lait à analyser. Ajouter 2 à 4 gouttes de phénolphthaleine puis la titration est réalisée avec une solution de soude (1/9N) jusqu'à l'apparition d'un virage d'une couleur blanche à rose pale. Le volume de la soude titré et les résultats sont exprimés en degré Dornic (°D).

##### Expression des résultats

$$\text{Acidité } (\text{°D}) = V_{\text{NaOH}} \cdot 10$$

**V(NaOH)** : le volume de soude écoulé pour titrer 10ml de lait, et  $1^{\circ}\text{D}=0.1\text{g/l}$  de lactate.

##### 3.1.2. Eau de process

La mesure du pH se fait en plongeant la sonde du pH-mètre dans un Becher contenant une quantité d'eau à analyser.

###### 3.1.2.1. Titre hydrométrique (TH) : NA752-1989

Prendre 50 ml d'eau à analyser dans un Erlenmeyer et ajouter 2ml de la solution tampon ammoniacal ( $\text{pH} = 10$ ) et quelques gouttes du NET. Titrer avec l'EDTA (0,02 N) Jusqu'au changement de couleur.

##### Expression des résultats

$$\text{TH } (\text{°F}) = \text{chute} \times \text{N}_{\text{EDTA}} / \text{V} \times 1000$$

**Chute :** volume d'EDTA titré.

**N<sub>EDTA</sub> :** normalité de l'EDTA.

**V<sub>e</sub> :** volume de l'échantillon (la prise d'essai).

### 3.1.2.2. Le taux de chlorure (Cl<sup>-</sup>) : (ISO 9297 :1989(F))

Prendre 50ml d'eau à analyser dans un Erlenmeyer, ajouter quelques gouttes de chromate de potassium, titrer avec une solution AgNO<sub>3</sub> (0,02 N) jusqu'à l'apparition d'une couleur brune rougeâtre.

#### Expression des résultats

La concentration des ions de chlore est donnée par l'expression suivante :

$$[\text{Cl}] = \frac{\text{chute} \times M_{\text{Cl}} \times N_{\text{AgNO}_3}}{V}$$

**M<sub>Cl</sub>** = 35,54 g/mol

**Chute :** volume de solution nitrate d'argent qui a titré.

**N<sub>AgNO<sub>3</sub></sub>:** Normalité de nitrate d'argent.

**V :** volume de la prise d'essai.

### 3.1.2.3. Titre alcalimétrique (TA) : (NF T 90-036).

Introduire 50ml d'eau à analyser dans un Erlenmeyer, ajouter quelques gouttes de Phénolphthaleine, titrer avec une solution H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0,02 N) jusqu'à la disparition de la coloration rose et la solution finale devient transparente.

#### Expression des résultats

$$TA = \frac{V_2 \times N \times 1000}{V}$$

**V :** volume en millimètre de la prise d'essai.

**V<sub>2</sub>**: volume d'acide sulfurique.

**N** : normalité de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### 3.1.2.4. Titre alcalimétrique complet (TAC) : (NF T 90-036).

Utiliser la prise d'essai précédente pour vérifier que le TA est nul, deux gouttes de solution méthylorange étaient ajoutées. Titrer par l'acide H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0,04N) en agitant constamment jusqu'au virage de couleur (jaune ou jaune orange).

#### Expression des résultats

$$TAC = \frac{V_2 \times N \times 1000}{V}$$

V : volume en millimètre de la prise d'essai.

V<sub>2</sub> : volume d'acide sulfurique qui a titré.

N : normalité de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### 3.1.3. Matière grasse laitière anhydre

La mesure du pH, la détermination de l'acidité, l'indice de peroxyde et le point de fusion ont été effectués avec les mêmes paramètres d'analyse de beurre.

#### 3.1.3.1. Détermination de teneur en impureté insolubles ISO 663 :2007(F)

La quantité de poussière et autres matières étrangères insolubles dans le n-hexane ou l'éther de pétrole sont exprimées en pourcentage de masse.

Sécher le papier filtre dans l'étuve réglée à 103°C, peser 20g de la prise d'essai dans une fiole conique. Ajouter 200 ml de n-hexane ou d'éther de pétrole puis boucher la fiole et agiter. Laisser reposer pendant 30min à 20°C. Filtrer à travers le papier filtre placé dans un entonnoir approprié ou à travers le creuset filtrant. Rincer la fiole afin d'assurer que toutes les impuretés présentes sont entraînées sur le papier filtre ou dans le creuset filtrant.

**Expression des résultats :**

$$\text{Impureté} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

**m<sub>0</sub>** : la masse de la prise d'essai.

**m<sub>1</sub>**: la masse en grammes de la fiole avec filtre.

**m<sub>2</sub>** : la masse en grammes de la fiole avec papier filtrant, et la prise d'essai après filtration.

#### 3.1.3.2. Détermination de la teneur en matières volatiles (ISO 662 :1998)

Peser 2g de la prise d'essai, chauffer dans une plaque chauffante en élevant la température jusqu'à 90°C et en agitant constamment jusqu'au dégagement des bulles de vapeur. Répéter l'opération de chauffage plusieurs fois pour assurer l'élimination totale de l'eau, après le refroidissement dans le dessicateur. Peser la masse de Becher et la masse de la prise d'essai après chauffage.

**Expression des résultats**

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

**m<sub>0</sub>** : la masse de Becher en grammes.

**m<sub>1</sub>** : la masse de la prise d'essai avant chauffage.

**m<sub>2</sub>** : la masse, en gramme de Becher et la masse de la prise d'essai après chauffage.

### **3.1.4. Matière première de beurre lactique**

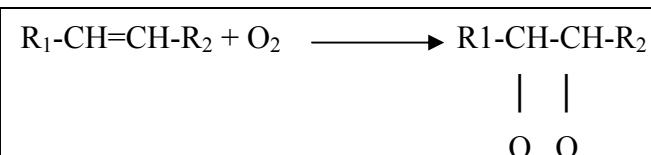
La mesure du pH et la détermination de l'acidité oléique, l'indice de peroxyde, le point de fusion, l'humidité et le taux de sels ont été effectuées avec les mêmes paramètres d'analyse de beurre.

### **3.2. Analyses physico-chimiques du beurre lactique et du beurre reconstitué**

### **3.2.1. Détermination de l'indice de peroxyde (IP) : (NE.1.2.429/1989)**

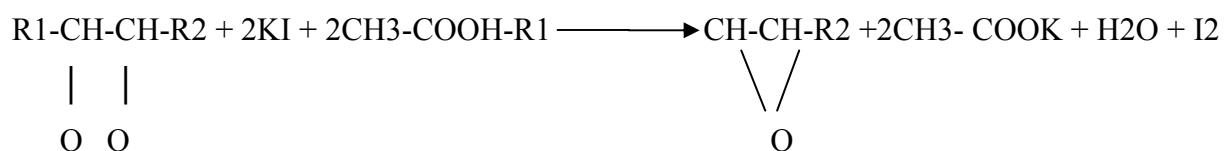
5 g de lamatière grasse du beurre sont mis en solution dans un mélange de 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique, ajouter 1ml de solution KI. Mettre le mélange au repos à l'abri de la lumière pendant 1min à une température comprise entre 15 et 25°C. Ajouter 75 ml d'eau distillée suivie par une agitation rigoureuse. La titration par une solution de thiosulfate de sodium (0,01 N) ; l'iode libéré en présence d'empois d'amidon comme indicateur. Les réactions sont les suivantes :

### Réaction de formation de peroxyde :



### **Acide gras insaturé**

## Réaction d'iodure de potassium en milieu acide :



$$\text{Peroxyde} + \text{Iodure de K}^+ + \text{acide acétique} \longrightarrow \text{peroxyde} + \text{sel de potassium} + \text{iode}$$



### **Expression des résultats :**

IP≡chute ×2

**Chute** : volume de solution thiosulfate de sodium (0,01 N) titré.

## 3.2.2. Détermination de l'Acidité :(ISO 660 Deuxième édition 1998-09-15)

- ✓ Pesar environ 10g de matière grasse de beurre dans un Becher.
- ✓ Ajouter 50ml d'éthanol préalablement neutralisé pour provoquer la dissociation de la matière grasse.
- ✓ Ajouter quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphthaléine).
- ✓ Titrer à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle persistante pendant 10 secondes d'environ en présence de quelques gouttes de phénolphthaléine.

**Expression des résultats :**

$$A\% = \frac{N \times V \times Macide\ oléique}{p} \times 100$$

**A** : acidité exprimée en %.

**N** : normalité du KOH utilisé (0.1 N).

**V (ml)** : volume du KOH utilisé.

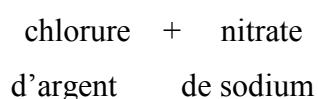
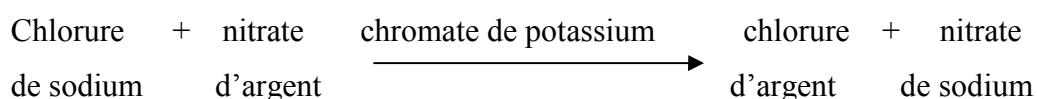
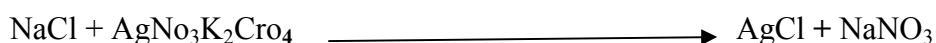
**M** : masse molaire de l'acide oléique (282 g/mole).

**p** : masse de la prise d'essai en g.

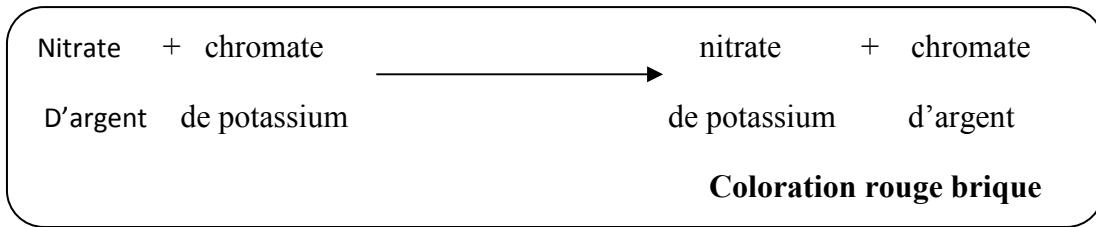
## 3.2.3. Détermination de taux de sel (ISO 1738 :1997(F))

Peser 5g de prise d'essai dans un Erlenmeyer, ajouter 100ml d'eau distillée froide chauffée jusqu'à l'ébullition, mélanger le contenu du récipient. Tout en mélangeant, refroidir le contenu de la fiole à la température 50°C pour éviter la coagulation de matière grasse, puis ajouter quelques gouttes d'indicateur chromate de potassium. Enfin on réalise une titration de la solution avec le nitrate d'argent.

Les réactions sont les suivantes :



**Précipité blanc**



**Expression des résultats :**

$$\text{Sel}(\%) = \frac{V \times N \times M \times C}{P_E}$$

**V** : la valeur numérique du volume, en millimètre, de la solution de nitrate d'argent pour le titrage la prise d'essai.

**N** : la normalité.

**P<sub>E</sub>** : la masse de prise d'essai en gramme.

**M** : la masse de NaCl équivalente à 1 ml de solution volumétrique titrée.

**C** : concentration de nitrate d'argent.

#### **3.2.4. Détermination du pH : (ISO7238 :2004)**

Faire fondre une quantité de beurre dans un Becher et récupérer la phase aqueuse afin de mesurer son pH.

#### **3.2.5. Détermination de l'humidité (NE.1.2.98/1988)**

Une prise d'essai de 2g était chauffée en élévant la température de la plaque chauffante jusqu'à 90°C, et en agitant soigneusement de temps à autres afin d'éviter la formation des gouttelettes d'eau aux parois du Becher (générer ainsi le phénomène d'éclaboussures) jusqu'au dégagement des bulles de vapeur. Répéter le chauffage plusieurs fois pour assurer l'élimination total de l'eau, laisser refroidir dans le dessicateur. Peser la masse en gramme de Becher et la masse de la prise d'essai après chauffage.

**Expression des résultats :**

$$H(\%) = \frac{(P_0 + P_1) - P_2}{P_0} \times 100$$

**P<sub>1</sub>** : le poids de la capsule et la prise d'essai avant chauffage.

**P<sub>2</sub>** : le poids de la capsule et la prise d'essai après chauffage.

**P<sub>0</sub>** : la prise d'essai en gramme (2g).

### 3.2.6. Point de fusion (ISO 6321 :2002(F))

Prendre un tube capillaire et le piquer dans le beurre (au minimum 1cm), le mettre au congélateur pendant 30min. Tenir le tube verticalement dans un Becher remplis d'eau distillée qui est posé sur une plaque chauffante. Remuer avec un thermomètre en attendant la fusion du beurre.

#### Expression des résultats

Dès que le beurre commence à fusionner ce dernier monte légèrement dans le tube capillaire, à ce moment-là on retire le thermomètre et la température de fusion en °C est notée.

### 4. Analyses microbiologiques

L'objectif de l'analyse microbiologique alimentaire consiste à vérifier par recherche ou dénombrement microbien la conformité des deux beurres et de s'assurer de leur propreté.

- **Prise d'essai**

L'échantillon représentatif mesuré (volume ou masse), prélevé sur l'échantillon au laboratoire pour servir à la préparation de la suspension mère.

- **Suspension mère : Norme internationale (ISO 6887-4/2003)**

Suspension, solution ou émulsion obtenue après qu'une quantité pesée ou mesurée du produit à analyser (ou de l'échantillon pour essai préparé à partir de ce produit) a été mélangé avec une quantité de diluant égale le plus souvent à 9 fois cette quantité de produit, en laissant se déposer les particules grossières, s'il y'en a.

- **Phase aqueuse :** Phase non grasse d'une prise d'essai mise en suspension dans un Diluant.

### 4.1. Préparation de la solution mère (Norme internationale ISO 6887-4/2003)

Une prise d'essai d'un emasse de 50g est prélevée aseptiquement à partir de l'échantillon à contrôler. Ajoute 36 ml du diluant (Solution Ringer 1/4). Placer les flacons au bain marie, réglé à  $45\pm 1^{\circ}\text{C}$  jusqu'à la fusion complète du produit, ce temps ne doit pas excéder 20 min. Agiter jusqu'à l'obtention d'une émulsion homogène; laisser reposer à une température ambiante, afin d'obtenir une bonne séparation de la phase grasse et de la phase aqueuse.

### 4.2. Les germes recherchés

#### 4.2.1. Recherche et dénombrement de la flore mésophile totale à $30^{\circ}\text{C}$ (ISO 4833/2003)

Cette méthode consiste à la recherche et le dénombrement de la totalité des micro-organismes: bactéries, levures ou moisissures. Le milieu de culture utilisé est la gélose PCA.

L'ensemencement a été réalisé en masse dans deux boites de Petri par la mise de 1 ml de la suspension mère avec la gélose PCA en surfusion (45°C). Une boite témoin a été préparée avec 15 ml de milieu pour vérifier sa stérilité. Après refroidissement, l'incubation des boites à 30°C, pendant 72h. Le comptage des colonies des boites contenant 15 à 300 colonies. Le nombre des germes (N) est exprimé en UFC/g du produit, en utilisant la formule suivante :

$$N = \frac{\Sigma C}{(n_1 + 0.1n_2) d}$$

N : nombre d'UFC par gramme ou par 1 ml de produit initial.

$\Sigma C$  : la somme des colonies comptées sur toutes les boites retenues.

$n_1$ : le nombre de boites retenues à la première dilution.

$n_2$ : le nombre des boites retenues à la seconde dilution.

d : le taux de dilution correspondant à la première dilution retenue.

### 4.2.2. Recherche et dénombrement des coliformes (ISO 4832 :2006)

Ensemencer 1ml de solution mère et des dilutions décimales dans le milieu VRBL. Après solidification, couler à la surface du milieu ensemencé environ4ml du milieu VRBL, incubation à 30°C pendant 24h±2h.

Sélectionner les boites de Petri ayant, si possible 10 au plus et moins de 150 colonies violacées à un diamètre minimal de 0.5 mm parfois entourées d'une zone rougeâtre due à la précipitation de la bile.

### Confirmation

Inoculer cinq colonies atypiques dans des tubes de BLBVB et incubation pendant 24±2h à 30°C.

### 4.2.3. Recherche et dénombrement d'E. coli (ISO11866-1 /1997)

On ajoute 1 ml de la suspension mère à 9 ml du bouillon lauryl sulfate simple concentration, dans des tubes à cloches de Durham préalablement dégazifiées. Incubation à 37°C pendant 24 à 48h.

S'il y a un résultat sur lauryl sulfate, le bouillon de confirmation (EC) est ensemencé à

partir des tubes qui présentent un trouble ou un dégagement gazeux. Incubation pendant 24-48h à 44 °C.

Les tubes positifs (dégarageement gazeux visible) sont soumis à la recherche d'indole par ensemencement des tubes d'eau peptonée. Après incubation à 44°C/24-48h, on ajoute quelques gouttes du réactif de Kovacs. La réaction positive (production d'indole) est constatée par l'apparition d'un anneau rouge dans les tubes d'eau peptonée.

### 4.2.4. Recherche et dénombrement des staphylocoques à coagulase positive

(*Staphylococcus aureus*) (Norme internationale, ISO 6888-1/2003)

#### Enrichissement

1ml de l'échantillon est ajouté à 9ml de GC + tellurite de potassium. Le milieu est recouvert avec une fine couche d'huile de paraffine pour l'anaérobiose. Incubation à 37°C/24h-48h.

#### Isolement

ensemencer en stries à partir du milieu GC (avec noircissement) deux boites de Petri gélose Baird Parker additionnée de jaune d'œuf et de tellurite de potassium. Répéter la même opération avec les dilutions décimales  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ . On effectue les opérations en double de façon à avoir six boites. Incubation à 37°C pendant 24h/48h. Un résultat positif consiste à avoir des colonies au centre noir entouré d'un halo clair Calcul de nombre *a* de staphylocoques à coagulase positive identifiés pour chaque boite retenue, selon l'équation suivante :

$$a = \frac{b_c}{A_c} \times C_c + \frac{b_{nc}}{A_{nc}} \times C_{nc}$$

**A<sub>c</sub>** : le nombre de colonies caractéristiques soumises au teste de la coagulase.

**b<sub>c</sub>** : le nombre de colonies caractéristiques qui ont répondu positivement au test de la coagulase.

**A<sub>nc</sub>** : le nombre de colonies non caractéristiques soumises au teste de la coagulase.

**b<sub>nc</sub>** : le nombre de colonies non caractéristiques qui ont répondu positivement au teste de la coagulase.

**C<sub>c</sub>** : le nombre total de colonies caractéristiques récupérées sur la boite.

**C<sub>nc</sub>** : le nombre total de colonies noncaractéristiques récupérées sur la boite.

### 4.2.5. Recherche et dénombrement des salmonelles (Norme internationale ISO 6579/2002)

#### Pré-enrichissement

On ensemence 25g de beurre dans 225 ml d'eau peptonée tamponnée. Incuber pendant  $18\text{h} \pm 2\text{h}$  à  $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ$

#### Enrichissement sélectif

Ensemencer 0,1ml de la culture de pré-enrichissement dans 10 ml dans de bouillon Rappaport vassiliadis avec soja (RSV), incubé à  $37^\circ\text{C}$  pendant  $24\pm 2\text{h}$ .

Ensemencer 0,1ml de la culture pré-enrichissement dans 10 ml dans de bouillon de Mueller Kauffmann au tétrathionate à la novobiocine (MkTTn) incubé à  $37^\circ\text{C}$  pendant  $24\pm 2\text{h}$ .

#### Isolement

Sur le milieu HEKTOEN, à partir de la suspension d'enrichissement. En ensemence en stries, l'incubation se fait à  $37^\circ\text{C}$  pendant 24 heures. La lecture se fait par comptage de colonies brunes verdâtres avec un centre noir.

### 4.2.6. Recherche et dénombrement des anaérobies sulfito-réducteurs ISO 15213 :2003

Ensemencer en masse deux boites Petri de milieu au sulfite de fer, 1 ml de l'échantillon de la solution mère, répéter la même procédure pour les dilutions ( $10^{-1}$ ) et ( $10^{-2}$ ). Après solidification de milieu. Ajouter 5 ou 10ml du même milieu pour former une double couche. Incubation à  $37^\circ\text{C}$  pendant 24h à 48h.

La lecture des résultats des anaérobies sulfito-réducteurs se fait par le comptage des colonies qui présentent des colonies noires éventuellement entourées d'une zone noire.

### 4.2.7. Recherche et dénombrement de *Listeria monocytogenes* : (ISO 11290 :1997)

#### Enrichissement primaire

La suspension mère est préparée dans l'eau peptonée tamponnée en réalisant une dilution au 1/10 (25g dans 225ml) ; l'ensemble est incubé à  $30^\circ\text{C}$  pendant  $2\pm 2\text{h}$ .

#### Enrichissement secondaire

Prendre 0.1 ml de bouillon d'enrichissement primaire dans 10 ml de bouillon de Frazer, incubé à  $37^\circ\text{C}$  durant  $48\text{h} \pm 2\text{h}$ , pouvant être procédé par un test rapide de mise en évidence de *Listeria monocytogenes*. Deux isollements sur deux milieux sélectifs (ALOA obligatoirement et Oxford), incubé à  $37^\circ\text{C}$ .

### Tests de Confirmation et identification biochimique

- ✓ Repiquer cinq colonies suspectes caractéristiques de *Listeria*, dans un tube contenant 5 ml de milieu liquide Tryptone Soja Extrait de Levure (TSYAE). Incubation à 37°C, pendant 24 heures.
- ✓ Effectuer une coloration de Gram, à partir d'une colonie caractéristique sélectionnée sur le milieu gélosé(TSAYE). *L. monocytogenes*apparaît sous forme de bacilles fins et courts, à Gram positif.
- ✓ Effectuer une réaction à la catalase, à partir d'une colonie caractéristique sélectionnée sur le milieu gélosé (TSAYE), par la mise en suspension sur une lame dans une goutte de peroxyde d'oxygène. La formation des bulles indique une réaction positive.
- ✓ Des colonies caractéristiques sélectionnées sur le milieu gélosé (TSAYE). *Listeria* apparaît sous forme de bacilles fins et courts, animés d'une mobilité en pirouette.
- ✓ Ensemencement d'une gélose au sang de mouton pour la recherche d'hémolyse à l'aide d'un fil droità partir d'une boîte de milieu gélosé (TSAYE).  
Incuber à 37°C pendant 24 heures.
- ✓ Effectuer la confirmation de l'espèce, à partir d'une colonie caractéristique sélectionnée sur le milieu gélosé Tryptone Soja Extrait de Levure (TSAYE), par l'identification des caractères biochimiques, à l'aide d'une galerie.

### 4.2.8. Recherche et dénombrement des Enterobacteriaceae : ISO 21528-1 : (2004)

Ensemencer 1ml de solution mère en masse dans deux boites de Petri de gélose VRBG. Répéter la même procédure pour les dilutions décimales ( $10^{-1}$ ) et ( $10^{-2}$ ). Incubation à 37 °C pendant 24± 2h.

Comptage et sélection des colonies caractéristiques de couleur rose à rouge ou violette (avec ou sans halo de précipitation). Repiquage des colonies sélectionnées et ensemencement en stries sur des boites de la gélose nutritive. Incubation à 37°C pendant 24 ±2h.

Sélectionner une colonie bien isolée à partir de chacune des boites incubées pour la confirmation biochimique au moyen d'essai de fermentation de glucose et de recherche d'oxydase.

### 4.2.9. Recherche des Entérocoques (ISO 7889 :2000).

Ensemencer 5 tubes à 10ml du milieu Rothe concentré avec 10ml d'eau à analyser. Ensemencer un tube de Rothe simple avec 1 ml d'eau, et un tube avec 1 ml de chaque dilution de  $10^{-1}$  à  $10^{-3}$ . Etuver les tubes pendant 24 à 48h à 37°C.

#### Test confirmatif

Ensemencer un tube contenant 10ml du bouillon Eva Litsky avec quelques gouttes du tube positif du milieu Rothe et incuber pendant 24 à 48h à 37°C.

Les tubes présentant un trouble et une pastille violette au fond contiennent au moins un *Enterococcus*.

# Résultats et discussion

### 1. Résultats d'Analyse sensorielle

La couleur et la saveur sont les facteurs les plus importants pour l'acceptation du beurre par les consommateurs. En outre, la durée de vie de beurre est influencée par un certain nombre de modifications chimiques, et par conséquent, le développement des modifications inappropriées dans les caractéristiques sensorielles (**Mert and Demirkesen., 2016**).

La couleur jaune naturelle de la matière grasse du lait est due à la présence de caroténoïdes, la vitamine A et d'autres pigments (**Kontkanen et al., 2011**). La détérioration de la graisse entraîne des modifications sensorielles préjudiciables telles que les altérations aromatiques (goût rance, métallique, oxydé, de suif, de poisson) ainsi que la formation de grumeaux, d'un bouchon ou la séparation du beurre, mais aussi des préjudices technologiques (**Sieber et al., 1998**).

L'oxydation des lipides conduit à la formation de composés comme des acides gras volatiles, des aldéhydes ou des cétones qui confèrent au beurre des odeurs ou des goûts désagréables, le diacétyle recherché dans la fabrication du beurre peut être transformé en acétoïne par certaines bactéries, ce qui a pour effet de faire disparaître l'arôme (**Gerbaux., 1994**).

Les panelistes ont jugé les échantillons du beurre selon l'apparence extérieurs, l'odeur et le goût. Ils ont noté que le beurre lactique est plus facile à tartiner et possède une odeur et un goût agréables plus prononcés grâce au diacétyle et les caroténoïdes naturels qu'il contient. Il a été observé que la couleur, le goût et l'aspect général des deux beurres sont dans la plage acceptable tout au long de la période d'entreposage. Ce qui reflète l'absence des modifications de qualité initiale des deux beurres.

### 2. Résultats d'analyses physico-chimiques

Les résultats des analyses physico-chimiques réalisées sur les matières premières des deux beurres sont représentés dans le tableau (III, IV, V, VI).

#### 2.1. Matières premières

##### 2.1.1. Lait reconstitué pasteurisé

Le pH : La plupart des micro-organismes ont un pH optimum neutre (pH 6-7,5). Le lait a un pH de 6,6, ce qui est idéal pour la croissance de nombreux micro-organismes (**AFNOR., 1980**).

L'acidité lactique exprime classiquement l'acidité globale formée par la fermentation du lactose en degré Dornic (**Adrian et al., 1998**).

L'acidité titrable du lait est déterminée par dosage par une solution d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphthaleine. Bien que l'acide lactique ne soit pas le seul acide

## Résultats et discussion

présent, l'acidité titrable peut être exprimée en grammes d'acide lactique par un litre de lait ou en degré Dornic ( $^{\circ}\text{D}$ ) (AFNOR., 1980).

**Tableau III :** Résultats des analyses physico-chimiques du lait reconstitué pasteurisé

Paramètres	résultats	Normes	Références
Lait reconstitué pasteurisé			
pH 6.61	6.5 -6.9		AFNOR
Acidité $\text{D}^{\circ}$	18		18 max
Goût caractéristique au produit			

Notre analyse physico-chimique a montré que le produit est conforme pour les déterminations effectuées, conformément à l'arrêté interministériel n°58 du 04/11/2015 (J.O.R.A), vu les différentes valeurs d'analyse accomplis, le pH 6.61, l'acidité titrable 18 $^{\circ}\text{D}$ .

### 2.1.2. Matière grasse laitière anhydre

**Tableau IV :** Résultats des analyses physico-chimiques de MGLA

Paramètres	résultats	Normes	Référence
MGLA			
Acidité palmitique	0.08	max 0.3	ISO
Indice de peroxyde	0.10	max 0.2	
Impuretés insolubles	Néant	max 0.05	
Matières volatiles	0.020	max 0.1	
Point de fusion	31	31-36	
Goût et odeur	caractéristiques au produit		

Les résultats obtenus sont satisfaisants et conformes à la norme ISO, MGLA contient 0.08 d'acide palmitique et 0.02% de la matière volatile, l'indice de peroxyde 0.1  $\text{m}_{\text{eq}}$  oxygène /kg de graisse est inférieur à la norme autorisé 0.2  $\text{m}_{\text{eq}}$  oxygène / kg de graisse. Aucune impureté insoluble n'est détectée ce qui reflète l'absence de saleté, des minéraux, des résines et d'acides gras oxydés qui est inférieur à 0.05 max indiqué dans la norme (ISO 663-4: 2007-03-01). La valeur de point de fusion obtenue varie entre 31 et 36 qui était conforme à la norme (ISO 6321-2 : 2002-02-15).

Ces résultats conformes indiquent la stabilité oxydative de la matière grasse laitière anhydre et l'obtention d'une texture et d'une plasticité souhaitables (Yunna *al.*, 2017). MGLA possède de bons attributs sensoriels tels que la saveur et la sensation en bouche. Les

propriétés physiques les plus essentielles sont la cristallisation et le comportement à la fusion car ces propriétés affectent les attributs fonctionnels et sensoriels des produits contenant MGLA (la tartinabilité du beurre) (**Lopez et al.,2001**).

### 2.1.3. Eau de process

Les résultats des différents paramètres physico-chimiques sont illustrés dans le tableau ci-dessous.

**TableauV** : Les résultats d'analyses physico- chimiques d'eau de process

Paramètres	résultats	Normes	Référence
<b>Eau de process</b>			
<b>pH</b>	6.2	5.5-7.8	
<b>TH</b>	0.4	<b>15</b>	<b>NA752-1989</b>
<b>TA</b>	0	0	
<b>TAC</b>	2	< 20	<b>NF T 90-036</b>
<b>Cl</b>	14	500 mg/l	<b>ISO 9297 :1989</b>

#### 2.1.3.1. Titre hydrométrique (TH)

La dureté déterminée par la concentration totale de  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  par titrage à l'aide d'une solution d'EDTA. Le Noir Erichrome (NET en présence des ions calcium et magnésium), donne une couleur rouge foncée ou violette est utilisée comme indicateur coloré. Lors du titrage, l'EDTA réagit tout d'abord avec les ions de calcium et de magnésium combinés avec l'indicateur.

Le résultat obtenu du pH6.2 varie entre 5-7 sont conformes pour les déterminations effectuées, conformément à la norme (**NA752-1989**).

#### 2.1.3.2. Titre alcalimétrique (TA)

Le titre alcalimétrique d'une eau ou son alcalinité, permet de connaître sa concentration en carbonates ( $\text{CO}_3$ ) et en bases fortes. Il est mesuré en meq/l.

L'alcalinité d'une eau est fortement liée à sa dureté et donc à son caractère corrosif et à sa capacité d'entartrage des canalisations.

La valeur de TA est nul dans l'eau de process, ce qui signifie l'absence des bases fortes qui sont  $\text{OH}^-$  et  $\text{CO}_3$ , ce qui est conforme à la norme.

#### 2.1.3.3. Titre alcalimétrique complet (TAC)

Le TAC exprime l'alcalinité totale de l'eau, il est utilisé pour mesurer le taux d'hydroxydes, de carbonates et de bicarbonates il a une importance fondamentale dans la connaissance de la capacité d'entartrage, son unité est le degré français ( $^{\circ}\text{F}$ ) ou meq. $\text{l}^{-1}$ . (**NF T 90-036**). La valeur obtenue est conforme à la norme.

### 2.1.3.4. Taux de chlorure (Cl<sup>-</sup>)

Le chlorure qui se précipite quantitativement, lors de la formation du chromate d'argent, d'une couleur brune rouge avec des ions chromate qui sont ajoutés comme indicateur pour former de chlorure d'argent insoluble (**ISO 9297 :1989**).

Lorsque le chlore gazeux est ajouté à l'eau, il forme des composés hypochloreux et chlorhydriques. Les résultats obtenus sont conformes et inférieurs à 500mg/l, indiqué par la norme (**ISO 9297 :1989**).

### 2.1.4. Matière première du beurre lactique

**Tableau VI :** Tableau des résultats d'analyse physico chimique de matière première de beurre lactique

Paramètres	Résultats	Normes	Références
Acidité	0.12	0.35 max	ISO
Indice de peroxyde	0.13	0.5max	N.E
Humidité	15.86	16 max	ISO
Point de fusion	31.2	30-35	N.E
pH (phase aqueuse)	4.6	4.2-5.5	
NaCl	0.03	0.5	
Goût et odeur	caractéristiques au produit		

Notre analyse physico-chimique indique que le produit est conforme et satisfaisant pour les déterminations effectuées par la norme internationale telle que la production à des procédures strictes.

L'acidité 0.12 est inférieure à la norme 0.35 max, et l'indice de peroxyde est d'une valeur égale à 0.13mg/O<sub>2</sub> qui est inférieure à 0.5 (max).

Les concentrations des composés volatils varient considérablement entre les échantillons, probablement en raison du métabolisme variable d'une flore microbienne, qui est diverse (**Gadaga et al., 2001**). Les composés volatils peuvent avoir à la fois une influence positive et négative sur les attributs sensoriels de beurre lactique (**Caplice and Fitzgerald., 1999**).

L'humidité obtenue est de 15.86%, inférieure à 16%, le pH de la phase aqueuse 4,6, et le point de fusion 31.2. La conformité de beurre reflétée par ces résultats obtenus est due aux bonnes pratiques de production et de stockage.

## 2.2. Résultats des analyses physico-chimiques du beurre lactique et du beurre reconstitué

Les résultats des analyses physico-chimiques réalisées sur les produits finis chaque mois (conservé à 5°C) et cela pendant 3 mois sont représentés dans le tableau VII.

**Tableau VII :** Résultats des analyses physico-chimique de beurre lactique et de beurre reconstitué.

Paramètres	t <sub>0</sub>	t <sub>1</sub>	t <sub>2</sub>	t <sub>3</sub>	Normes	Références
<b>Beurre lactique</b>						
Humidité %	15.40	15.38	15.37	15.36	<b>16</b>	NE.1.2.98/88
Sel %	0.02	0.03	0.03	0.03	<b>0.5</b>	ISO 6621996
pH	5	4.90	4.91	4.92	<b>4.4-5.2</b>	ISO 660 1998
Point de fusion	31	31	31	31	<b>30-35</b>	NE.1.2.430/89
Indice de peroxyde	0.24	0.3	0.36	0.45	<b>0.5</b>	NE.1.2.429/89
Acidité	0.12	0.16	0.19	0.25	<b>0.35</b>	NE.1.2.91/88
<b>Beurre reconstitué</b>						
Humidité %	14.46	14.46	14.45	14.45	<b>16</b>	NE.1.2.98/88
Sel %	0.18	0.18	0.18	0.18	<b>0.5</b>	ISO 6621996
pH	5.3	5.4	5.4	5.3	<b>4.4-5.2</b>	ISO 660 1998
Point de fusion	31.1	31.2	31.2	31.2	<b>30-35</b>	NE.1.2.430/89
Indice de peroxyde	0.10	0.13	0.16	0.19	<b>0.5</b>	NE.1.2.429/89
Acidité	0.10	0.16	0.14	0.16	<b>0.35</b>	NE.1.2.91/88

### 2.2.1. Humidité

C'est la perte en masse qu'un échantillon de matière grasse, subit après chauffage à 103°C, exprimée en pourcentage de masse (**NE.1.2.98/1988**).

Le changement de la teneur en eau peut entraîner à la fois une augmentation et une diminution de la taille des gouttelettes et / ou du nombre de gouttelettes dans la phase grasse continue (**Dalen., 2002**). La distribution granulométrique des gouttelettes d'eau est importante pour la croissance microbiologique et la stabilité chimique et physique des propriétés organoleptiques. Les grosses gouttelettes d'eau favorable pour la croissance bactérienne (**Lent et al., 2008**).

L'humidité provoque une hydrolyse de la matière grasse avec libération des acides gras libres, diglycérides, monoglycérides (**Perri., 1992 b**).

Les résultats obtenus à partir de l'étude sont présentés dans le tableau (VII), la teneur en humidité des échantillons prélevés de beurre lactique ont été de 15.40, 15.38, 15.37,

15.36%, respectivement. Ces résultats étaient plus élevés que ceux obtenus par le beurre reconstitué ; qui sont de 14.46 ,14.46, 14.45, 15.45%. Ces valeurs sont inférieures à 16%, ce qui est conforme à la norme **NE.1.2.98/88 et (FAO/WHO , , 1999)**.

### 2.2.2. Point de fusion

D'après (**Francis and Frederick., 2000**) le beurre fabriqué à partir des fractions liquides à bas point de fusion essentiellement et d'une petite quantité de fractions solides à point de fusion élevé a montré une bonne aptitude à l'étalement à la température du réfrigérateur (4°C).

Les résultats obtenus dans des échantillons de beurre reconstitué et le beurre lactique étaient comprises entre 31.1 à 31.2 et 31 respectivement tableau (VII). Ces valeurs varient entre 30-35, indiquées par la norme (**NE.1.2.430/89**).

### 2.2.3. Sel

Le sel est ajouté pour améliorer la stabilité de l'émulsion et prolonger la durée de conservation (**Frasch et al ., 2010**)

Les résultats obtenus dans le tableau (VII) montrent que les valeurs du taux de sel des deuxbeurres sont compatibles à la norme (**ISO 1738 :1997(F)**)

### 2.2. 4. pH

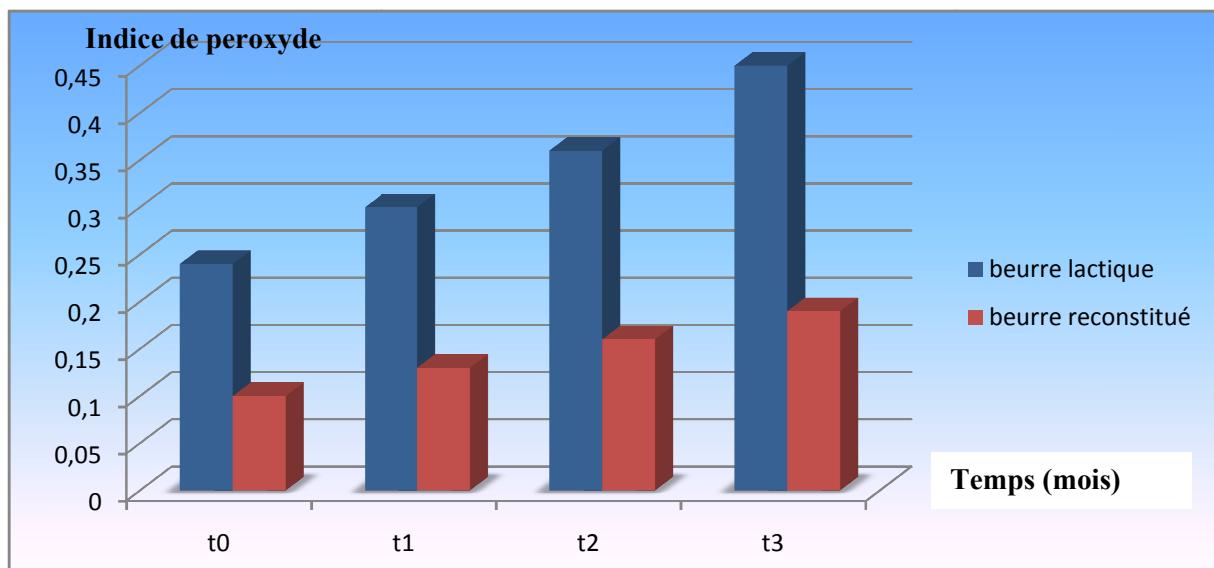
La détermination du potentiel d'hydrogène des deux beurres permet de prévoir le risque de contamination microbienne.

Le tableau (VII) montre que les valeurs de pH obtenues pour le beurre lactique sont proches à celles de beurre reconstitué. En effet, ce résultat est compris entre les deux normes maximale et minimale préconisées par l'entreprise (4.4 et 5,2). La conformité des résultats est liée à la qualité de l'eau, des conservateurs et des correcteurs de pH utilisés.

### 2.2.5. Indice de peroxyde

C'est le nombre de milliéquivalent par gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras et susceptible d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode, l'un des tests permettant de déterminer le niveau d'oxydation dans la matière grasse. Il est utilisé pour obtenir la quantité de premier produit d'hydroperoxyde.

L'indice de peroxyde est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative (**Karleskind., 1992**).



**Figure 2 :** Histogramme de l'indice de peroxydes des deux beurres

Les résultats obtenus sont présentés dans la figure ci-dessus, la valeur 0.24% après un mois était élevée à 0.03%, 2 mois à 0.36%, 3 mois à 0.45% pour le beurre lactique sans conservateurs. Des valeurs plus élevées que celles déterminées pour le beurre reconstitué avec conservateurs à 0.10%, après un mois, élevée à 0.13%, 2 mois à 0.16%, 0.19% à 3mois. Plus l'oxydation est importante, la stabilité diminue avec le temps de stockage (**Krause et al., 2008**).

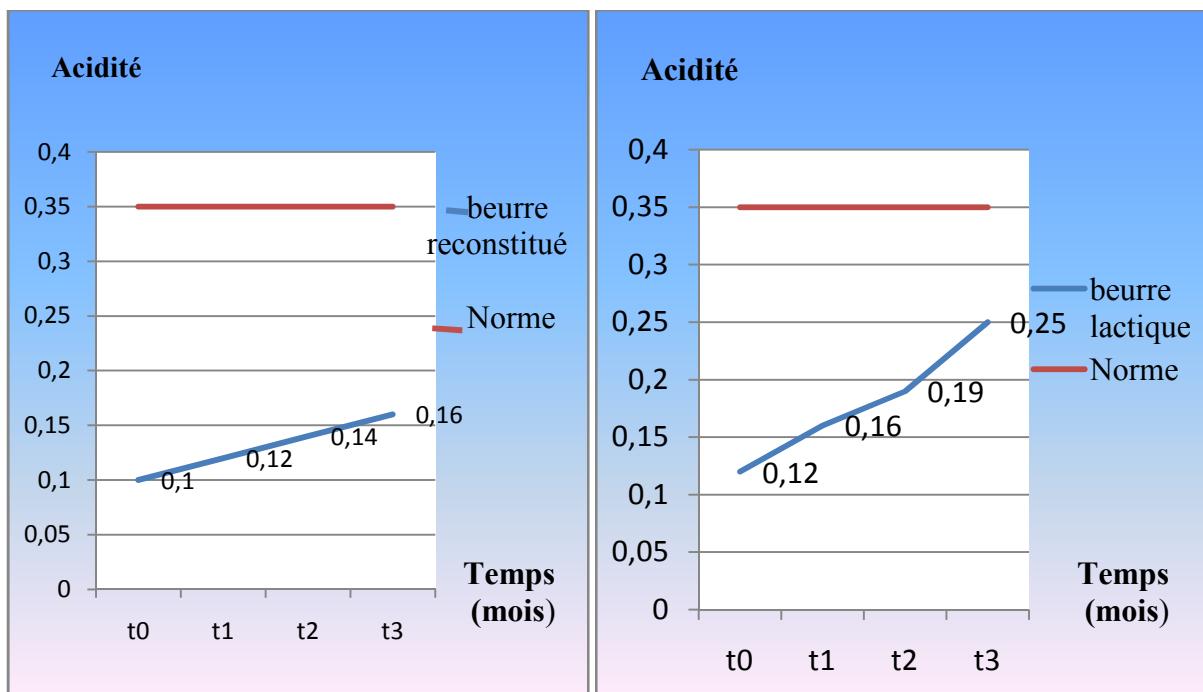
On déduit que l'analyse des deux beurres sont conformes à la norme interne **NE.1.2.429/1989** par rapport à la norme maximale qui est de 0.5 meq O<sub>2</sub>/kg matière grasse. D'après ces résultats, le beurre reconstitué est plus stable que le beurre lactique, cela est dû à l'effet des conservateurs additionnés au cours de la production tel que l'acide sorbique, qui possède un effet majeur sur la stabilité des acides gras de beurre.

L'acide sorbique est un additif alimentaire, antioxydant qui influence l'évolution de la teneur totale en acides monoinsaturés, acides gras polyinsaturés et saturés du beurre pendant l'entreposage à 4°C, mais seulement après trois ou quatre semaines de stockage (**Regina.,2008**).

### 2.2.6. Acidité

C'est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement selon la nature du corps gras, en acide oléique ou palmitique. Il nous renseigne sur le degré de fraîcheur du

corps gras. L'acidité nous renseigne sur le degré d'altération des corps gras par hydrolyse.(Karleskind., 1992).



Les résultats obtenus dans la figure 3, montrent une acidité de 0.12, après un mois l'acidité a été élevée à 0.16%, 2 mois à 0.19%, 3 mois à 0.25% pour le beurre lactique sans conservateurs. Des valeurs plus élevées que celles obtenues pour le beurre reconstitué avec conservateurs qui est de 0.10%, augmente après un mois à 0.1%, 2 mois à 0.14%, 0.16% pour le 3ème mois. Ces résultats sont compris entre les deux normes maximales préconisées par la norme qui est de 0.35.

### 3. Résultats d'analyses microbiologiques

Les résultats des analyses microbiologiques réalisées sur les matières premières sont représentés dans le tableau VIII.

**TableauVIII :** Résultats des analyses microbiologiques des matières premières

Germes recherches	résultats	Normes	Références
<b>MGLA</b>			
<b>germes aérobies</b>	Abs	$5.10^2-5.10^4$	
<b>Coliformes totaux</b>	Abs	Absence	<b>J.O.R.A</b>
<b>Staphylococcus à coagulase +</b>	Abs	Absence	<b>2017</b>

<b>Salmonelles</b>	Abs	Absence	
<b>Lait reconstitué pasteurisé</b>			
<b>G.aerobies</b>	Abs	$10^2$	<b>J.O.R.A</b>
<b>Entrobactericeae</b>	Abs	10	<b>2017</b>
<b>Salmonelles</b>	Abs	Absence dans 25g	
<b>Eau de process</b>			
<b>E.coli</b>	Abs	Absence dans 250 ml	<b>J.O .R.A</b>
<b>Entrécoques</b>	Abs	Absence dans 250 ml	<b>2017</b>
<b>ASR</b>	Abs	Absence dans 50 ml	
<b>Coliformes</b>	Abs	Absence dans 250 ml	
<b>Matière première de beurre lactique</b>			
<b><i>Staphylococcus</i> à coagulase (+)</b>	Abs	$10-10^2$	<b>J.O .R.A</b>
<b><i>Listeria monocytogenes</i></b>	Abs	100	<b>2017</b>
<b>Salmonella</b>	Abs	Absence dans 25g	
<b>Entrobactericeae</b>	Abs	$10-10^2$	

### 3.1. Matières premières du beurre reconstitué

#### 3.1.1. MGLA

Les analyses microbiologiques de MGLA montrent une qualité satisfaisante et une conformité à la norme (**J.O.R.A, 2017**). En confirmant l'absence totale des germes aérobies, coliformes totaux, Salmonelles et *Staphylococcus* à coagulase +, ce qui signifie le respect des principes de conception hygiénique de production et de conditionnement.

En faisant le lien avec les résultats de l'analyse physicochimique, on remarque que cette dernière confirme les résultats de l'analyse microbiologique, le taux d'humidité trouvé (0,02%) ne favorise pas le développement d'une large gamme des micro-organismes.

#### 3.1.2. Lait reconstitué pasteurisé

La contamination du lait pasteurisé est la conséquence de la croissance de la flore d'altération dans le lait cru avant le traitement thermique et / ou l'activation de leurs enzymes thermorésistantes après le traitement thermique, la présence des bactéries peut être le résultat d'une contamination après la pasteurisation (**Budová et al., 2002**).

Les enterobacteriaceae constituent un indicateur d'hygiène important lorsque les aliments sont chauffés. Généralement, les entérobactéries tolèrent peu l'acidité. Par contre, beaucoup d'entre-elles sont psychrotropes (**Jakob et al., 2009**). Leur présence n'est pas souhaitable dans le lait pasteurisé et les produits laitiers (**Motarjemi et Lelieveld., 2014**).

La flore aérobie mésophile reflète l'effet d'une somme des conditions tel que la maîtrise des paramètres et conditions de fabrication et/ou de traitement, l'hygiène générale, les conditions de stockage et de distribution. Leur dénombrement s'agit de plus ancien critère microbiologique usité (**Pierson and Smoot., 2001**).

L'abondance des germes recherchés dans le lait pasteurisé est représentée dans le tableau (VIII) l'absence totale est due à l'efficacité de traitement thermique en mettant l'accent sur la nécessité des mesures d'hygiène appropriées pour éviter la contamination.

### 3.1.3. L'eau de process

*E. coli* forme un groupe de bacilles mobiles ou immobiles, à Gram négatif, de la famille des Enterobacteriaceae. Ils peuvent se multiplier à des températures comprises entre 4 °C et 46 °C, avec un optimum de croissance à 37 °C et à un pH compris entre 4,6 et 9,5(**Leclerc H., 1993**). *E. coli* est actuellement le meilleur indicateur connu de contamination fécale, principalement d'eau (**Motarjemi and Lelieveld., 2014**).

Les entérocoques servent en microbiologie alimentaire comme indicateur d'une contamination fécale (**Jakob et al., 2009**). La persistance des entérocoques dans divers types d'eau peut être supérieure à celle des autres organismes indicateurs (**OMS., 2000**), notamment à cause de leur résistance aux agents désinfectants (**Haslay et Lerlec., 1993**), ce qui fait d'eux des indicateurs privilégiés pour évaluer l'efficacité du traitement de l'eau (**OMS., 2000**).

Les coliformes totaux qui sont d'origine fécale et environnementale (**Haidjoubi et al., 2017**) et les formes sporulées des sulfito-réducteurs, témoignent une contamination fécale ancienne en raison de leur aptitude d'être plus persistantes en milieu aquatique (**Razzolini et al., 2011**).

Nos résultats indiquent une absence totale des coliformes totaux comme c'est indiqué ci-dessus dans le tableau (VIII)

Ces résultats d'analyses permettent de conclure que l'eau utilisée est une eau conforme aux normes en vigueur, ce qui est dû à l'efficacité des traitements procédés telles que l'irradiation UV, les températures extrêmes, et les procédés de désinfection tel que la chloration.

### 3.2. Matière première et produit fini du beurre lactique et le beurre reconstitué

**Tableau IX:** Résultats des analyses microbiologiques de beurre lactique et de beurre reconstitué

Paramètres	t 0	t 1	t 2	t3	Norme	Référence
<b>Beurre lactique</b>						
<i>Staphylococcus</i> à coagulase (+)	Abs	Abs	Abs	Abs	10-10 <sup>2</sup>	
<i>Listeria monocytogenes</i>	Abs	Abs	Abs	Abs	100	J.O.R.A
<i>Salmonella</i>	Abs	Abs	Abs	Abs	Absence	2017
Entérobacteriaceae	Abs	Abs	Abs	Abs	10-10 <sup>2</sup>	
<b>Beurre reconstitué</b>						
<i>Staphylococcus</i> a coagulas (+)	Abs	Abs	Abs	Abs	10 <sup>2</sup>	
<i>Listeriamonocytogenes</i>	Abs	Abs	Abs	Abs	100	J.O.R.A
<i>Salmonella</i>	Abs	Abs	Abs	Abs	Absence	
Entérobacteriaceae	Abs	Abs	Abs	Abs	10 <sup>2</sup>	2017

La crème est la principale source de micro-organismes dans le beurre. Les globules grasdans le lait cru porteurs d'organismes pathogènes et d'altération qui proviennent de la mamelle ou cache des lignes de vache et des traites utilisées dans le traitement (**Budhkar et al., 2014**).

Les basses températures (<10°C) utilisées pour le stockage en vrac de beurre sont inhibitrices pour la croissance de la plupart des micro-organismes, l'effet létal de la température est cependant sélectif. Certains micro-organismes peuvent survivent à des températures basses, sont donc capables de croître pendant le stockage et la vente au détail (**Mcphee and Griffiths., 2002**).

Considérant que le lait refroidi est presque exclusivement utilisé dans la production de la crème et le beurre, et environ 25% des cas, les bactéries psychrotrophes sont les causes principales de la détérioration et réduit la durée de conservation de ces produits (**Spreer, 1998b**).

## Résultats et discussion

---

La pasteurisation de la crème pour la fabrication du beurre est un point de contrôle critique, mais la contamination peut se produire plus tard dans le processus de production lors de la manipulation et de traitement. La qualité microbiologique du beurre est également influencée par l'équipement et l'environnement d'hygiène lors de la fabrication, l'emballage et la manutention (**Tompkin., 2002**).

Les *Salmonella* peuvent se multiplier à des pH de 4,5 à 9 avec un optimum compris entre 6,4 et 7,5. La plupart des salmonelles peuvent se développer dans les aliments présentant une activité de l'eau comprise entre 0,945 et 0,999 (**Aoust., 1989**).

Elle peut se trouver dans le beurre préparé à partir de crème contaminée et peut causer des épidémies. Elle peut croître à 5°C – 45°C. L'incidence des *Salmonella sp.* Dans le lait cru en vrac a été estimé à 4,7%. La pasteurisation inadéquate et la contamination post-traitement peuvent parfois donner lieu au lait et à la crème que le test est positif pour *Salmonella*, (**Budhkar et al., 2014**).

La résistance à une teneur élevée en sel et la capacité de se développer à des températures réfrigérées rendent *Listeria monocytogenes* difficile à contrôler par les conditions de conservation et de stockage standard (**Atin et Laurel., 2018**).

Le risque de contamination par *L. monocytogenes* est favorisé lorsque le beurre est emballé dans des bacs en plastique, lorsqu'il est stocké au-dessus de 8°C, lorsqu'un système d'analyse des risques n'a pas été mis en place, et le manque d'hygiène alimentaire (**Food Standards Agency., 2003**). Le contrôle de ces critères empêche toute contamination de beurre par *L. monocytogenes* comme s'est décrit dans le tableau (IX)

*S. aureus* est une bactérie fréquemment présente sur la peau et les muqueuses de l'homme et des animaux, la contamination peut se faire soit directement lors de la manipulation de l'aliment, soit par l'intermédiaire d'aérosols respiratoire (**Fleurette., 1989**). La contamination dépend de la capacité de traitement thermique qui pourrait avoir l'impact sur le respect des règles d'hygiène (**Matallah et al., 2019**). Elle peut être inactivé par des traitements thermiques modérés ou une pasteurisation industrielle. (**Federighi., 2005**).

Les entérobactéries sont thermolabiles et sont détruites complètement lors de la pasteurisation (**Jakob et al., 2009**), ce qui justifie leur absence dans tous les échantillons de beurre analysés.

Comme prévu, aucune croissance n'a été observée de *Staphylococcus aureus*, Salmonelle, entérobacteriaceae et *L. monocytogenes*, les deux beurres sont restés stables tout au long de 3 mois.

## Résultats et discussion

---

La meilleure qualité microbiologique des produits analysés est un résultat d'efficacité du traitement thermique adapté, d'un contrôle régulier de la qualité microbiologique des matières premières et d'une préparation dans des bonnes mesures opératoires et hygiéniques à différents niveaux (personnels, locaux, matériel).

# Conclusion

## Conclusion

---

La production d'un aliment d'une bonne qualité doit être le souci de toute entreprise, et toutes les personnes qui sont en relation avec la chaîne de production doivent être sensibilisées afin de satisfaire le consommateur et de lui préserver sa santé.

Pour cela, le contrôle doit être effectué d'une façon rigoureuse sur le processus de fabrication et avec le respect des bonnes pratiques de fabrication, pour détecter à quel stade le produit a été contaminé et de prévenir sa conformité ou sa non-conformité par rapport aux normes réglementaires.

L'ensemble des résultats obtenus ont montré que les matières premières utilisées et les produits finis présentent des qualités physico-chimiques et microbiologiques satisfaisantes selon les normes du **J.O.R.A, 2017**.

L'étude des propriétés physicochimiques et microbiologiques des deux produits de beurre, au sein de différents stades, a fourni des données utiles pour évaluer le développement et le comportement de leurs caractéristiques tout au long de la durée d'entreposage, comme produits alimentaires prêts-à-la consommation jusqu'à la DLC.

Le beurre lactique était plus susceptible de contenir des contaminants, avec des possibilités accrues de contamination probablement due à la manipulation supplémentaire impliquée dans la production, le transport et le conditionnement.

Le beurre reconstitué était moins susceptible d'être contaminé par la flore d'altération que le beurre lactique. Cependant, la longue durée de conservation du beurre reconstitué peut fournir le potentiel de croissance des microorganismes, plus particulièrement les germes psychrotropes. Bien que ces résultats indiquent que la qualité microbiologique et physicochimique des deux beurres était de qualité satisfaisante, le beurre reconstitué paraît comme plus stable.

Les présents résultats indiquent que l'utilisation de l'acide sorbique et l'acide acétique, comme agents conservateurs, d'origine synthétique est utile à des concentrations bien définies pour la stabilité du beurre stocké dans des conditions appropriées.

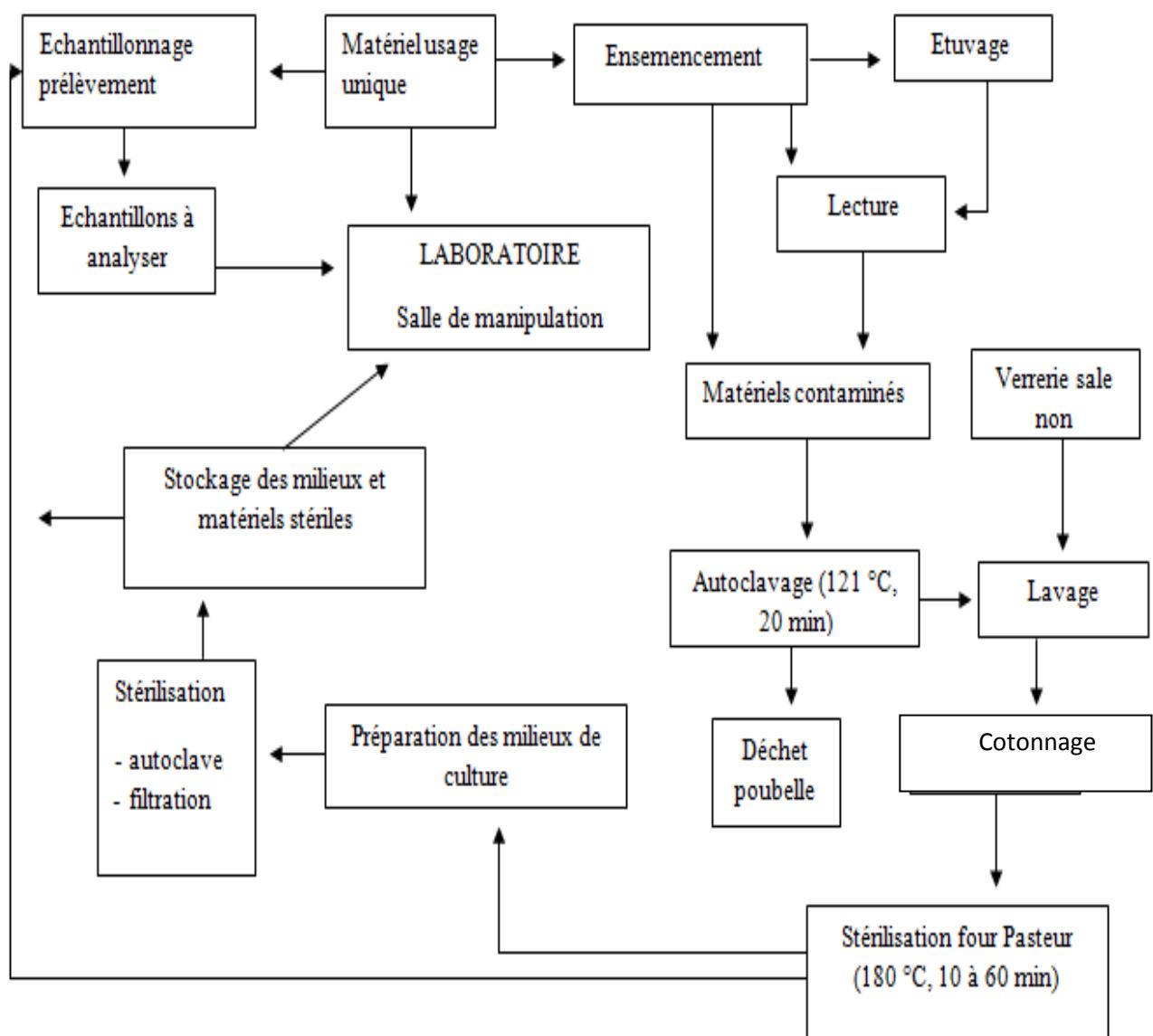
Le beurre traité avec les stabilisants a été jugé meilleure pour inhiber la croissance des bactéries et de la résistance contre le développement des peroxydes.

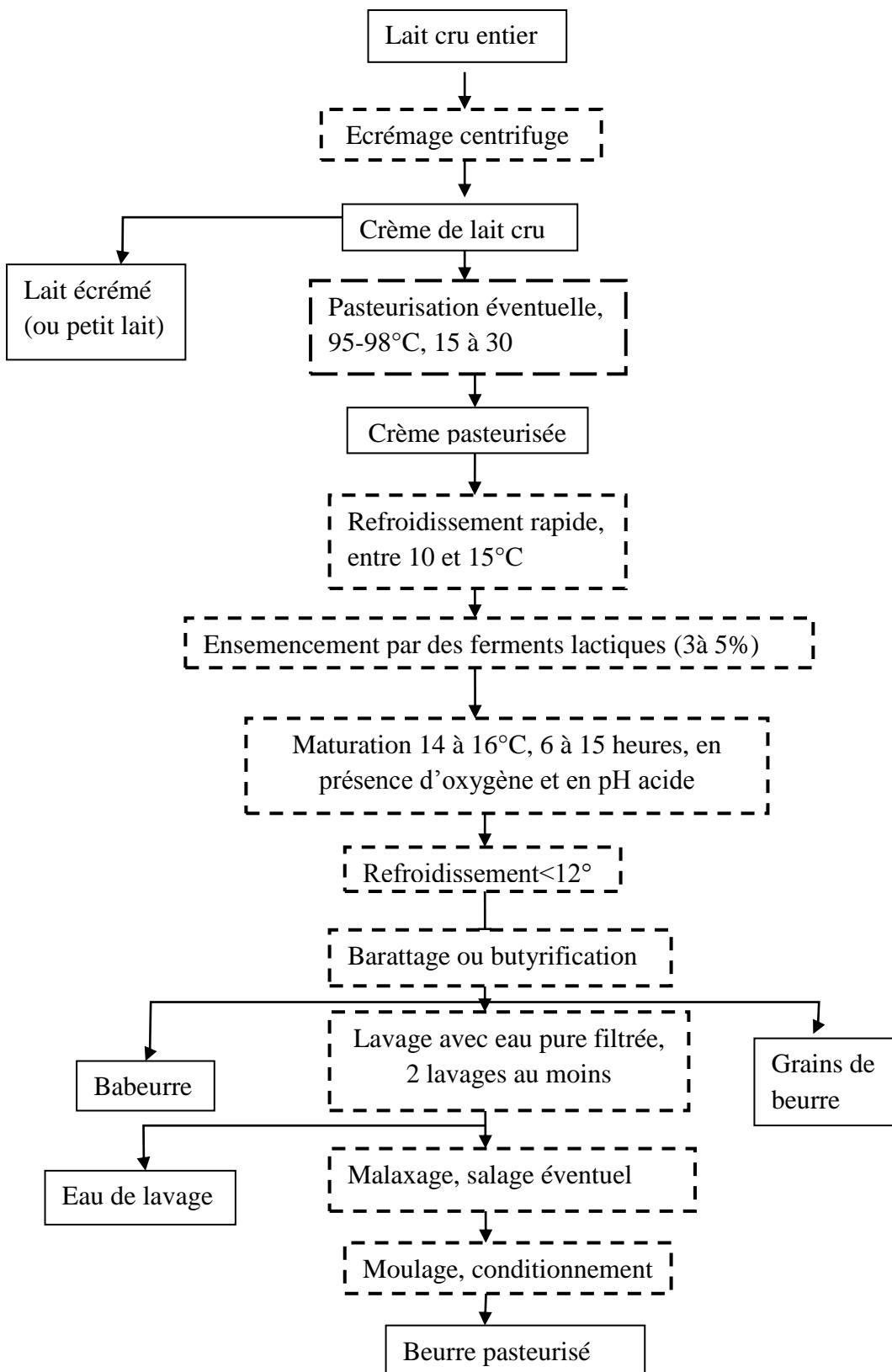
En plus d'examiner l'effet des conservateurs sur les deux produits de beurre, un travail supplémentaire doit être effectué afin d'élucider le mécanisme d'action de ces composés pour l'utilisation dans les aliments comme antioxydants.

# **Annexes**

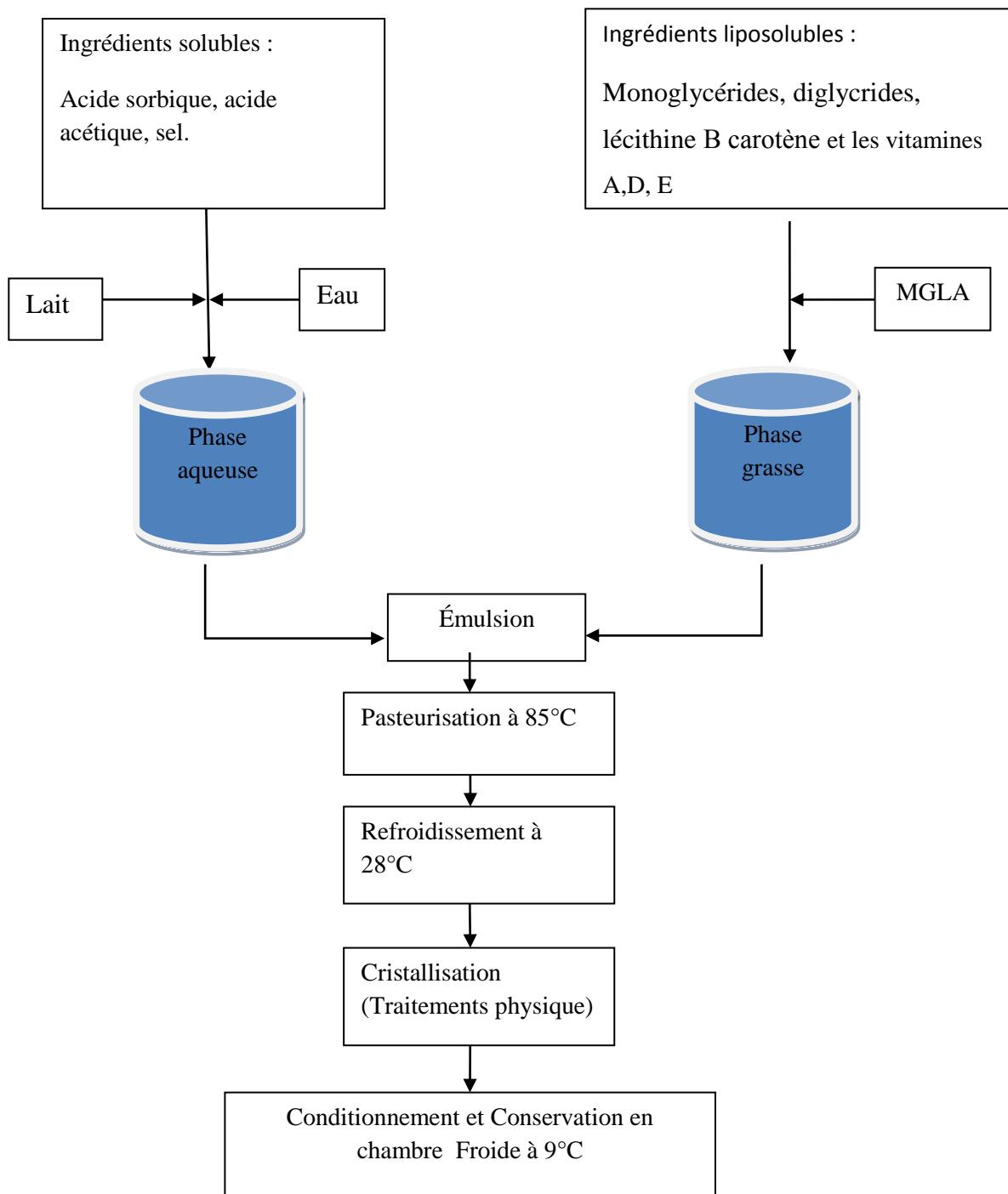
## Annexe I : Présentation de laboratoire microbiologie

Le laboratoire microbiologie est un laboratoire centralisé dont on effectue les analyses microbiologiques de tous les produits de Cevital aux cours de la chaîne de fabrication, plus précisément les produits qui contiennent de l'eau pour contrôler leur qualité et éviter les contaminations. Le laboratoire possède un plan du travail et une programmation des travaux élaborés par le chef de laboratoire et qui travaille 24h/24. Le laboratoire microbiologique du complexe agroalimentaire de Cevital comprend six salles équipées de matériels spécifiques adaptés aux analyses.



**Annexe II :diagramme de fabrication de beurre lactique****Figure : Diagramme de fabrication du beurre lactique (Fredot, E. 2017).**

**Annexe III : Diagramme de fabrication du beurre reconstitué.**



**Annexe IV : Préparation des milieux de culture****Gélose à la bile, au cristal violet et au glucose (VRBG)**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Digestat enzymatique des tissus des animaux	7.0 g
Extrait de levure	3.0g
Sels biliaires	1.5g
Glucose	10 .0 g
Chlorure de sodium	5.0g
Rouge neutre	0.03g
Cristal violet	0.002g
Agar	9g à 18g
Eau	1000ml
pH	7.4

**Gélose nutritive**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Extrait de viande	3.0g
Digestat enzymatique des tissus des animaux	5.0g
Chlorure de sodium	5.0g
Agar	9g à 18g
Eau	1000 ml
pH	7

**Eau peptonée exempte d'indole :**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Pour 1 litre de milieu :	
Tryptone	10g
Chlorure de sodium	5g
pH	7.3

**Milieu Baird Parker**

Composition	Quantité
Tryptone	10 g
Extrait de viande	5g
Extrait autolytique de levure	1g
Pyruvate de sodium	10 g
Glycine	1g
Chlorure de lithium	5g
Agar bactériologique	15g
pH	7.2

**Gélosetryptonée au soja (TSA)**

Composition	Quantité
Digestat tryptique de caséine	15g
Peptone de soja	5g
Chlorure de sodium	5g
Agar agar	15 à 25g
Eau distillée	1000 m
pH	7.2

**Bouillon au lauryl sulfate**

Composition	Quantité
Tryptose	20g
Phosphate dipotassique	2,75g
Lactose	5g
Phosphate monopotassique	2,75g
Chlorure de sodium	5g
Lauryl sulfate de sodium	0,1 g
Eau distillée	1000ml
pH	6.2

**Bouillon RAPPAPORT-VASSILIADIS Soja (RVS) :**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Pour 1 litre de milieu :	
Peptone papaïnique de soja	4,50 g
Chlorure de sodium	7,20 g
Phosphate monopotassique	1,26 g
Phosphate dipotassique	0,18 g
Chlorure de magnésium anhydre	13,40 g
Vert malachite (oxalate)	36,0 mg
pH	5.2

**Bouillon de MÜLLER-KAUFFMANN au Tétrathionate-Novobiocine (MKTTn)**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Pour 1 litre d'eau purifiée :	
- Tryptone	8,6 g
- Extrait de viande	4,3 g
- Sels biliaires	4,78 g
- Chlorure de sodium	2,6 g
- Carbonate de calcium	38,7 g
- Thiosulfate de sodium anhydre	30,45 g
- Vert brillant	9,6 mg
pH	7.4

**Bouillon EC (E.coli)**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Tryptone	2
Lactose	5g
Sels biliaires	1,5g
Phosphate dipotassique	4g
Phosphate monopotassique	1,5 g
Chlorure de sodium	5g

Eau distillée	1000ml
pH	6.8

### Gélose PCA (Plate Count Agar)

Composition	Quantité
Tryptone	5g
Extrait autolytique de levure	2, 5g
Glucose	1g
Agar agar	15g
Eau distillée	1000 ml
pH	7

### Gélose XLD (Xylose-Lysine-Désoxycholate) :

Composition	Quantité
Pour 1 litre de milieu	
Extrait autolytique de levure	3g
L-Lysine	5 g
pH	7.4

### Gélose lactosée billée au cristal violet et au rouge neutre (VRBL)

Composition	Quantité
Digest tat enzymatique des tissus des animaux	7.0 g
Extrait de levure	3.0g
Lactose	10 .0 g
Chlorure de sodium	5.0g
Sels biliaires	1.5g
Rouge neutre	0.03g
Cristal violet	0.002g
Agar-agar	12g à 18g
Eau	1000ml
pH	7.4

### **Gélose XLD (Xylose-Lysine-Désoxycholate) :**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Pour 1 litre de milieu :	
- Extrait autolytique de levure	3g
- L-Lysine	5 g
pH	7.4

### **Gélose Hektoen :**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Pour 1 litre de milieu :	
- Peptone pepsique de viande	12 g
- Extrait autolytique de levure	3g
- Lactose	12 g
- Saccharose	12
- Salicine	2g
- Sels biliaires	9 g
- Chlorure de sodium	5g
- Thiosulfate de sodium	5 g
- Citrate ferrique ammoniacal	1,5 g
- Bleu de bromothymol	65 mg
- Fuchsine acide	40 mg
- Agar agar bactériologique	13,5 g.

### **Solution de Ringer.**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
NaCl	9,00g
KCI	0,42 g
CaCl <sub>2</sub> (anhydre)	2g
NaHCO <sub>3</sub>	0,20 g
Eau distille	1000 ml

### **La gélose XLD (Xylose-Lysine-Désoxycholate) :**

<b>Composition</b>	<b>Quantité</b>
Pour 1 litre de milieu :	Pour 1 litre de milieu :
- Extrait autolytique de levure	3g
- L-Lysine	5 g
pH	7.4

## Annexe V :Tableaux de lecture et interprétations des résultats

<b>beurre</b>									
<b>reconstitué</b>									

## **Annexe VI : Fiche d'évaluation sensorielle du beurre lactique et du beurre reconstitué**

**Nom:**  
**Prénom:**  
**Sexe:**  
**Date:**

### **Paramètres de dégustation:**

#### **1) La texture**

- |                             |                   |                |                  |
|-----------------------------|-------------------|----------------|------------------|
| ➤ <b>Tartinable:</b>        | <b>Facile</b>     | <b>-Moyen</b>  | <b>Difficile</b> |
| ➤ <b>Crémeux:</b>           | <b>-Oui</b>       | <b>-Non</b>    |                  |
| ➤ <b>Doux:</b>              | <b>-Oui</b>       | <b>- Non</b>   |                  |
| ➤ <b>Fondant en bouche:</b> | <b>- Long</b>     | <b>-Rapide</b> |                  |
| ➤ <b>Aspect:</b>            | <b>- Brillant</b> | <b>- Mate</b>  |                  |

#### **2) Aspects:**

- |                             |            |              |
|-----------------------------|------------|--------------|
| ➤ <b>Texture du beurre:</b> | <b>Oui</b> | <b>-Non</b>  |
| ➤ <b>Flaveur du beurre:</b> | <b>Oui</b> | <b>- Non</b> |
| ➤ <b>Saveur du beurre:</b>  | <b>Oui</b> | <b>- Non</b> |

#### **3) Impact:**

- |                                  |                     |                    |
|----------------------------------|---------------------|--------------------|
| ➤ <b>Salé: -Légèrement</b>       | <b>-Moyennement</b> | <b>- Fortement</b> |
| ➤ <b>Arrière goût: -Présence</b> |                     | <b>-Absence</b>    |

# Références Bibliographiques

-A-

**Acem, K. (2016).** Technologie des corps gras alimentaires. France : éditions universitaires européennes, P 26-33 -65.

**Adrian, J., Potus, J., Poiffait, A., Dauvillier, P. (1998).** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Paris: Tec& Doc Lavoisier,p174,254.

**Aboiron, J et Hameury E. (2004).** Additifs alimentaires : les lécithines, université de Paris VAL de Marine, p 13.

**AFNOR 1980.** Lait et produit laitiers. Méthodes d'analyses. recueil des normes français, p150-189.

**AFNOR.1999.** Lait et produit laitieres.Volume1.5éme Ed. Paris .PP ; 117-341.

**Alais, C. (1984).** Science du lait – principes des techniques laitières. Paris, Editions Sepaic.4c éd, p 814.

**Anonyme. (2003).** Bactériologie. DCEM1. Université Paris –VI pierre et Marie Curie. Faculté de Médecine Pitié-SAL Pêtriére, p122.

**Aoust, J.V. (1989).** Salmonellain Foodborne bacterial pathogens (M.P. Doyle, édit). Marcel Dekker Inc., New York, 327-445processus technologiques (ed martin poillot). Paris/France; educatriéddtion, p205.

**Atin, D et Laurel B. (2018).** Currenttr in food borne humain listriosis. Journal of food safety commission. Japon; Vol6, n°1,p1-6.

-B-

**Béatrice, R et Multon, J-L. (2017).** Additifs auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires (4éme édition). Paris/France : TEC&DOC Lavoisier, P 166.

**Bernard, J et Alain, R. (2002).** Entérobactéries systématique et méthodes de diagnostic (médicales internationales). Londres -Paris - New York :TE&DOC Lavoisier, p1050.

**Boubendir,A-H. (2016).** Listeria et bactéries psychrotropes dans le lait : analyse spéciale (Editions universitaires européennes). France : Omini Scriptum Gmb H &CO.KG.

**Budhkar,YA., Bankar, SB., and Singhal., RS.(2014).** Microbiology of Cream and Butter Institut of Chemical Technology, Mumbai, India Elsevier Ltd,p 736.

**Budová, O., Baranová, M., Lauková, A., Rózańska, H., Rola,J.G.(2002).** Hygiene of pasteurized milk depending on psychrotrophic microorganisms. *Bulletin of the Veterinary Institute in Pulawy* 46, p 325-329.

**-C-**

**Carole, L-V. (2010).** Science et technologie du lait- Transformation du lait (3<sup>ème</sup> edition). Canada : MARQUIS, p223.

**Caplice,E and Fitzgerald,G F.(1999).** Food fermentations: role of microorganisms in food production and preservation. *International Journal of Food Microbiology*, vol 50, p 131–149.

**Cauty, I., Perreau, J-M. (2009).** Conduite du troupeau bovin laitier, 2<sup>ème</sup> ed, France : Guide France Agricole, p90.

**Charles, A., Guy, L., Laurent, M. (2003).** Biochimie alimentaire (5<sup>ème</sup> edition). Dunod, Paris : sciences sup, p167.

**Clément, J-M. (1978).** Dictionnaire des industries alimentaires. Paris New York Barcelone Milan: Masson,p185.

**Corinne M-L (1989).** Les aliments, France : Maloine, p92.

**Cossut, J., Defrenne, B., Desmedt, C., Ferroul, S., Garnet, S., Roelstraet, L., Vanuxem, M., Vidal, D., Humbert, S. (2002).** Les CorpsGras : Entre Tradition et Modernité. Projet réalisé dans le cadre du DESS QUALIMAPA (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires). Institut Agroalimentaire de Lille, Université des Sciences et Technologies de Lille, Institutd'Administration des Entreprises de Lille, p 64.

**Christiane, J., Jean-Noel , J. (2010).** Microbiologie alimentaire (6ème ed). Centre régionale de documentation d'Aquitaine. Académie de Bordeaux

**-D-**

**Derallas, C. (2007).** Microbiologie pratique pour le laboratoire d'analyses ou de contrôle sanitaire. Aliments. Produits cosmétiques. Eaux. Produits pharmaceutiques. France, Paris : éditionsLavoisier, p257.

**Dostállová, J. (2003).** LOW-FAT FOODS | Low-fat Spreads( <https://doi.org/10.1016/B0-12-227055-X/00716-1>) *Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition* (Second Edition)récupéré le 19 Avril 2019, <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B012227055X007161>.

**Ducauze,C-J. (2003).** Fraudes alimentaires approche réglementaire et méthodologie analytique Londres-paris-new York, p184.

**Décret n°88-1204 du 30 Septembre1988 .**Réglementant la fabrication et la vente des beurres et de certaines spécialités laitières.

-E-

**Ernst,J., Hans ,W., John, H .(2010).**AgroscopeLiebefeld-Posieux ALP, p25.

-F-

**FAO/WHO. (2007).**Standard for butter. Codex Stan 279, Revised 1<sup>e</sup>1999, Amended 2003 and 2006. Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations.

**FAO/WHO. (1995).** Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine(Alimentation et nutrition n° 28). <http://www.fao.org/3/t4280f/T4280F00.htm> .consulté 25 avril 2019,p209

**Federighi, M.(2005).** Bactériologie alimentaire (édcompidium d'hygiène des aliments 2). Paris/ Frances : ECONOMICA, p28.

**Fleurette, J.(1989).** In : Bactériologie Médicale, L. Le Minor L. & M. Véron(ed.), Flammarion Médecine Sciences, Paris, p773-794.

**Francis., Frederick, J. (2000).** Le beurre et les produits à base de beurre. Enclopidié des sciences et technologie de l'alimentation .India : willy, p226.

**Fredot, E. (2017).** Connaissance des aliments (4<sup>ème</sup> edition). Italie : Lavoisier TEC&DOC, p379.

**Food StandardsAgency. (2003).** Food alert: *Listeria* cases associated with dairy butter from Longley Farm, Holmfirth, West Yorkshire. Récupéré le: 11juin2019.<http://www.food.gov.uk/enforcement/alerts/2003/jul/listeriaworks>.

-G-

**Gadaga, T H., Mutukumira, A N.,Narvhus., J A. (2001).** Growth characteristics of candida kefyre and two strains of *Lactococcus lactis* subsp. lactis isolated from Zimbabwean naturally fermented milk. *International Journal of Food Microbiology*70, P11–19.

**Gerbaux, V. (1994).** In bactéries lactiques, vol II, Lorica, uriege,p 583-587.

**Germani,Y. (1994).** Apport de l'épidémiologie et des connaissances physiopathologiques sur les *Escherichia coli* agents d'entérites, pour leur diagnostic microbiologique et moléculaire lors de la coproculture. *Ann. Inst. Pasteur*, 5 (3), 175-195.

**Ghoddusi, H. (2014).** Microbiology of Cream, Butter, Ice Cream and Related Products. *Dairy Microbiology and Biochemistry*.

**Guillermo, H. (2010).** Sensory shelf life estimation of foodproducts. Boca Raton London New York: CRC Press Taylor & Francis Group, p1.

### -H-

**Haijoubi, E. H., Benyahya, F., Bendahou, A., Essadqui, F. Z., Behhari, M. E., El, A. F.,Barakat, A. (2017).** Etude de la qualité bactériologique de l'eau utilisée dans l'industrie agroalimentaire dans le Nord du Maroc. *Pan African Medical Journal*, p26. doi :10.11604/pamj.2017.26.13.10591.

**Haslay,C et Lerlec,H. (1993).** Microbiologie des eaux d'alimentation. Paris : Lavoisier Tec&Doc, 495p.

**Herrero,M., Castro-Puyana, E., Ibanez,A.,Cifuentes. (2013).** Compositional Analysis of Food (Laboratory of Foodomics, Institute of Food Science Research (CIAL-CSIC)), Madrid, Spain, p313.

**Hettinga, D. (2005).** Bailey'sindustrial oil and fat products. In Fereidoon Shahidi (Ed.), (6th ed.). Edible oil and fat products: Edible oils, Vol. 2. John Wiley& Sons, Inc.

### -I-

**IDF Standard 166:1993.** Butterand dairy spreadsTheInternational Dairy Federation (IDF) has introduced a standard toconcerning buttersand spreads. "Guidelines for Fat Spreads". These guidelines are intended provide a broad framework permitting the development of more specific group or individual.

**ISO-1738 :1997.** Beurre-Détermination de la teneur en sel.

**ISO-7238 :2004.** Beurre –Détermination du pH de la phase aqueuse.

**ISO-663 :2007.** Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination de la teneur en impuretés insolubles

**ISO 6321 :2002.** Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination du point de fusion en tube capillaire ouvert.

**ISO660 :1998.** Corps gras d'origine animale et végétale-détermination de l'indice d'acidité et de l'acidité.

**ISO-662 :1998.** Corps gras d'origines animale et végétale-détermination le teneur en matières volatiles.

**ISO -15213 :2003.** Microbiologie des aliments-Méthode horizontale pour dénombrement des bactéries sulfite réductrices se développant en condition anaérobies.

**ISO-11866-1 :1997.** Microbiologie des aliments-Méthode horizontale pour recherche et le dénombrement d'*E. Coli*-présumé- Technique du nombre plus probable.

**ISO6887-4 :2003.** Microbiologie des aliments préparation des échantillons de la suspension mère et décimal en vue l'examen Microbiologique.

**ISO : 4832 :2006.** Microbiologie des aliments-Méthode horizontale pour dénombrement des coliformes –Méthodes par compactage des colonies.

**ISO : 4833 :2003.** Microbiologie des aliments-Méthode horizontale pour dénombrement des microorganismes partie1 – compactage des colonies à30 °C.

**ISO -6579 :2002.** Microbiologie des aliments-Méthode horizontale pour la recherche des *salmonella* ssp.

**ISO-11290 :1997.** Microbiologie des aliments-Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement de *Listeria monocytogenes*.

**ISO-21528-1 :2004.** Microbiologie des aliments-Méthode horizontale pour recherche et le dénombrement des entérobacteriaceae.

**ISO -6888-1 :2003.** Microbiologie des aliments-Méthode horizontale pour dénombrement de *Staphylococcus* à coagulas positive (*staphylococcus aureus*) partie 1 : Technique utilisant le milieu gélosé de Baird-Parker.

**ISO-9297 : 1989.** Qualité de l'eau –Dosage des chlorures Titrage au nitrate d'argent Avec du chromate comme indicateur (Méthode de Mothr).

**ISO7889-2 :2000.** Qualité de l'eau. Recherches et dénombrement des entérocoques

**-J-**

**Jeantet, R., Croguennec, T., Mahaut M., Schuck, P., Brulé G. (2008).** Les produits laitiers. (Ed.), Paris ;Technique et documentation. Lavoisier, p157, 184.

**J.O.R.A 2017 :** Journal Officielles de la république Algérienne. Méthodes officielles d'analyse Physico-Chimiques et Microbiologiques.

**Jakon,E., Winkler,H., Haldemann, J .(2009).** Critères microbiologiques pour la fabrication du fromage. Edition agroscope liebefe-posieux forum n°78f. pp 5-17.

**-K-**

**Kanes, K- R. (2014).** Fat in food technology (second edition) Royal Agricultural University, Cirencester, Gloucester shire, UK.

**Karleskinnd, A. (1992).** Manuel des corps gras (2ème édition).Laitières Tec & Doc Lavoisier, Paris, Londres-paris-New York,P 959.

**Kaylegian, K E., Hartel, R W., Lindsay,R C.** Applications of modified milk fat in food products. *Journal of Dairy Science*,(1993): vol76, n°6, p1782-1796.

**Kornacki ,J.L., Flowers R.S., Robert L., Bradlay,J.R. (2001).** Microbiology of butter and related products. Dans: MARTH E.H., STEELE J.L. Applied dairy Microbiol,(2eme edition), revised and expanded, p128.

**Kornacki, J et Flowers, R. (1998).**Microbiology of butter and related products. Applied DairyMicrobiology, (eds. E. H. Marth& J. L. Steele), Marcel Dekker, New York. pp. 109–130.

**Kontkanen, H., Rokka, S., Kemppinen, A., Miettinen, H., Hellström, J., Kruus, K.,**

**Korhonen, H.**Enzymatic and physical modification of milk fat: A review.

International Dairy Journal, (2011):n° 21,p3–13.

**Krause, A. (2006).** Evaluation of Consumer Acceptance and StorageStability of Butter. (Under the direction of Dr. MaryAnne Drake.)

**-L-**

**Larbalétrier, A. (2015).** Traité pratique de la laiterie lait, crème, beurre, fromages (ed Garnier frère). Paris : MAXTOR,p121.

**Leclerc, H. (1993).** Les *Escherichia coli* responsables de diarrhées. *Arch. fr. Pédiatr*, n°50,p 57-67.

**Lee, C-L., Liao, H-L., Le, W-C., Hsu, C-K., Hsueh, F-C., Pan, J-Q., Chu, C-H., Wei, C-T., Chen, M-J.(2018).** Standards and labeling of milk fat and spread products in different countries. *Journal of food and drug analysis*, p 469- 480.

**Lopez C., Lesieur P, Bourgaux, C et al.** Thermal and Structural Behavior of Milk Fat. *Journal of Colloid and Interface Science*, (2001): V240, n°1, p150-161.

**Luquet,F., Corrieu, G.(2005).** Bactéries lactiques et probiotiques. Londres-Paris-New York : TEC et DOC, p45.

**LUQUET,M. (1990).** Lait et produit laitiers vache. Brebis. Chèvre. 2ème édition les produit laitiers transformation et technologies. APIRA /Paris ; technique et documentation Lavoisier, p456.

**-M-**

**Manfred, M., Nicolle M.(2008).** Précie des risques alimentaires 2ème éd, paris : Tec &DOC Lavoisier, p 3.

**Matallah AM, Bouayad L, Boudjellaba S, Mebkhout F, Hamdi TM, Ramdani-Bouguessa N.** *Staphylococcus aureus* isolated from selected dairies of Algeria: Prevalence and susceptibility to antibiotics, *Veterinary World*, (2019).12(2),205-210.

**McPhee, J.D & Griffiths, M.W. (2002).** *Pseudomonas spp. Encyclopedia of Dairy Sciences*, Vol. 4, Edited by Roginski, H., Fuquay W.J., Fox, F.P., Academic Press, p 2340-2350.

**Mert, B., Demirkesen, I.(2016).** Reducing saturated fat with oleogel/ shortening blends in a baked product. *Food Chem*, p199, 809, 816.

**Michael, D., McLagan, J., Smith, S. (2008).** Butter through the ages, institut pour le développement éducatif dynamique.

**Michel, M., Romain.J., Pierre.S.,Gérard,B. (2000).** Les produits industriels laitiers Tec & Doc Lavoisier, Paris, Londres-paris-New York p107-178.

**Motarjemi, Y et Lelieveld, H. (2014).** Food safety management – A practical guide for the food industry, Chapter: Hygiene in primary production – Fish hygiene, Publisher: ELSEVIER, Editors: d, pp.1-20.

-N-

**Nassef , N.(2001).** Le secteur de l'élevage du bétail en Tunisie. La revue de l'agriculture p 45, 25-27.

**Nadeem, M., Mahud, A., Imran, M., Khalique,A. (2001).** Enhancement of theoxidative stability of whey butter through Almond (*Prunusdulcis*) peel extract. *Journal Food Process. Preserv.* V39,n°6, p 591-598.

**NA-752 :1989.** Qualité de l'eau-Dosage du la somme du calcium et du magnésium-méthode Titrimétrie à l'EDTA.

**NE.1.2.429 :1989.** Corps gras d'origines animales et végétale-détermination de l'indice de peroxyde-Détermination avec arrêt iodométrique.

**NF T90-036** .Essais des eaux détermination de l'alcalinité (Titre alcalimétrique et titre alcalimétrique complet.

-O-

**(OMS., 2000).** Directives de qualité pour l'eau de boisson ; volume 2- critères d'hygiène.

-P-

**Perri J L.,1992b.** Evaluation des corps gras au cours de leurs utilisations alimentaires IN :A.karlechind, coord. Manuel de corps gras, Tec & doc, Lavoisier, paris, tome 2,10151032.

**Pierson M-D et Smoot L-M.(2001).**In food Microbiology: fundamentals and Frantiers, 2<sup>nd</sup>ed: ASM press, Washington, D.

-R-

**Raiffaud, Ch. (2017).** Transformer les produits laitiers frais à la ferme (3<sup>ème</sup> édition), groupe de recherche et d'échanges technologique et du réseau produit fermiers du ministère en charge de l'agriculture France : EDUCAGRI,p83.

**Ramet, J-P. (1993).** La technologie des fromages au lait de dromadaire (*Camelus dromedarius*), étude FAO PRODUCTION ET SANTE ANIMALE, Rome.

**Razzolini, M. T. P., Günther, W. M. R., Peternella, F. A. dos S., Martone-Rocha, S., Bastos, V. K., Santos, T. F. da S., & Cardoso, M. R. A. (2011).** Quality of water sources used as drinking water in a Brazilian peri-urban area. *Brazilian Journal of Microbiology*, 42(2), 560–566. doi:10.1590/s1517-83822011000200021.

**Regina, B-W.(2008).** INFLUENCE OF L-ASCORBIC ACID ADDITION ON THE CONTENT OF FATTY ACIDS IN BUTTER DURING STORAGE polish journal of food and nutrition sciences 2008, Vol. 58, No. 1, pp91-94.

**Rønholt, S., Mortensen, K., Knudsen, J.C. (2013).** The Effective Factors on the Structure of Butter and Other Milk Fat-Based Products. Comprehensive Reviews in Food Science and **Règlement (CE)n°2991 /94 du conseil, du 5 septembre 1994** établissant des normes pour les matières grasses tartinables

**Robert and Whitehurst. (2004).** Emulsifiers in food Technology. Trend in food science & Technology 16. Oxford, UK, p475-Food Safety, 12(5), 468–482. Doi : 10.1111/1541-4337.12022.

-S-

**Şerafettin, Çelik., Ihsan, Bakirci. (2000).** A Study on the Physical and Chemical Properties of Cookery- Type Butter, Pakistan: Journal of Biological Sciences, vol 3, n°4, p596-598.

**Sieber,R.,Badertscher R. Eyer H. Fuchs D. Nick B. (1996).** Beitrag zurkenntnis der Zusammensetzung von schweizerischem voll-, Halb- und Kaffeerahm. Mitt. Gebiete lebensm. Hyg.p87, 103,110,653.

**Spreer, E. (1998b):** Fabrication de beurre. Le lait et les produits laitiers Technologie Produit, Spreer, E., Marcel Dekker, Inc., New York,p 203-241.

**Sutra L., Fedrighi M., Jouve J.L. (1998).** Manuel de bactériologie alimentaire. Edition,polytechnical, Paris,p133-159.

-T-

**TamimeA.Y. (2009).** Dairy Fats and Related Products.The Society of Dairy Technology (SDT),p302.

**Tompkin, R-B. (2002).** Control of *Listeria monocytogenes* in the foodprocessing environment. *J. Food Prot.* 65, p709–725.

-V-

**VanLent K., Vanler bergh B., van Oostveldt P., Thas O., vander Meeren P.** Determination of water droplet size distribution in butter: pulsed fieldgradient NMR in comparison with confocal laser scanning microscopy. *IntlDairy J.* (2008): v18, p12–22.

**Van Dalen,G. (2002).** Determination of the water droplet size distribution offat spreads using confocal laser scanning microscopy. J Microsc208, p116–33.

**Varnam, A. H., Sutherland, J. P. (2001).**Milk and Milk Products; Technology, Chemistry and Microbiology. Aspen Publishers, Gaithersburg, Maryland.

**Vierling, E. (2008).**Aliments et boissons, filières et produits (3<sup>ème</sup>edition). Paysbas, scérén CRDP AQUITAINE, p38.

**-Y-**

**Yunna, Wang et al.(2017).** Effect of Melting Point on the Physical Properties of Anhydrous Milk Fat. OP Conf. Series: Materials Science and Engineering,p274.  
doi:10.1088/1757-899X/274/1/012072.

**-Z-**

**Zagorec, M et al(2013).** Flores protectrices pour la conservation des aliments. Paris : Quæ, p 45.

**Zare, M., Razavi, R., Raeisi, M., SH. Javadi H., Hashemi,M.** Antibacterial Effects of (2014) Monolaurin, Sorbic Acid and Potassium Sorbate on *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*. *Journal of Food Quality and Hazards Control* 1 (2014) 52-55.

## Résumé

Le contrôle microbiologique et physico-chimique des produits alimentaires destinés à la consommation humaine est indispensable pour éviter tout risque de contamination et veiller sur la santé du consommateur. Ce travail est porté sur l'étude comparative de la DLC, en réalisant des analyses physicochimiques et microbiologiques du beurre lactique sans conservateurs et du beurre reconstitué avec conservateur, fabriqués au niveau de «CEVITAL». Les analyses microbiologiques des matières premières et des produits finis montrent l'absence totale des germes recherchés. Ces deux beurres ont montré des caractéristiques physicochimiques dépassant pas le seuil d'acceptabilité, conformes aux normes fixées par les entreprises Algériennes. L'évaluation de la stabilité oxydative de beurre reconstitué s'est révélée plus stable ce qui met en évidence le rôle d'acide acétique et l'acide sorbique comme conservateurs alimentaires.

**Mots clé :** beurre lactique, beurre reconstitué, analyses physico-chimiques, analyses microbiologiques, DLC, conservateurs alimentaires.

## Abstract

The microbiological and physico-chemical control of food products aimed to the human consumption is essential to avoid any risk of contamination and protect the consumer. The aim of this work is the comparative study of shelf life by carrying out physicochemical and microbiological analyses of lactic butter without preservatives and reconstituted butter with preservatives, manufactured at the level of "CEVITAL". Microbiological analyses of raw materials and finished products show the absence of these two butters showed physico-chemical characteristics that did not exceed the acceptability threshold, in accordance with the standards set by Algerian companies. The assessment of the oxidative stability of reconstituted butter has been shown to be more stable, highlighting the role of acetic acid and sorbic acid as food preservatives.

**Key words:** lactic butter, reconstituted butter, microbiological control, physico-chemical control, shelf life, food preservatives.

## ملخص

ضرورة الفحص الميكروبيولوجي والفيزيكيميائي للمنتجات الغذائية الجاهزة للاستهلاك تتمثل في تفادي التلوث وبالتالي فحص صحة المستهلك. ضمنون هذا العمل يتمثل في مقارنة نهاية مدة الصلاحية لنوعين من الزبدة من إنتاج سيفيتال ، زبدة تحتوي على خميرة لبنية و زبدة بدون حافظ معاد تكوينها بحافظ غذائي. التحاليل الميكروبيولوجية و الفيزيكيميائية للمواد الأولية و المنتجات الجاهزة، تبين صلاحية المنتجين للاستهلاك. الاستقرار التأكسدي للزبدة المعاد تكوينها يعود إلى استعمال الحمض السوربيك و حمض الجليك كمواد حافظة غذائية.

**الكلمات المفتاح:** زبدة تحتوي على خميرة لبنية، زبدة معاد تكوينها، نهاية مدة الصلاحية، تحليل ميكروبيولوجي، تحليل فيزيكيميائي، مواد حافظة غذائية.