République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

DEPARTEMENT DES SCIENCES ALIMENTAIRES

# Némoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du Diplôme d'ingénieur d'Etat En

« Contrôle de qualité et analyse»

**Thème** 

Analyses physico-chimiques et microbiologiques du lait UHT partiellement-écrémé VIVA Produit par l'unité TCHIN-LAIT/CANDIA

Membres de Jury:

Présenté par :

Présidente : M<sup>elle</sup> ACHAT S.

M<sup>elle</sup>: HAMADACHE Rezkia

Promotrice: M<sup>me</sup> BENAZOUZ L.

Melle: ZIANI Ferroudja

**Examinatrice:** M<sup>me</sup> **BOULKBECHE** L.

Examinatrice: M<sup>me</sup> FELLA S.

Promotion 2012/2013



## Remerciements

Nos remerciements à ALLAH le clément, le tout puissant qui nous a

Procuré la patience, la force et le courage d'aller au bout de notre objectif

 $\mathcal{N}$ os remerciements à notre promotrice,  $M^{me}$ Benazouz L, pour nous avoir encadrées,

En nous faisant bénéficier de ses connaissances, de son aide et de ses conseils et orientations

**N**os remerciements vont également :

AM<sup>lle</sup> Achat pour l'honneur qu'elle nous fait de présider notre jury et à M<sup>me</sup> Boulekbeche et M<sup>me</sup> Fella qui nous ont fait l'honneur d'examiner se modeste travail.

En guise de respect et de gratitude, nous tenons à exprimer nos remerciements à l'organisme d'accueil Tchin-lait/Candia, et à son PDG M<sup>r</sup>BERKATI, pour nous avoir fait le grand honneur de nous accepter comme stagiaires au sein de son entreprise.

Un remerciement particulier pour M <sup>er</sup> Ziani L. et tout le personnel du laboratoire physicochimique et bactériologique pour la gentillesse, l'aide et leurs précieux conseils, un grand merci pour vous tous.

En fin nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont contribué de prés ou de loin à la réalisation de ce travail.

Kouka, ferrodja



# Dédicaces

En ce moment chaleureux dans ma vie, je tiens à remercier

Tout d'abord le bon DIEU le tout

Puissant qui m'a procuré du courage et de la volonté pour réaliser

Ce modeste travail que je dédie :

A la mémoire de ma sœur défunte à la fleur de l'âge son rêve fut la réussite dans les études en particulier avant celle de la vie en générale j'espère le réaliser pour nous deux

A mon cher père qui a été un exemple pour moi, et qui a veillé à ma réussite, Symbole de reconnaissance et de remerciement sur tout ce qu'il ma donné dans ma vie

Et à qui je ne pourrais le rendre assez

A ma chère maman qui m'a appris à être une femme, je la remercie pour sa

Confiance et ses sacrifices et à réussir notre éducation

A mes deux chers frères MOHAND et ZINOU que j'aime et à qui je souhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussite.

 $\mathcal{A}$  ma grand-mère, mes oncles et mes tantes

A mes cousines et cousins

A ma binôme FERRODJA

A ma copine de chambre et amie WARDIA à qui je souhaite un bon courage pour

La suite de ses études

A toutes mes amies surtout NESMA, LINDA, FERRODJA.

 $\mathcal{A}$  tous ce qui me connaissent et à toute la promotion CQA 2012/2013

<u>Kouka</u>



### J'ai le plaisir de dédier ce modeste travail à

- Mes chers parents qui ont tout sacrifié pour moi et dont les mots sont insuffisants pour exprimer toute ma gratitude et mon profond amour qu'ils trouveront ici. Je les remercie pour leur confiance et « que Dieu leurs accordent une très longue vie ».
- Mes adorables frères, sœur et belles sœurs (Lakhder, Khallef, Slimane, Boubkeur, Noura, Ghania, Malia, Meriem).
- Ma cher binôme REZKIA pour le parcours que nous a fait ensemble ainsi
  qu'à toute sa famille.
- Tous mes amis (es) (Djidji, , Ouahiba et son maré Lamnaouar , Dalilla Samira, Soraya, Samra, kahina, Salima , Nawel , Aldja, Siham , yamina , Zineb, Zahra, Nassima , Nouria, Sara , Djamel , Malek , , Lynda, Fazia...
  - Atouts(es) mes cousins et mes cousines.
- **♦** Mes chers neveux (Amine, Ahmed Yassine)
- **◆ Toute la promotion CONTROLE DE QUALITE et ANALYSE (2013).** 
  - Tous les résidents d'Aamriw,
- ◆ Tout le personnel de CANDIA surtout ceux de laboratoire.
  - Enfin, à tous ceux de prés ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail, en guise de reconnaissance.

<u>Ferroudja .z</u>

## Sommaire

Liste des abréviations
Liste des tableaux
Liste des figures
Introduction
Chapitre I : Généralités sur le lait
I-1) Définition du lait2
I-2) Composition générale du lait de vache2
I-3) Propriétés du lait
I-4) Différents types de lait5
I-5) Procédés de conservation
I-6) La valeur nutritionnelle du lait8
Chapitre II : le lait UHT partiellement-écrémé9
II-1) Historique9
II-2) Définition du lait U.H.T. partiellement-écrémé9
II-3) Composition chimique du lait U.H.T. partiellement-écrémé9
II-4) Caractéristiques exigées
II-5) Influence du traitement thermique sur la valeur nutritionnelle du lait
II-6) Avantages et inconvénients du procédé lait U.H.T
II-7) Processus technologique du lait UHT partiellement-écrémé « VIVA »
11
II-8) Emballage tétra pack
II-9) Nettoyage et désinfection
Partie pratique
Matériel et méthodes
I) Présentation de l'organisme d'accueil17
II) Prélèvements et échantillonnages
II-1) Stérilisation du matériel de prélèvement
II-2) Nature et origine des prélèvements
III) Analyses physicochimiques

III-1) Mesure du potentiel d'hydrogène « PH »22
III-2) Mesure du titre hydrotimétrique « TH »
III-3) Détermination du taux d'humidité
III-4) Détermination de la densité24
III-5) Détermination de l'acidité24
III-6) Détermination du taux de la matière grasse (Méthode acido- butyrométrique GERBER)
25
III-7) Détermination de l'extrait sec totale « E.S.T. »
III-8) Détermination d'extrait sec dégraissé « E.S.D. »
III-9) Tests de stabilité
III-10) Le poids
IV) Analyses microbiologiques29
IV-1) Analyse de l'eau29
IV-2) Analyse de la poudre de lait
IV-3) Analyses du produit fini40
IV-3-1) Analyse du produits fini par la méthode classique40
IV-3-2) Analyse du produits fini par le test à la résazurine41
IV-3-3) Analyse du produits fini par la cytométrie en flux42
Résultats et interprétations
I) Résultats et interprétations des analyses physico-chimiques46
I-1) Résultats de l'analyse de l'eau
I-2) Résultats de l'analyse de la poudre du lait47
I-3) Résultats de l'analyse de lait reconstitué48
I-4) Résultats de l'analyse du produit fini
II) Résultats et interprétations des analyses microbiologiques51
II-1) Résultats de l'analyse microbiologiques de l'eau51
II-2) Résultats de l'analyse microbiologiques de La poudre du lait51

II-3) Résultats des l'analyses microbiologiques du produit fini	52
II-3-1) Résultats de la méthode classique	52
II-3-2) Résultats du test à la résazurine	52
II-3-3) Résultats du test a la cytométrie en flux	53
Conclusion.	54
Références bibliographiques	55
Annexes	

## Liste des abréviations

**AFNOR : A**ssociation Française de **NOR**malisation

**APV**: Aseptique Process Valve (vanne de process aseptique).

BCPL: Bouillon Lactosé au Pourpre de Bromocrésol

BLBVB: Bouillon Lactosé Bilié au Vert Brillant

**CF**: Coliformes Fécaux

CMF: Cytométrie en Flux

CSR: Clostridiums Sulfito-Réducteur

**CT:** Coliformes Totaux

**D**° : **D**egré **D**ornic

**D/C: D**ouble Concentration

DF: Date de Fabrication

DLC: Date Limite de Consommation

**DPCC:** Diluant Pour Contre Colorant

EDTA: Ethylène Diamine Tétra Acétique

ESD: Extrait Sec Dégraissé

**EST:** Extrait Sec Totale

°F: Degré Français

FAO: Food and Agricultural Organisation

**FPD:** Freeze **P**oint **D**épression (point de congélation)

FTAM: Flore Totale Aérobie Mésophile

JORA: Journal Officiel de la République Algérienne

Lact: Lactose

LR: Liquide de Ringer

MAX: Maximum

MIN: Minimum

MP: Matière Protéique

MG: Matière Grasse

MGLA: Matière Grasse Laitière Anhydre

**NET:** Noir Eriochrom T

NPP: Nombre le Plus Probable

OMS: Organisation Mondiale de la Santé

ONIL: Office Nationale Interprofessionnel du Lait

PAE: Prélèvement Automatique d'Echantillon

PCA: Plate Count Agar

PMT: Photo MulTiplicateur

SARL: Société A Responsabilité Limité

S/C: Simple Concentration

TR: Tank de Reconstitution

TS: Tank Stérile

UFC: Unité Formant Colonie

**UHT:** Ultra **H**aute **T**empérature

**UV:** Ultra Violet

VF: Viande Foie

VRBL: gélose Lactosé Biliée au cristal Violet et au Rouge neutre

## Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
N°		
I	Composition générale du lait de vache.	3
II	Composition du lait U.H.T. partiellement-écrémé	9
III	Analyses physico-chimiques du lait partiellement-écrémé « VIVA »	21
IV	Les différents germes recherchés	29
V	Mode opératoire des germes recherchés dans l'eau de reconstitution	30
VI	Mode opératoire des germes recherchés dans la poudre du lait	35
VII	Résultats des analyses physico-chimiques de l'eau	Annexe
VIII	Résultats des analyses physico-chimiques de la poudre du lait partiellement-écrémé	Annexe
	14,5% MG	
IX	Résultats des analyses physico-chimiques du lait reconstitué	48
X	Résultats des analyses physico-chimiques du produit fini	Annexe
XI	Résultats des analyses microbiologiques de l'eau	51
XII	Résultats des analyses microbiologiques de la poudre du lait	52
XIII	Résultats des analyses microbiologiques du produit fini	52

# Liste des figures

Figure	Titre	Page
1	Diagramme de fabrication du lait U.H.T. partiellement-écrémé « VIVA »	16
2	Organigramme de l'entreprise Tchin-lait/Candia	18
3	Protocole de recherche de la F.T.A.M. dans l'eau de reconstitution	31
4	Protocole de recherche des coliformes dans l'eau de process	32
5	Protocole de recherche des streptocoques fécaux dans l'eau de process	33
6	Protocole de recherche des Clostridium sulfito-réducteur dans l'eau de process.	34
7	Protocole de préparation de la solution mère de la poudre du lait.	36
8	Protocole de recherche de la F.T.A.M dans la poudre de lait.	37
9	Protocole de recherche des coliformes totaux dans la poudre du lait.	38
10	Protocole de recherche de C.S.R. dans la poudre de lait	39
11	Protocole de l'analyse du produit fini par la méthode classique	40
12	Protocole de l'analyse du produit fini par le test à la résazurine.	42
13	Protocole de l'analyse du produit fini par la cytométrie en flux.	45
14	Résultats de PH des eaux analysées	46
15	Résultats de TH des eaux analysées	46
16	Résultats des analyses effectuées sur la poudre de lait	48
17	Variation de l'E.S.T. au niveau des tanks de reconstitution	49
18	Variation de M.G au niveau des tanks de reconstitution	49
19	Variation de la M.G. dans le produit fini	50
20	Résultats du test à la résazurine	53
21	Résultats du test à la cytométrie en flux	
22	Appareille de mesure de la composition du lait, Milko-Scan <sup>TM</sup> Minor.	Annexe
23	Le cytometre BECKMAN Coulter de type FC 500.	Annexe
24	Conditionneuse A3 Speed.	Annexe

#### Introduction

Le lait et les produits laitiers occupent une place prépondérante dans la ration alimentaire des Algériens ils apportent la plus grosse part de protéines d'origine animale. En regard de son contenu en énergie métabolisable, le lait présente une forte concentration en nutriments.

Les besoins algériens en lait et produits laitiers sont considérables. Avec une consommation moyenne de 115 litres de lait par habitant et par ans, estimée en 2010, l'Algérie est le plus important consommateur de lait dans le Maghreb. (**Transaction d'Algérie**, 2010)

La consommation nationale s'élève à environ 3 milliards de litres de lait par ans, la production nationale étant limitée à 2,2 milliards de litres, dont 1,6 milliard de lait cru. C'est donc près d'un milliard de litres de lait qui est ainsi importé chaque année, majoritairement sous forme de poudre de lait". Le marché algérien du lait est dominé par le secteur privé.

19 laiteries publiques et 52 laiteries privées (Transaction d'Algérie, 2010).

La demande du consommateur s'oriente de plus en plus vers des produits innovants et à qualité constante. Ainsi, l'industrie doit exploiter toutes les richesses de cet aliment à la fois si simple en apparence et si complexe dans sa composition (**Pougheon**, **2001**).

Le besoin de l'homme à la disponibilité du lait, l'a poussé à l'innovation de nouvelle technologie permettant sa conservation pendant une longue durée, donc il a pensé à la stérilisation U.H.T. (Ultra Haute température).

Ce traitement occupe une place de choix parmi les traitements de conservation du lait. La température élevée employée (140°C) permet la destruction totale des micro-organismes initialement présents permettant ainsi l'obtention d'un produit dit "à longue durée de conservation" (3 à 4 mois). D'autre part, la rapidité de ce traitement (quelques secondes) permet de conserver les qualités organoleptiques et nutritionnelles du lait. (Guiraud, 1998).

Au niveau de la wilaya de Bejaia seulement, plusieurs laiteries (environ huit) sont construites et peuvent couvrir les besoins de leurs clients. Parmi lesquelles on trouve la laiterie « Tchinlait/Candia ».Notre travail a été réalisé au sein de cette entreprise est dans le but du contrôle microbiologique et physicochimique du lait U.H.T. partiellement-écrémé « VIVA » tout au long du processus de fabrication, afin de vérifier la conformité du produit aux normes et d'apprécier sa qualité marchande.

#### I) Généralités sur le lait

#### I-1) Définition du lait

Le lait destiné à l'alimentation humaine peut être défini selon sa provenance par le congrès internationale de la répression des fraudes en 1909 comme suite : « le lait est le produit intégrale de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée, sans rien y ajouter ou en soustraire. Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum » (**Luquet, 1985**).

La définition lait sans indication de l'espèce animale de provenance est réservée uniquement au lait de vache. Tout lait provenant d'une femelle laitière autre que la vache devra être clairement caractérisé (Leseur et Melik, 1985).

Le lait peut être défini selon son aspect physique et sa composition comme un liquide opaque, mat, plus au moins jaunâtre selon sa teneur en -carotène de la matière grasse, deux fois plus visqueux que l'eau, de saveur légèrement sucré constituant un aliment complet et équilibré, avec une odeur peut marquée mais reconnaissable.(Aboutayeb, 2011).

Schématiquement on peut considérer le lait comme une émulsion de matière grasse dans une solution aqueuse comprenant de nombreux éléments dont les uns sont à l'état dissous et les autres sont à la forme colloïdale.

#### I-2) Composition chimique du lait

En plus des principaux constituants du lait qui sont résumés dans le tableau si dessous, on trouve encore d'autres constituants dits « constituants mineurs » : Enzymes, Vitamines, Pigments (Carotènes, Xanthophylle, Riboflavine), Matières étrangères. (Aboutayeb, 2011).

Tableau I : Composition générale du lait de vache (Aboutayeb, 2011)

Constituants	Composition moyenne %
EAU	86,9
Matière grasse	3,9
Protéines et composés azotés non protéiques	3,2
Glucides	5,1
Matière saline	0,9

#### I-3) Propriétés du lait

#### I-3-1) Propriétés physico-chimiques

La connaissance des propriétés physico-chimiques du lait revêt une importance incontestable car elle permet de mieux évaluer la qualité de la matière première et de prévoir les traitements et opérations technologiques adaptés (**Aboutayeb**, **2011**).

#### a) Acidité

A la sortie du pis de la vache, le lait présente une certaine acidité. Cette dernière est due principalement à la présence des protéines, des substances minérales (phosphate) et des acides organiques principalement par l'acide citrique. On l'appelle l'acidité apparente ou naturelle. Elle varie entre 0 ,13 et 0,17% d'équivalent d'acide lactique. (**Vignola, 2002**).

En se développant les bactéries lactiques vont former de l'acide lactique par fermentation du lactose. Cette nouvelle acidité se nomme acidité développé.

L'acidité titrable est une mesure des deux acidités définies précédemment.

Acidité titrable = Acidité naturelle + Acidité développé

La mesure de l'acidité titrable s'exprime couramment de deux façons : soit en pourcentage (%) d'équivalents d'acide lactique, soit en degré dornic (°D) (**Vignola, 2002**).

#### b) Point de congélation

Le lait congèle au dessous de zéro à une valeur constante et légèrement inferieure à celle de l'eau puisque la présence de solides solubilisés abaisse le point de congélation, qui peut varier de -0 ,530 à -0 ,575°C.

Cette caractéristique est utilisée de plus en plus pour déceler la fraude par mouillage avec un point de congélation supérieur à -0,530. (**Vignola, 2002**).

L'écrémage ne modifie pas le point de congélation par contre l'acidification du lait ou l'addition des sels minéraux abaisse le point de congélation (**Luquet**, **1985**).

#### c) Point d'ébullition

A pression atmosphérique normale, le point d'ébullition de l'eau est de 100,5°C. Comme pour le point de congélation, le point d'ébullition est influencé par la présence de solides solubilisés. Par conséquent il augmente avec la concentration du lait et diminue avec la pression (**Aboutayeb**, **2011**).

#### d) Densité

La densité est le rapport de la masse volumique avec celle de l'eau.

La densité du lait à 15°C est en moyenne 1,032(1,028-1,035). Elle est la résultante de la densité de chacun de ses constituants (**Aboutayeb**, **2011**).

#### I-3-2) Propriétés microbiologiques

Du fait de sa composition physico-chimique, le lait est un excellent substrat pour la croissance microbienne. De ce fait on trouve que le lait comporte une flore originelle et une flore de contamination.

#### a) Flore originelle

Le lait qui sort du pis de vache est pratiquement stérile (Vignola, 2002).

Des micro-organismes peuvent se trouver dans le lait lorsqu' il est issu d'un animal malade.

Ils sont généralement pathogènes et dangereux du point de vue sanitaire comme il s'agit d'agents de mammites : streptocoques (streptococcus), staphylocoques etc. (Guiraud, 2003).

#### b) Flore de contamination

La flore de contamination est l'ensemble de micro-organismes contaminants le lait, de la récolte jusqu'à la consommation (Lamontagne *et al.*, 2002).

Le lait au cours de la traite, du transport et du stockage, est contaminé par une grande variété de micro-organismes. Une partie seulement d'entre eux peut se multipliée dans le lait, si la température et le milieu leur sont favorables (**Larpent, 1996**).

#### I-3-3) Propriétés organoleptiques

#### a) Couleur

Le lait est un liquide de couleur blanche, plus au moins jaunâtre selon la teneur de la matière grasse en B-carotène (Gaursaud, 1985).

#### b) Odeur et saveur

La saveur normale d'un bon lait est douce, agréable et légèrement sucrée. Elle se compose de son gout et de son odeur. Généralement le lait sent bon et a un bon gout. Son odeur est un indice important de sa qualité. La présence d'une mauvaise odeur dans le lait reflète un problème dans sa manipulation et sa conservation (Amiot et al., 2002).

#### I-4) Différents types de lait

#### I-4-1) Lait cru

Ce lait ne subi aucun traitement autre que la réfrigération mécanique immédiate après la traite à la ferme qui à remplacé le refroidissement à l'eau fraiche (à environ 15°C).

Pour être vendu, il doit répondre à des prescriptions réglementaires sur sa composition et l'état sanitaire des vaches d'où il est tiré, il doit être conditionné sur le lieu même de production et subir de nombreux contrôles.

La mention « lait cru » ou « lait cru frais »est obligatoire sur l'emballage. Sa limite de consommation correspond au lendemain du jour de la traite (**Cniel**, **2000**).

#### I-4-2) Lait pasteurisé

Ce lait fait l'objet d'une pasteurisation à 63°C pendant 30 minutes ou d'une pasteurisation instantanée à 95°C (**Plusquellec, 1991**).

Le lait pasteurisé conditionné est prévu avoir une durée de conservation de sept jours au maximum à 6°C après conditionnement (Goursaud et al., 1998).

#### I-4-3-) Lait stérilisé

La stérilisation simple est un procédé de longue conservation. Préalablement conditionné dans un emballage hermétique, le lait est chauffé à 115°C pendant 20 minutes puis rapidement refroidi.

Peut être consommé dans un délai de 15 jours s'il est placé dans un local dont la température n'excède pas 15°C (Cniel, 2000).

#### I-4-4-) Lait U.H.T. (Ultra Haute Température)

Ce procédé permet d'écourter le temps de chauffage. Le lait U.H.T. est un lait chauffé en débit continu à une température de 140°C pendant quelques secondes, refroidi à la température ambiante et emballé aseptiquement. Dans ce cas les qualités gustatives du lait sont préservées (Cniel, 2000).

#### I-4-5) Lait aromatisé

Lait auquel on ajoute un ingrédient qui lui confère de la saveur. Le plus connu des laits aromatisés est sans doute le lait au chocolat. Il existe plusieurs autres laits aromatises dont les laits malts, laits à saveur de fruits ou de vanille et les boissons au lait contenant du jus de fruit, la plus part des laits aromatises est fabriquée avec le procédé U.H.T. (Cniel, 2000).

#### I-4-6) Lait en poudre ou lait sec

C'est un lait qui à perdu la quasi totalité de son eau (environ 96%) pour ne conserver que son extrait sec (Cniel, 2000).

#### I-4-7) Lait infantile

Ce sont des laits en poudre spécialement conçu pour s'adapter aux besoins des nourrissons. Leur dénomination légale est : aliment lacté diététique pour nourrisson (Cniel, 2000).

#### I-4-8) Lait fermenté

Le lait fermenté est un produit laitier frais fabriqué avec tous types de lait (chèvre, vache, poudre....) ayant subi un traitement thermique au moins équivalent à la pasteurisation, et ensemencé avec des microorganismes appartenant à l'espèce ou aux espèces caractéristiques de chaque produit (Elisabeth, 2008).

#### I-5) Procédés de conservation

#### I-5-1) Par le froid

Actuellement le froid est un moyen très pratique de conserver les aliments, tout en préservant leurs qualités nutritionnelles et organoleptiques.

#### a) Réfrigération

Est une technique de semi-conservation qui consiste à placer les données dans une enceinte maintenu vers +5°C. Cette température freine les développements des germes mésophiles, par contre ce traitement est sans effet sur les psychrophiles, qui se développent à la température de réfrigération. (Gosta, 1995).

#### b) Congélation

Est un procédé physique qui à pour but la conservation prolongée par le froid. Le but est souvent d'inhiber, retarder ou arrêter d'une part les réactions enzymatiques dans le produit alimentaire et d'autre part la croissance des microorganismes.

#### I-5-2) Par la chaleur

Contrairement à l'action du froid, la chaleur permet de détruire les microorganismes et non inhiber simplement leur développement. D'autre part elle vise à détruire les enzymes qui peuvent impliquer la détérioration du lait, ce qui permet l'amélioration de la qualité de ce dernier.

#### a) Pasteurisation

Est un processus de traitement thermique qui vise à détruire certains microorganismes présents dans un produit, alors ce processus consiste à chauffer l'aliment jusqu'à une certaine température, souvent inferieure à 100°C, elle est employée pour les aliments qui nécessitent uniquement la destruction des germes pathogènes ou toxinogenes.

#### b) Stérilisation

Elle vise à la destruction totale des microorganismes et des spores présentes dans le produit, la stérilisation consiste à chauffer le produit alimentaire au-delà de 100°C pour lui assurer une conservation prolongée (Veisseure, 1979).

Pour cette raison, le traitement de « stérilisation »vise en pratique à obtenir un produit restant stable au cours d'une longue conservation de 3 mois.

#### I-6) Valeur nutritionnelle du lait

Le lait est un aliment complet à l'état naturel contenant plusieurs éléments nutritifs indispensables. Sa valeur énergétique est de 700 Kcal/L. le lactose est le sucre prédominant dans le lait il est connu pour jouer un rôle important dans la formation et la croissance du système nerveux des mammifères (synthèse de galactosides (**Thapon**, 2005).

L'organisation mondiale de la santé estime que le lait devrait fournir :

- 75% à 100% des calories nécessaires pendant les deux premières années de la vie.
- 50% entre la troisième et la cinquième année.
- 25% au cours de la puberté (**Dudez**, 2002).

Pour les nouveau-nés, les protéines du lait constituent une source protéique adaptée aux besoins de croissance durant la période néonatal. (**Derby**, **2001**).

#### II) Lait U.H.T. partiellement-écrémé

#### II-1) Historique

Le principe du lait traité à ultra haute température est connu depuis prés d'un siècle : déjà en 1893, on avait construit des appareils pouvant traiter le lait à 125°C pendant 6 minutes.

En 1909, il existait un système tubulaire à débit continu capable de chauffer le lait à 130-140°C. Mais ce n'est qu'en 1951 qu'il fut possible de l'emballer aseptiquement par le procédé « Marting Canning ». Dix ans plus tard (1961), la compagnie Tétra pack en suède, offrait la première emballeuse aseptique commerciale satisfaisante. (Aboutayeb, 2011).

#### II-2) Définition du lait U.H.T. partiellement-écrémé

Le lait partiellement-écrémé est un lait stérilisé par Ultra haute température dont la teneur en matière grasse a été ramenée à une valeur de 1,6% (16 grammes par litre de matière grasse). Des additifs alimentaire peuvent être ajouté à ce type de lait telques, les vitamines et les minéraux. En donne comme exemple le lait partiellement écrémé « VIVA » qu'est un lait enrichi en 11 vitamines : vitamine du groupe B (B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, B<sub>3</sub>, B<sub>5</sub>, B<sub>6</sub>, B<sub>8</sub>, B<sub>9</sub>, B<sub>12</sub>), vitamine A et E pour faire le plein de vitalité, ainsi que la vitamine D, qui aide à fixer le calcium dans les os .

#### II-3-) Composition chimique du lait U.H.T. partiellement-écrémé

La composition chimique moyenne du lait U.H.T. partiellement est rapportée dans le tableau suivant :

Tableau II: Composition du lait U.H.T. partiellement-écrémé (Feinberg et al., 1998).

Teneurs moyenne (g/kg)
896
104
5
31,9
15,7
45,3

#### II-4) Caractéristiques exigées

Selon la réglementation algérienne, le lait U.H.T. doit être :

- Stable à l'alcool.
- Sans coagulation, précipitation ni floculation à l'ébullition.
- Sans défaut organoleptique tel que la protéolyse et les anomalies du gout et d'odeur.
- Sans acidité titrable
- les germes aérobies à 30°c doivent être inférieurs à 10 germes par
   0,1 ml. La variation du PH doit être inferieur à 0.2 unité de fait de l'incubation
   (J.O.R.A. N°69-1993; N°35-1998).

#### II-5) Influence du traitement thermique sur la valeur nutritionnelle du lait

Aucun des traitements mis en œuvre n'est réellement inoffensif, et entraîne toujours quelques pertes de valeur nutritionnelle.

Le chauffage peut provoquer une diminution de la valeur nutritionnelle du lait par altération des acides aminés et des vitamines (**Mahaut** *et al.*, 2000).

#### II-5-1) Acides aminés

Le chauffage accélère la réaction de Maillard : il se forme un complexe entre la lysine et le lactose (sucre réducteur), appelé « composé d'Amadori » qui se décompose en acide levulique et formique. Ces molécules ont la propriété d'activer les bactéries lactiques. Parallèlement, il y a apparition d'un goût de cuit et de brunissement (**Mahaut** *et al.*, **2000**).

#### II-5-2) Vitamines

Seuls la thiamine, la cobalamine et l'acide ascorbique sont réellement thermosensibles, les autres vitamines ne sont peu ou pas détruites à l'abri de l'air ou de lumière.

Les procèdes modernes de pasteurisation, de stérilisation en flux continu (procédé U.H.T.) ou de séchage (par atomisation), modifient peu les teneurs en vitamines du lait (**Mahaut** *et al.*, **2000**).

#### II-6) Avantages et inconvénients du procédé U.H.T.

#### II-6-1) Avantages

Le lait U.H.T. est considère comme une révolution importante en technologie laitière depuis l'événement de la pasteurisation H.T.S.T. (High-température-short time). (Carole - Vignola, 2002).

Ce procédé offre en particulier le double avantage d'une longue conservation du lait de consommation sans réfrigération. La destruction en devient plus économique, puisqu'elle peut être étendue sur un délai hebdomadaire. (Lamontagne, 2002).

Une stérilisation U.H.T. bien conduite permet une conservation de la plupart des vitamines du lait, même pour les vitamines thermosensibles B1, B12 et l'acide folique. (Au maximum 20% des vitamines sont détruites lors du chauffage).

Le traitement U.H.T. limite aussi la modification de la matière grasse, une faible dénaturation des protéines et une précipitation partielle des sels minéraux, ajoutant qu'il améliore la digestibilité des protéines dans l'estomac, ce qui fait de cet aliment de bonne qualité nutritionnelle presque semblable à celle du lait frais (**Debry**, **2005**).

#### II-6-2) Inconvénients

Au cours du stockage, le lait U.H.T. peut présenter deux types d'instabilités :

- La formation des sédiments, dont une couche est de nature protéique
- L'augmentation de sa viscosité au cours du temps, jusqu'à la formation éventuelle d'un gel, ces inconvénients se rencontrent lors de défaut de fabrication. (Dalgleach, 1992).

De plus, les traitements U.H.T. ne parviennent pas à inhiber totalement les activités de protéolyse dues à des protéases extracellulaires de certaines bactéries notamment psychotropes. En effet, durant le stockage le degré de protéolyse s'accroit. (**Veisseyre**, 1979).

#### II-7) Processus technologique du lait U.H.T. partiellement-écrémé « VIVA »

La production des briques de lait U.H.T. partiellement-écrémé « VIVA » passe par plusieurs étapes successives qui sont schématisées dans le diagramme de fabrication (Figure N°1)

#### II-7-1) Les matières premières utilisées

#### a) L'eau

L'eau est un élément essentiel dans la reconstitution du lait. Elle doit être potable. Sur le plan physico-chimique, elle ne doit pas contenir ni pesticides, ni nitrate, avoir une dureté totale comprise entre 0 et 15 °F et un PH voisin de la neutralité.

Elle doit être de bonne qualité microbiologique afin de contribuer à élaborer un produit dépourvu de micro-organismes nuisibles (Gosta, 1995; Lubin, 1998).

#### b) Poudre du lait

Dans la fabrication du lait stérilisé U.H.T. il existe plusieurs variétés de poudres de lait dépendante de la teneur en matière grasse :

- La 26% appelé la poudre entier.
- La 0% ne dépasse pas 1,25%
- La 14,5 qu'est une poudre destinée uniquement pour le lait « VIVA ». (La teneur en eau pour les trois types de poudres est environ de 0,3 à 4%.).

#### c) Vitamines

Les vitamines utilisées pour la fabrication de lait U.H.T. « VIVA » sont de deux types :

- Le premier est un mélange des vitamines du groupe B (B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, B<sub>3</sub>, B<sub>5</sub>, B<sub>6</sub>, B<sub>8</sub>, B<sub>9</sub>, B<sub>12</sub>) et la vitamine E.
- Le second est la vitamine D.

#### II-7-2) Reconstitution du lait (poudrage)

L'opération de reconstitution consiste au mélange de l'eau de process (15°F) et de la poudre de lait partiellement écrémé (14,5%M.G.) dans le tank de préparation dit equivertere.

Le mélange est ensuite acheminé vers le tank de reconstitution où il subit une recirculation couplée avec une agitation afin d'augmenter la dispércibilité de la poudre du lait et de favoriser l'hydratation.

Pour le lait « VIVA », les vitamines sont additionnés a ce niveau, l'adjonction se fait petit à petit et avant le traitement thermique.

Une fois le temps d'hydratation est écoulé, le lait est mis en recirculation une deuxième foie pour une filtration à travers des filtres qui piègent les particules insolubles ainsi que tout corps étranger. Le lait reconstitué, filtré sera ensuite acheminé vers un échangeur à plaque ou il est refroidi à +5°C par l'eau glacée.

#### II-7-3) Préchauffage

Le lait reconstitué est porté à une température convenable pour le dégazage. Cette opération se fait à l'aide d'un échangeur de chaleur à plaques, où le lait est chauffé à une température de 68° C par récupération de la chaleur du lait sortant, qui est refroidi à son tour (Moller, 2000).

#### II-7-4) Dégazage

Le but du dégazage est de retirer une partie des odeurs caractéristiques des laits reconstitués et d'éliminer l'air entraîné et la mousse formée.

Cette opération se fait à une température de 68°C, à une pression de -0,8 bars (Moller, 2000).

#### II-7-5) Homogénéisation

L'homogénéisation a pour but de réduire la dimension des globules gras de 3 à 6 µm à 1 µm environ et d'augmenter les surfaces d'échange avec le milieu environnement. Elle provoque la formation du complexe lipides-protéines. Le lait passe à travers des orifices ou valves très étroits, à vitesse élevée et à une pression de 60 bars, c'est le premier effet, suivi d'une deuxième pression à 200bar, c'est le second effet. Cette étape est très importante car elle entraine principalement le fractionnement des globules gras de ce fait elle diminue le crémage (formation de la mousse) (Gosta, 2005).

#### II-7-6) Pasteurisation

Le lait sort de l'homogénéisateur à une température de 80°C, il est conduit vers l'échangeur tubulaire pour être chauffé à 90°C pendant 30 secondes dans le grand chambreur.

#### II-7-7) Stérilisation U.H.T.

Le produit préchauffé homogénéisé, gagne la section de chauffage finale de l'échangeur de chaleur tubulaire ou il est chauffé à 140°C/4s. Le fluide de chauffage utilisé est de l'eau chaude en circuit fermé, le produit passe ensuite dans un chambreur dimensionner de manière à assuré un séjour de quatre secondes (**Jeantet** *et al.*, **2001**).

#### II-7-8) Refroidissement

Le lait doit subir un refroidissement à 25°C, ensuite directement envoyé vers le tank stérile puis le conditionnement.

#### II-7-9) Conditionnement aseptique

Cette opération, consiste en la mise en boite du produit fini par une conditionneuse nommée A3 speed 1000s, dont laquelle les bricks sont stérilisées, celle-ci est assuré par le trempage préalable du papier en bobine dans une solution chaude de peroxyde d'hydrogène à une concentration de 30 à 35 %, suivi d'un séchage à l'air stérile chaud, puis remplissage et en fin la fermeture des briks et stockage à température ambiante..

#### II-7-10) Commercialisation

Après les analyses microbiologiques et physico-chimiques un bulletin de conformité est délivré, après 24h le lait conditionné est transporté par des camions ordinaires.

#### II-8) Emballage tétra pack

Les bricks tétra pack, sont composés de plusieurs couches dont chacune d'elles a un rôle spécifique :

- Deux couches de polyéthylène : assure l'étanchéité de l'emballage.
- Deux couches de papier, qui confère une rigidité à l'emballage et le rend résistant aux contraintes mécaniques.
- Une couche d'aluminium, qui assure la protection du produit de la lumière, de l'oxygène, de l'air, et préserve les aromes.

#### II-9) Nettoyage et désinfection

Afin d'assurer une qualité hygiénique satisfaisante du lait, les opérations de nettoyage et de désinfection sont essentielles afin d'éliminer toutes les souillures visibles et invisibles.

On distingue deux types de nettoyage:

#### II-9-1) Nettoyage intermédiaire aseptique (N.I.A.)

La mise en œuvre de ce procédé de stérilisation U.H.T. suppose donc la réalisation à intervalles réguliers (toutes les 6 à 8h) d'opérations de nettoyage et de désinfection dont la durée totale est de 1 à 2 h. en fonctionnement continu, ces opérations occupent généralement un sixième de 24heur (**Perlat** *et al.*, **1986**).

#### II-9-2) Nettoyage en place (N.E.P.)

Il est extrêmement important de prévoir de bonnes installations de nettoyage (N.E.P.) et d'utiliser des détergents, des désinfectants et de l'eau de très bonne qualité.

L'appareillage doit être rincé, lavé avec un détergent alcalin puis avec une solution acide, rincé à nouveau et enfin désinfecté après chaque opération. L'ordre d'utilisation de ces solutions n'est pas défini de manière rationnelle et varie d'une usine à l'autre. A cette fin, il doit être entièrement démontable, accessible en tout point au nettoyage, sans volume morts pouvant être le siège d'une prolifération bactérienne (cheftel et cheftel, 1986; perlat et al., 1986).

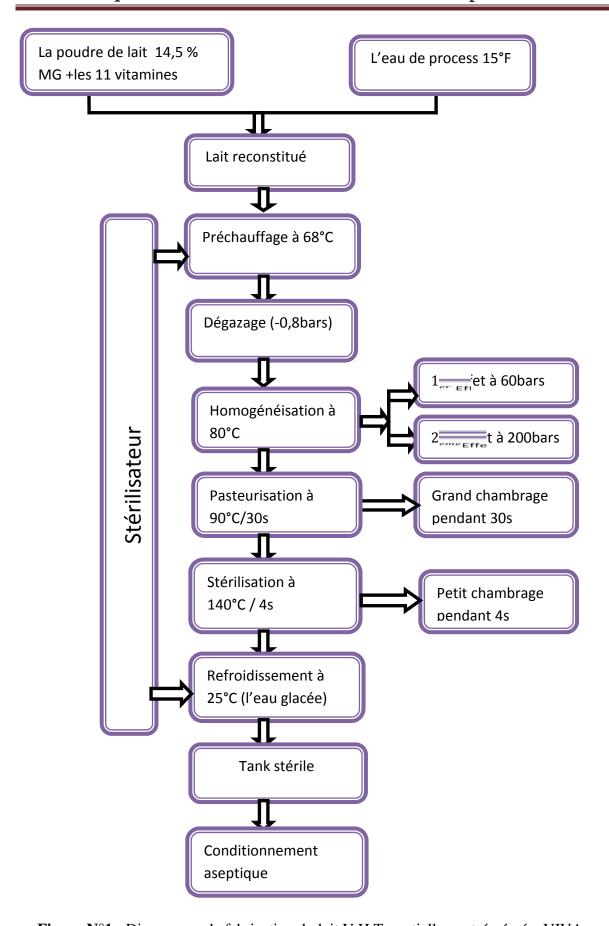


Figure N°1: Diagramme de fabrication du lait U.H.T. partiellement-écrémé « VIVA »

#### I) Présentation de l'organisme d'accueil : Tchin-lait /Candia

Tchin-lait/ Candia est une entreprise moderne implantée à Bejaia. Elle est située sur la route nationale n°12 au niveau de Bir-slam. Elle s'étale sur une surface de 3000 m<sup>2</sup>.

La marque Candia est présente en Algérie depuis plusieurs années grâce à ses exportations de lait liquide.

Cette laiterie a été crée en 2000 et en 2001 les premières briques de lait Candia ont été produites après la signature de la franchise avec Candia France.

#### I-1) Organisation

La laiterie Tchin-lait est détenue majoritairement par Mr Fawzi BERKATI gérant de la société qui dirige les différentes structures administratives.

L'unité fonctionne avec un effectif total de 242N personnes, 14% d'entre eux sont des cadres, 24% des agents de maitrise, et 62% des agents d'exécution.

#### I-2) Capacité de Tchin-lait/ Candia

Tchin-lait/Candia est une entreprise doté d'un équipement ultra moderne et de très grande capacité, permettant la mise sur le marché de 200 000L/j du lait U.H.T. elle contribue largement au développement de l'industrie agroalimentaire nationale. Elle vise à s'imposé sur le marché national, notamment par rapport à ses concurrents, en offrant une large gamme de production de qualité.

Tchin-lait/Candia se concentre sur la production de lait stérilisé U.H.T. et de ses dérivés.

La gamme de production de Tchin-lait/Candia actuellement est :

- Lait stérilisé U.H.T. entier
- Lait stérilisé U.H.T. partiellement-écrémé
- Lait satellisé U.H.T. écrémé silhouette
- Lait stérilisé U.H.T chocolaté Candy-Choco
- Lait jus

La structure organisationnelle de l'entreprise Tchin-lait/Candia repose sur un modèle hiérarchique classic.les différentes directions de cette entreprise sont représentés sur la figure N°2.

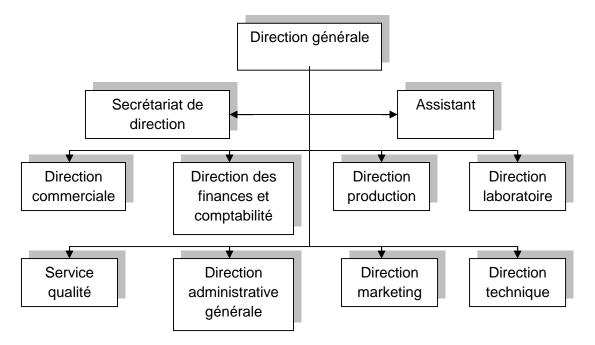


Figure 2 : Organigramme de l'entreprise Tchin-lait/Candia.

#### II) Prélèvements et échantillonnages

#### II-1) Stérilisation du matériel de prélèvement

Le matériel de prélèvement des échantillons doit être parfaitement propre et stérile et pour cela il doit être :

- Lavé à l'eau courante pour éliminer les traces des précédents prélèvements.
- Lavé et brossé à l'eau contenant une solution détergente (hypochlorite de sodium).
- Rincé à l'eau de robinet et finalement par l'eau distillée.
- Séchage et stérilisation du matériel dans un autoclave à air humide à 121°C/15min.

#### II-2) Nature et origine des prélèvements

Le procédé d'analyse physico-chimique et microbiologique est effectué par une série d'opérations très importantes qui doivent se faire correctement pour avoir de résultats justes et crédibles. Parmi les quelles on site le prélèvement.

#### II-2-1) Eau de process

Le prélèvement et la prise d'échantillons s'effectuent directement d'un robinet branché à la conduite d'eau après l'avoir flambé.

#### II-2-2) Poudre de lait

Avant de procéder à l'échantillonnage la vérification concernant l'étiquetage des sacs a été effectué. La poudre de lait doit en effet répondre aux mentions réglementaires, poids, date de fabrication, date limite de consommation, Matière grasse, pays d'origine, numéro de lot, pays d'importation. (J.O.R.A N°80, 1999).

Le prélèvement est réalisé au niveau du laboratoire bactériologique. A l'aide d'un ciseau stérile on ouvre chaque sac à coté du bec bunsen et on plonge une louche stérile au fond du sac pour réaliser un bon prélèvement. Cinq échantillons ont été prélevés qui servirent à toutes les analyses.

#### II-2-3) Lait reconstitué

Le prélèvement s'effectue au niveau des tanks de reconstitution. Toutes les opérations doivent s'effectuées dans les meilleurs conditions d'asepsie possible. Le matériel du prélèvement et les récipients destinés à recevoir l'échantillon, doivent être propre et stérile.

#### II-2-4) Produit fini

#### a) Méthode classique

La disposition réglementaire (**J.O.R.A.** N°35,1998) fixent le nombre d'échantillons à prélevés à cinq unités par lot.

Une brik au début du conditionnement, trois briks au milieu (une brik pour l'analyse et deux briks comme échantillons témoins jusqu'à la D.L.C.) et une brik à la fin du conditionnement.

Pour l'analyse bactériologique le prélèvement est le même, sauf que les briks seront analysées après étuvage à 37°C/3 jours.

#### b) Test à la résazurine et la cytométrie en flux

Le prélèvement à été réalisé par un système dit P.A.E. ou la machine prélève automatiquement une brik sur 1000 unités.

Les pilotes des conditionneuses prélèvent aussi tout au long du process :

- Au départ de production
- Arrêt long, arrêt court
- Avant, pendant et après un nettoyage
- Raccord film
- Raccord tab
- Raccord papier

Les briks prélevées seront incubées à 35°C pendant 24 ou 48h, pour la cytométrie en flux et jusqu'à 72h pour la résazurine.

Les briks sont ensuite numérotés, suivant l'ordre de conditionnement avant de procéder à l'analyse.

#### III) Analyses physico-chimiques

Le contrôle physico-chimique a pour objectif de garantir au produit sa stabilité et sa consistance en ce qui concerne ses caractéristiques organoleptiques.

L'analyse physicochimique est effectuée pour l'eau de process, la poudre de lait, lait reconstitué et le produit fini. Un contrôle du gout, odeur et couleur ainsi que le numéro du lot et la date limite de consommation, est effectué systématiquement après chaque prélèvement.

Les analyses effectuées sur le lait partiellement-écrémé « VIVA » durant toutes les étapes de fabrications et leurs paramètres sont représentés dans le tableau si dessous

Tableau III: Analyses physico-chimiques du lait partiellement-écrémé « VIVA »

Produits analysés	Tests effectués
L'eau de procès	Titre hydrométrique(TH) en °F.
	Mesure de PH (à20°C).
La poudre de lait	Taux d'humidité %.
	• PH/T°
	<ul> <li>Acidité titrable en °D</li> </ul>
	<ul> <li>Densité</li> </ul>
	• Taux de matière grasse(M.G)
	<ul> <li>Testes de stabilité</li> </ul>
	Gout et odeur
	Aspect et couleur
Lait reconstitué (T.R.)	• PH/T°
	<ul> <li>Acidité titrable en °D</li> </ul>
	<ul> <li>Densité</li> </ul>
	• Taux de matière grasse(M.G)
	• E.S.T./E.S.D.
	Gout et odeur
Lait stérilisé U.H.T. (produit fini)	• PH/T°
	<ul> <li>Acidité titrable en °D</li> </ul>
	• Densité
	• Taux de matière grasse (M.G.)
	• Extrait sec totale/Extrait sec dégraissé
	• Taux de matière protéique (M.P.)
	• Lactose
	Gout et odeur
	Aspect et la couleur
	<ul> <li>Testes de stabilité</li> </ul>
	• Le poids et le volume de la brik

#### 1) Mesure du potentiel d'hydrogène « pH »

Le PH est la concentration en ion d'hydrogène  $(H^+)$  d'une solution ionisée.

La mesure du PH nous renseigne sur le degré de fraîcheur du produit (Dearigny et al., 1994).

#### Principe

La mesure de pH se fait par un pH-mètre muni d'une électrode en verre. Elle est basée sue une réaction mettant en jeux les ions  $H^+$  libres d'une solution.

#### Mode opératoire

Le PH-mètre est préalablement étalonné à l'aide de deux solutions tampons (PH=4), (PH=7).

Avant chaque détermination du pH, l'électrode doit être soigneusement rincée avec de l'eau distillé puis séché, sachant qu'il faut maintenir l'échantillon à analysé a une température avoisinante les 20°C.

Pour la poudre de lait la mesure du pH ce fait après reconstitution à 10%.

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

#### 2) Mesure du titre hydrotimétrique « TH »

Le titre hydrotimétrique ou la dureté totale est définie par la concentration totale en calcium et magnésium.

#### Principe

Titrage par complexométrie du calcium et de magnésium avec une solution aqueuse de sel dissodique d'acide éthylène-diamine tétra acétique(E.D.T.A) à un PH de 10.

Un mordant noir, qui donne une couleur rouge foncé ou violette en présence des ions calcium et magnésium est utilisé comme indicateur.

#### Mode opératoire

- Prélever 50ml d'eau à analyser.
- Ajouter 4ml du tampon ammoniacal et une pincé de l'indicateur (N.E.T.).
- Titrer avec l'E.D.T.A. jusqu'au virage du violet au bleu.
- Lors du titrage, l'E.D.T.A. réagit tout d'abord avec les ions calcium et magnésium libre en solution puis, au point d'équivalence, les ions combinés avec les indicateurs, elle le libère et provoque un changement de la couleur du bordeaux au bleu.
- Coloration bleu signifie qu'il n'y à pas de titrage : TH=0°C
- Coloration rose signifie qu'il y'à titrage avec l'E.D.T.A. à (0,02N) jusqu'à la coloration bleu pour avoir un volume (V) qui représente la chute de la burette.

TH (°F) = Chute de burette

#### 3) Détermination du taux d'humidité

#### Principe

Un échantillon est pesé et évaporé au moyen d'un dessiccateur à infrarouge muni d'une balance de précision. Le poids de l'échantillon est contrôlé en permanence à laide d'une balance intégré.

#### Mode opératoire

- L'échantillon prélever est homogénéisé et dépourvu de granules de poudre.
- Soulever le couvercle du dessiccateur à infrarouge.
- Peser la coupelle dans l'appareil et tarer.
- Peser à 0,1g prés 5g de poudre (bien répartir sur la coupelle).
- Rabattre le couvercle de l'appareil puis noté le démarrage du décimateur.
- La fin du séchage est obtenue lorsque la perte de poids reste constante. Elle se manifeste par un « Bip » sonore.
- Retirer la coupelle après la lecture.
- Le taux d'humidité est directement affiché par l'appareil, et exprimé en pourcentage massique.

Taux d'humidité = X%(g d'eau/100g de poudres)

Soit X la valeur lue sur l'appareil

#### 4) Détermination de la densité

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

#### Principe

Pour déterminer la masse volumique du lait, on utilise un lactodensimètre à une température de 20°C.

#### Mode opératoire

- Verser le lait dans l'éprouvette inclinée (éviter la formation de mousse ou de bulles d'air, stabilisation de la température).
- Maintenir l'éprouvette à 20°C.
- Rincer le lactodensimètre avec l'échantillon à analyser.
- Plonger doucement le lactodensimètre dans l'éprouvette, le lait doit déborder pour éliminer les traces de mousse.
- Tenir dans sa descente jusqu'à sa position d'équilibre.
- Après stabilisation du lactodensimètre lire la graduation apparente au niveau supérieur de la tige. La densité est calculée selon la formule suivante

L: Valeur indiqué sur la tige.

#### 5) Détermination de l'acidité

#### Principe

Titrage de l'acidité par une solution alcaline en présence de phénolphtaléine.

#### Mode opératoire

- Verser dans un bêcher 10ml de lait ou de lait reconstitué à 10%.
- Additionner 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine.
- Titration avec de la soude jusqu'au virage du milieu à la couleur rose pale.
- L'acidité est exprimé en degré dornic ou en gramme d'acide lactique /litre de lait.

**Remarque :** En peut titrer jusqu'au PH 8,30 qui indique le virage de la phénolphtaléine.

Acidité= V\*10 (D°)

V: La chute de burette exprimée en ml.

D: Densité.

**Remarque :** L'unité Tchin-lait/Candia dispose d'un appareil « Milko-Scan » qui peut mesurer plusieurs paramètres à la fois tels que, E.S.T, E.S.D, M.G, M.P, LACT, F.P.D. Il a l'avantage d'être rapide, simple, économique et avec des résultats fiables, son mode opératoire est le suivant

- Introduire une quantité de lait à analysé dans un bécher.
- On porter le bécher au Milko-Scan et on trompé l'électrode du Milko-Scan dans le bécher, puis appuis sur le bouton star.
- Attendre deux minutes et 30 secondes pour que l'appareil absorbe une quantité de l'échantillon par un filtre.
- Un bip sonore indique la fin de l'analyse.
- Les résultats serrent affichés sur l'écran du Milko-Scan exprimé en pourcentage volumique (g /100ml) et qui serrent multiplié par 10 pour l'exprimer en g/l.

Dans le cas ou l'appareil tombe en panne on mesure l'E.S.T, M.G et E.S.D. par la méthode classique qu'on va citer ci-dessous.

# 6) Détermination du taux de la matière grasse (Méthode acido- butyrométrique GERBER)

#### Principe

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

#### Mode opératoire

- Dan un butyromètre, introduire 10ml d'acide sulfurique (91%) en évitant de mouiller le col.

- Ajouter 11ml de l'échantillon pour essai a l'aide d'une pipette jaugée sans mouiller le col du butyromètre et on évitant de mélanger les liquides.
- Directement ajouter 1ml d'alcool iso-amylique.
- Fermer avec un bouchon
- Agitation soigneusement jusqu'à la disparition des grumeaux par action d'acide sulfurique.
- Le butyromètre est tourné du haut en bas cinq à six fois afin d'obtenir une bonne homogénéisation.
- Centrifuger pendant 5 minutes.
- La teneur en matière grasse est exprimée en g /l est obtenue par la lecture de la graduation sur le butyromètre. Maintenir le bouchon vers le bas et ajuster devant le repère la plus proche, puis lire rapidement.

$$M.G = (B-A)*100$$

- A: La valeur correspondante au niveau inferieur de la colonne lipidique.
- **B**: La valeur correspondante au niveau supérieur de la colonne lipidique.

#### 7) Détermination de l'extrait sec totale « E.S.T. »

#### Principe

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

#### Mode opératoire

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

 La fin de dessiccation est automatique elle est signalée par un « bip » sonore du dessiccateur.

## 8) Détermination d'extrait sec dégraissé « E.S.D. »

La teneur en Extrait sec dégraissé est déterminée par la soustraction de la teneur en matière grasse et l'extrait sec totale.

E.S.D. 
$$(g/I) = MG - EST$$

9) Tests de stabilité: Le laboratoire effectue aussi des tests de stabilités cités ci-dessous

#### > Teste à alcool

#### Principe

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

## Mode opératoire

- Prélevé 2ml de l'échantillon de lait et la versé dans un tube à essais.
- Ajouter 2ml d'alcool éthylique (85GL) au lait.
- Homogénéiser le mélange par deux retournements successifs sans agiter.

Observer l'aspect du mélange

- Homogène, lorsque le lait s'écoule le long des parois sans laisser de traces de coagulation ou de floculation, le lait est stable.
- Si le mélange laisse des grumeaux le long des parois du tube, le lait est instable.

## > Teste d'ébullition

#### principe

Le lait peut apparaître stable à température ordinaire ou à basse température mais une précipitation peut se révéler à l'ébullition (**Guiraud**, 1998).

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

## Mode opératoire

- Prélever 5ml du lait à analyser les maitres dans un tube à essais.

- Fermer le tube.
- Placer le tube dans l'eau bouillant pendant 10minutes.
- Si le lait s'écoule le long des parois du tube sans laisser de traces de grumeaux ; Le lait est dite normal.
- Si le lait laisse des grumeaux le long des parois du tube ; le lait est dite anormale (coagulé).

#### > Test de Ramsdell

#### Principe

Le lait est surchargé en ions phosphate, porté au bain marie bouillant pendant 5 minute. La surcharge entraine la coagulation. Plus la quantité de phosphate nécessaire pour provoquer celle-ci est élevé, plus le lait est stable et inversement (**Guiraud**, **1998**).

#### Mode opératoire

- Préparer une série de trois tubes contenant des quantités croissantes de solution phosphate mono potassique (0,02N), 2,5ml- 2,6ml- 2,7ml.
- A chacun des tubes, ajouter 10ml de lait à testé.
- Homogénéiser le mélange par retournements successifs et placer au bain marie bouillant.
- Maintenir pendant 5 minutes à ébullition.
- Lorsque le temps s'écoule, refroidir les tubes dans un courant d'eau froide, puis examiner l'aspect de ces derniers :

Tubes coagulés = Tubes positifs (+).

Tubes non coagulés = Tubes négatifs (-).

#### > Test au bain d'huile

Ce teste est seulement effectué pour la poudre de lait

#### Principe

Le test consiste à mesurer le temps de chauffage nécessaire à la coagulation du lait. Les tubes contenant le lait à tester sont chauffés dans un bain d'huile thermostat à 140°C, la coagulation constatée visuellement.

#### ■ Mode opératoire

- Verser 4ml de lait reconstitué dans un tube qui sera porté au bain d'huile à 140°C avec agitation.
- La stabilité à la chaleur de la poudre de lait mesurée par la méthode du bain d'huile, s'exprime en minimum de chauffage nécessaire à la coagulation du lait.
  - 10) Le poids : La mesure du poids se fait à l'aide d'une balance analytique.

## IV) Analyses microbiologiques

L'objectif du contrôle microbiologique est de garantir une certaine sécurité hygiénique pour le consommateur

Tableau IV: Les différents germes recherchés

Les échantillons	Les microorganismes recherchés		
L'eau de process	<ul> <li>Les coliformes totaux</li> <li>Les coliformes fécaux</li> <li>Les streptocoques fécaux</li> <li>La flore totale aérobie mésophile</li> <li>Les clostridiums sulfito-réducteurs (forme végétative et sporulée)</li> </ul>		
La poudre de lait	<ul> <li>Les coliformes</li> <li>La flore totale aérobie mésophile</li> <li>Les clostridiums sulfito-réducteurs</li> </ul>		
Le produit fini	<ul> <li>La flore totale aérobie mésophile</li> </ul>		

## IV-1) Analyse de l'eau

- Les prélèvements d'eaux sont réalisés aseptiquement dans des flacons en verre, stériles et étiquetés.
- Avant tout prélèvement il faut désinfecter le robinet de canalisation d'eau avec l'alcool éthylique, le flamber avec une flamme, on laisse couler un bon moment, ensuite on remplit le flacon stérile.
- Les analyses sont effectuées immédiatement après le prélèvement.

 $\textbf{Tableau V:} \ Mode\ opératoire\ des\ germes\ recherchés\ dans\ l'eau\ de\ reconstitution.$ 

Germes recherchés	Mode opératoire
La flore aérobie mésophile totale	<ul> <li>Ensemencement en masse deux boites de pétri par 1ml de la dilution 10<sup>-2</sup> et 10<sup>-3</sup> puis versé la gélose P.C.A.</li> <li>Incubation à 30°C/72h</li> <li>Préparé un témoin pour P.C.A.</li> </ul>
Coliformes totaux	<ul> <li>Ensemencer une série de 9 tubes de B.C.P.L.</li> <li>3 tubes on double concentré avec 10ml d'échantillon</li> <li>3 simples concentrés avec 1 ml</li> <li>3 simples concentrés avec 0,1 ml</li> <li>L'incubation des tubes est réalisée 37°C/48h.</li> </ul>
Coliformes fécaux	<ul> <li>Repiquage de 1ml à partir de chaque tube B.C.P.L. positif qui présentant un trouble avec production de gaz dans le milieu Schubert.</li> <li>Incuber les tubes ensemencement à 44°C/24h.</li> </ul>
Les streptocoques fécaux	<ul> <li>50ml du milieu de Rothe sont introduite dans un flacon avec 50ml d'eau, puis en ajoute l'azide de sodium.</li> <li>L'incubation ce fait à 37°C/24h.</li> <li>Repiquage à partir de flacon montre un trouble dans un milieu de conformation plus sélectif (milieu Lisky à l'acide et l'éthyle violet).</li> <li>Apres 24h d'incubation la présence des streptocoques se manifeste par l'apparition des troubles et éventuellement d'une pastille violette.</li> </ul>
Clostridiums sulfito- réducteurs	<ul> <li>❖ Recherche la forme sporulée par 1ml</li> <li>Porter 20ml de la solution mère à 80°C pendant 10minutes au bain marie.</li> <li>Après refroidissement on ensemence dans un tube à essai 1ml de la solution mère contenant 20ml du milieu VF additionné de sulfite de sodium et d'alun de fer, recouverte d'une couche de vaseline</li> <li>Incuber à 44°C pendant 48 heures.</li> <li>❖ Recherche de la forme végétative par 20 ml</li> <li>Repartir les 20ml de l'échangions sur 4 tubes</li> <li>Ensemencement chaque tube contenant 5ml d'échantillon avec 20ml du milieu gélosé V.F additionné de sulfite de sodium et alun de fer, recouvert d'une couche de vaseline.</li> <li>Incubation à 44°C/24 à 48h</li> </ul>

• Dénombrement de la flore totale aérobie mésophile « F.T.A.M. »

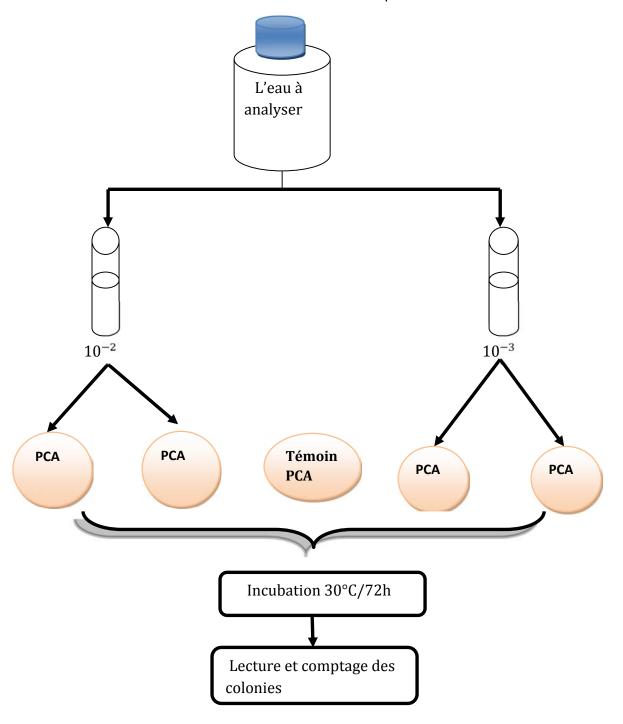


Figure 3 : Protocole de recherche de la F.T.A.M. dans l'eau de reconstitution.

Dénombrement des coliformes totaux et fécaux Thiosulfate L'eau à analysée 10ml 1mI 0,1ml 10ml de milieu B.C.P.L. + cloche de Durham S/C S/C Incubation à 37°C/48h Virage de l'indicateur du violet au jaune + gaz dans les cloches= présence de coliformes totaux Repiquage avec quelques Milieu schuber gouttes du milieu B.C.P.L Incubation à 44°C/24h Production de gaz, trouble du milieu L'apparition d'un anneau rouge en surface Quelques gouttes du réactif de Kovasc indique la présence des coliformes fécaux

Figure 4: Protocole de recherche des coliformes dans l'eau de process

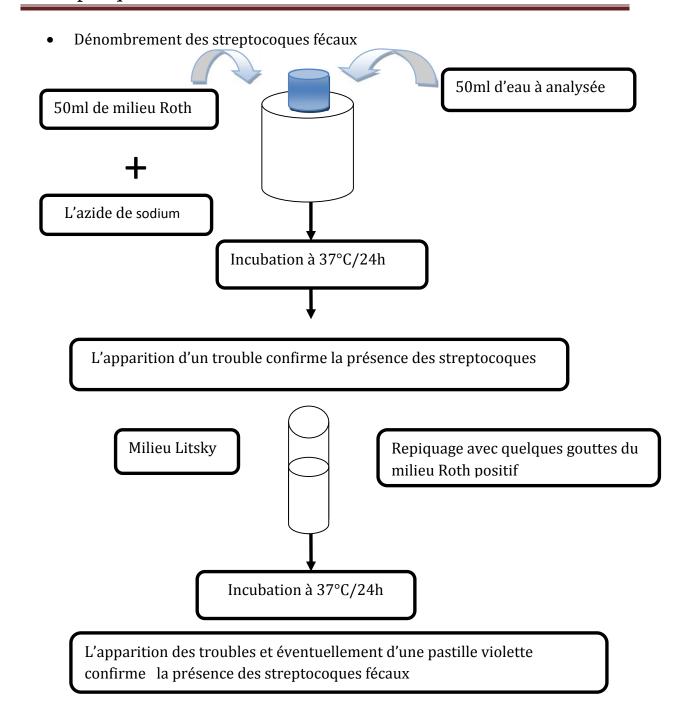


Figure 5: Protocole de recherche des streptocoques fécaux dans l'eau de process

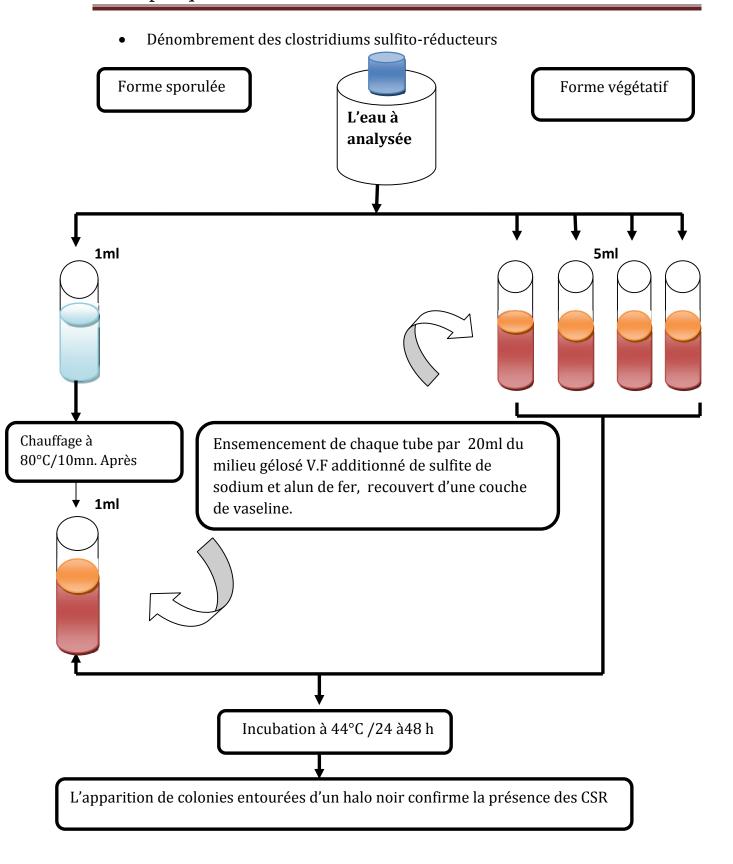


Figure 6: Protocole de recherche des clostridiums sulfito-réducteur dans l'eau de process

# IV-2) Analyse de la poudre du lait

Tableau VI: Mode opératoire des germes recherchés dans la poudre du lait

Germes	Mode opératoire
La flore totale aérobie mésophile	- Ensemencement en masse deux boites de pétri par 1ml de dilution 10 <sup>-2</sup> et 10 <sup>-3</sup> puis couler la gélose P.C.A.
	- Incubation à 30°C/72h
Coliformes totaux	- Ensemencement une série de 3 tubes de 10ml de B.L.B.V.B. par 1ml de dilution mère (10 <sup>-1</sup> ).
	- Incuber à 30°C/48h.
	<ul> <li>Réalisé un repiquage à partir des tubes incubés sur le même milieu B.L.B.V.B.</li> </ul>
	- Incuber les tubes ensemencés à 30°C/24h.
Clostridiums sulfito-réducteurs	- prélever 20ml de la solution mère dans un tube à assai stérile.
	- Chauffer pendant 10minutes à 80°C afin de détruire les formes végétatives et activer les spores.
	- Refroidir le tube sous un filet d'eau froide.
	- Ensemencement 1ml da la solution mère (10 <sup>-1</sup> ) dans 20ml de milieu gélose V.F.
	- Additionné de sulfite de sodium et d'alune de fer.
	- Recouvert d'une couche de vaseline.
	- Incuber à 44°C/48h.

Préparation de la solution mère pour la poudre du lait

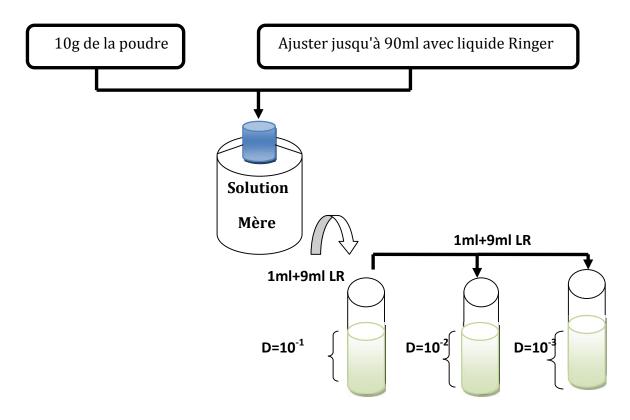


Figure 7 : Protocole de préparation de la solution mère de la poudre du lait

Pour chaque prélèvement de 1ml on utilise une pipette différente

- **S.M.=** Solution mère.
- **L.R.=** Liquide Ringer.

## • Dénombrement de la F.T.A.M.

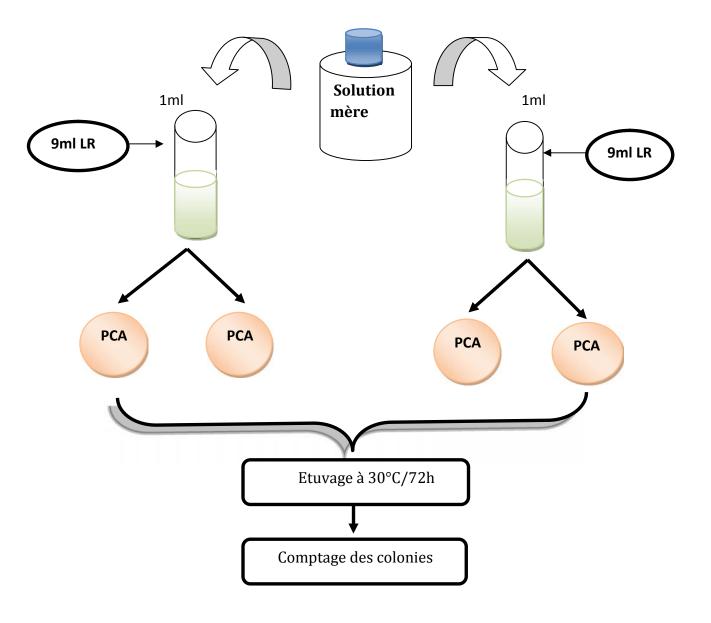


Figure 8: Protocole de recherche de F.T.A.M. dans la poudre de lait

## • Dénombrement des coliformes totaux

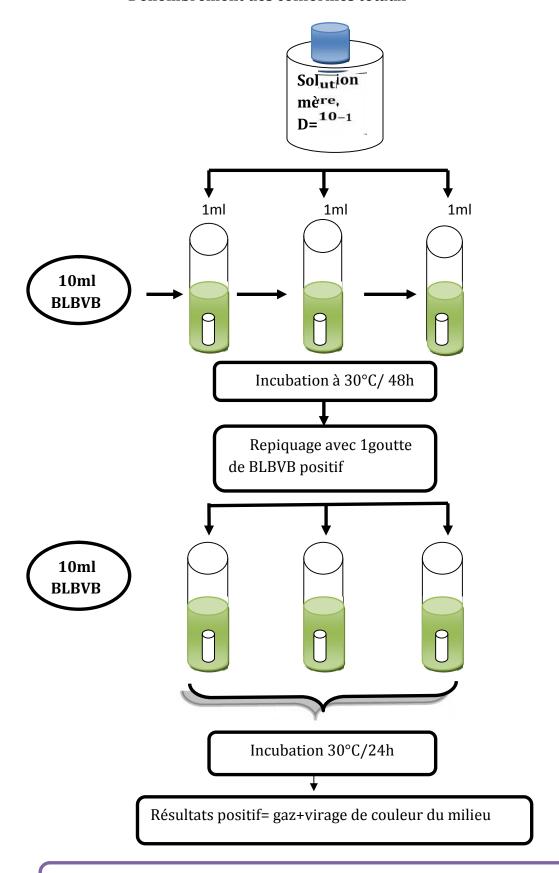


Figure 9: Protocole de recherche des coliformes totaux dans la poudre du lait

Dénombrement des Clostridiums sulfito-réducteurs

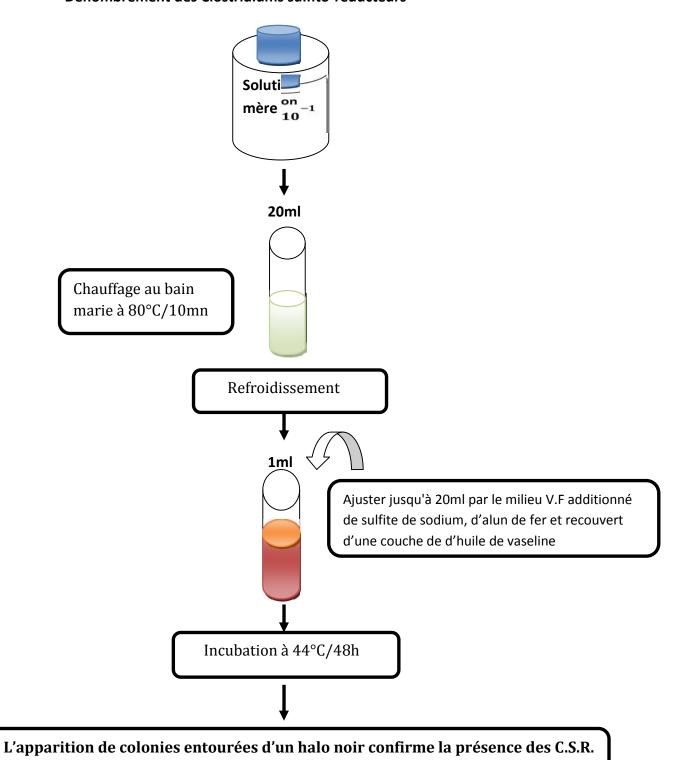


Figure 10 : Protocole de recherche de C.S.R. dans la poudre de lait

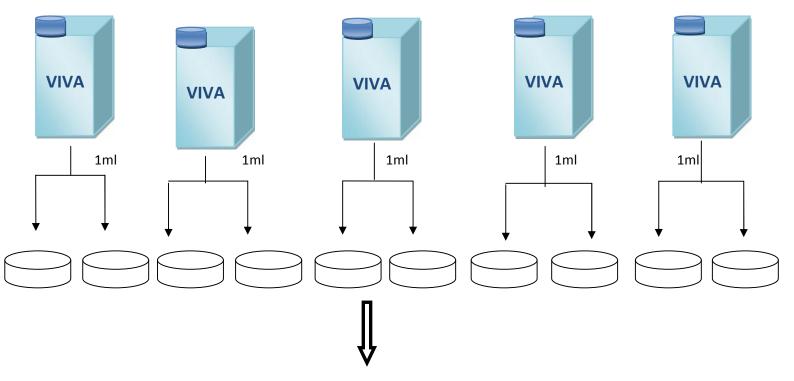
## IV-3) Analyses du produit fini

Le produit fini est analysé par les trois méthodes cité ci-dessous

#### IV-3-1) Analyse du produit fini par la méthode classique

D'âpres **J.O.R.A** .**N**°**35**(**1998**), La flore mésophyte aérobie totale, est recherchée dans le lait U.H.T. pour ce faire :

- ✓ Essuyer et désinfecter la surface supérieure des brik à analyser par l'alcool.
- ✓ Ensemencer les boites de pétri avec 1ml de chaque brik, puis couler la gélose P.C.A., et incuber les boites à 30°C/72h.



Répartition de la gélose PCA en surfusion dans les boites de pétri

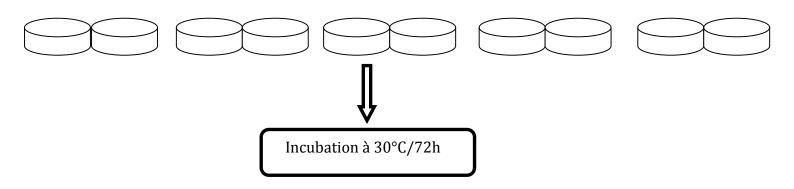


Figure 11 : Protocole de l'analyse du produit fini par la méthode classique

#### IV-3-2) Analyse du produit fini par le test à la résazurine

## Principe

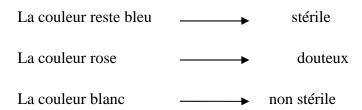
Le potentiel redox du lait est évalué par colorimétrie, la résazurine est utilisée comme un indicateur coloré sensible au changement de ce potentiel.

L'évolution de la couleur de la résazurine suit celle du potentiel redox du milieu, qui luimême est dépendant de l'activité microbienne du lait analysé (**O' Brien et al.2000**).

Le changement de la couleur de la résazurine suit l'évolution moléculaire suivante :

## Mode opératoire

- Distribuer 20µ1 de la solution de Résazurine à l'aide d'une micropipette munie d'un embout stérile de 50µ1 dans des conditions stérile.
- Rajouter 200 µl du lait à tester dans les puits des microplaques en utilisant une micropipette.
- Incuber les microplaques de mélange 37°C/4h.
- Contrôler la couleur du lait dans les puits si



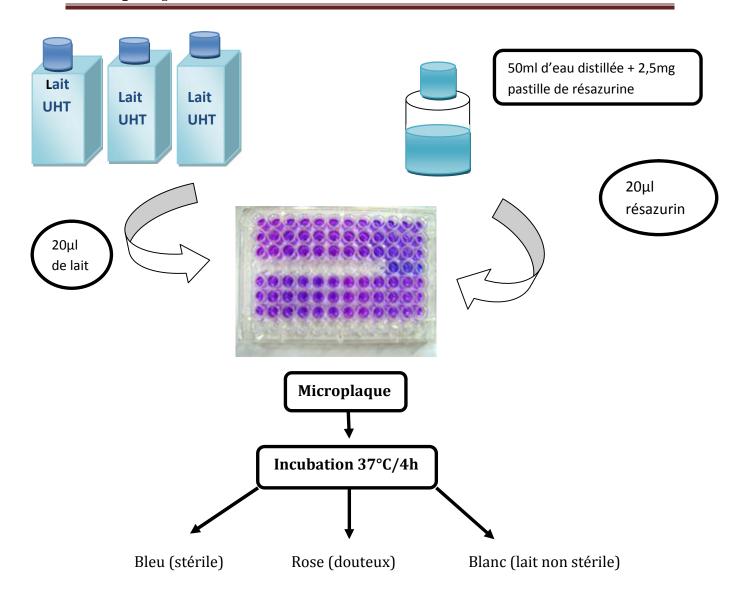


Figure 12 : Protocole de l'analyse du produit fini par le test à la résazurine

## IV-3-3) Analyse du produit fini par la cytométrie en flux

La cytométrie en flux est un outil qui permet de caractériser les éléments d'une suspension cellulaire et/ou particulaire mono dispersé entrainé par un flux liquide sous pression. (Rosenzwajg, 2009).

Cette technique permet la détection d'un non stérile le plus rapidement après 24h de production.

#### • Principe

Avant toute analyse les cellules doivent se mettre sous forme d'une suspension marquée à l'aide de fluo chrome spécifique, ou par immunomarquage fluorescent (anti-cors marqués). (EL Khoury, 2006).

Les cellules sont ensuite injectées au centre d'une veine liquide indépendante (le liquide de gain).

La différence de pression est exercée sur la veine liquide et sur la préparation cellulaire permet de positionner les cellules l'une derrière l'autre pour être analysée séparaient. (Branger et al, 2007).

Elle ensuite dans un faisceau lumineux focalisé sur le centre de jet et généralement fourni par un laser. L'interaction entre les faisceaux et les particules est à l'origine signaux lumineux, les quels sont séparés et sélectionnés par un jeu de miroir et de filtre, puis collecté par des photos détecteurs, qui vent les transformés de façon proportionnelle en signaux électriques.

En fin l'analyseur multicanaux va permettre le traitement des signaux électriques à fin d'obtenir un histogramme de la préparation de la population analysées en fonction du ou des paramètres étudiés. (El Khoury, 2006).

#### • Mode opératoire

#### ✓ Préparation des solutions de marquage

Le mélange réactionnel à mettre en œuvre est en fonction du nombre de tests à réaliser, si on considère que le nombre d'échantillons est de 82 on procèdent comme suite à la préparation des mélanges A et B (solution de marquage).

#### Mélange A

4ml de la solution de marquage, préparée en mélangeant, dans l'ordre suivant, et en agitant entre chaque étape :

- 4×960µl d'eau stérile.
- 40µl de la solution reconstituée de marqueur 1.
- 120µl de la solution reconstituée de marqueur 2.

## **➤** Mélange B

- 4×890μL d'eau stérile.
- 240µl de la solution d'inducteur.
- 200µl de la solution reconstituée de marqueur 3.

Ces mélanges réactionnels doivent être conservés à l'abri de la lumière et utilisée quelques heures après leur préparation.

En plus de ces mélange, une solution (D.P.C.C.) de contre marquage est utilisée.

## > Préparation de l'échantillon

- Prélever 175µl d'échantillon à analyser et transférer dans un tube.
- Ajouter 50µl du mélange réactionnel A et agiter.
- Incubation 37°C/20minutes à l'obscurité.
- Ajouter 250µl de solution contre marquage et agiter.
- Ajouter 50µL du mélange réactionnel B et agiter.
- Incubation à 37°C/20minutes à l'obscurité.

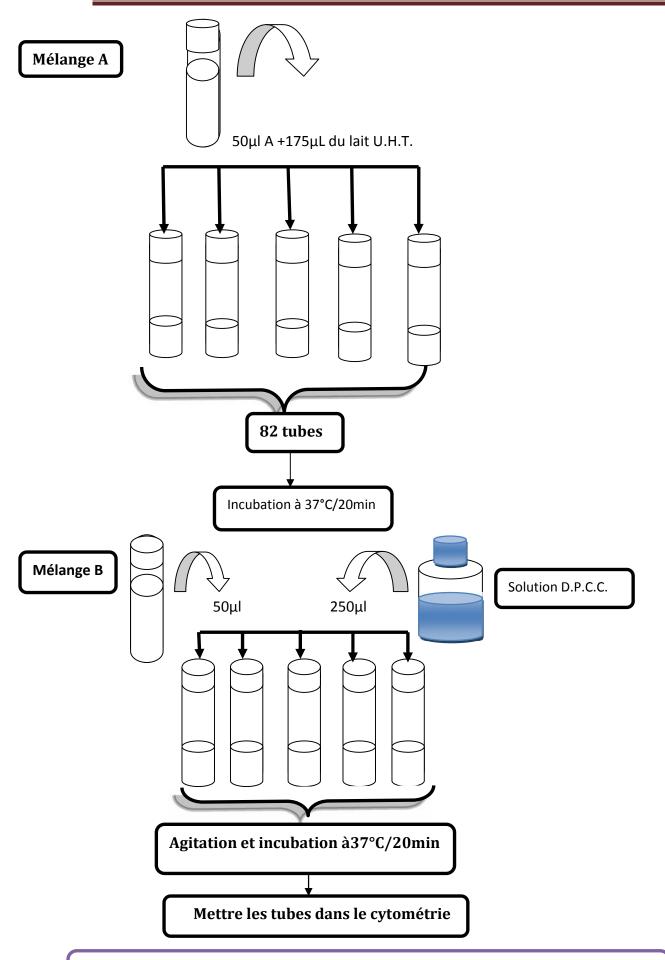


Figure 13 : Protocole de l'analyse du produit fini par la cytométrie en flux

## I) Résultats et interprétation des analyses physico-chimiques

#### I-1) Résultats de l'analyse de l'eau

Les résultats des analyses sur les différents échantillons d'eau (l'eau brute, l'eau de reconstitution 15°F et l'eau de nettoyage 5°F) sont présentés dans la figure N°14 et 15. Les valeurs de PH et TH sont conformes aux normes fixées par Tchin- lait (Candia) grâce au traitement quotidien des eaux. Cela permet d'obtenir une eau qui a une meilleur mouillabilité et solubilité de la poudre de lait.

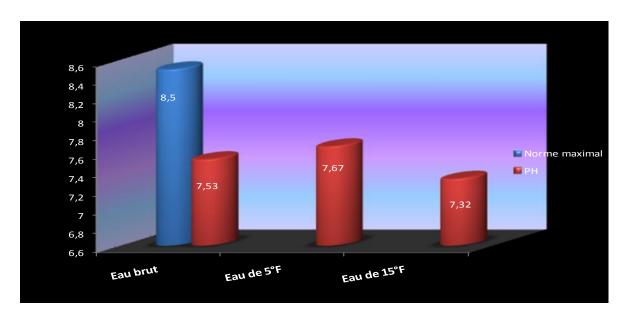


Figure N°14 : Résultats de PH des eaux analysées

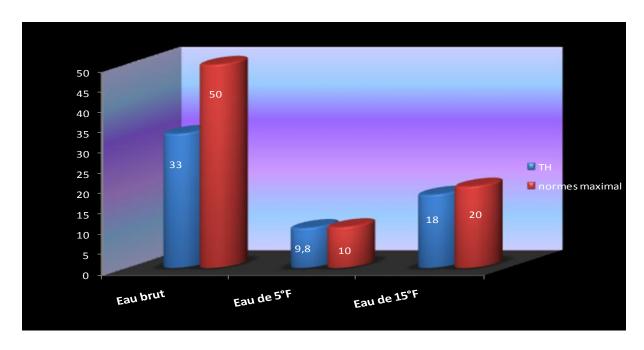


Figure N°15 : Résultats de TH des eaux analysées

#### I-2) Résultats de l'analyse de la poudre du lait

Les résultats des analyses effectuées sur la poudre de lait partiellement-écrémé utilisée pendant la reconstitution sont regroupées dans la figure N°16.

- **PH**: la valeur obtenue est 6,74, elle est conforme aux normes (6,6-6,8). Ceci indique qu'avant le procédé de déshydratation, le lait était stable et frais.
- Acidité: les résultats montrent que l'acidité de la poudre de lait est 12°D, elle est conforme aux normes. Donc il ya pas de risque de coagulation du lait reconstitué pendant les traitements thermiques.
- La matière grasse : la teneur de la poudre de lait analysée en matière grasse est conforme (14,5%).
- **Test Ramsdell**: le résultat obtenu dans ce test est supérieur à 1,9 ce qui indique que les échantillons de lait présentent une charge normale en ions de phosphate, donc ils peuvent subir un traitement thermique sans aucun risque de coagulation.
- **Test au bain d'huile** : Les résultats sont conformes aux normes ce qui indique que la poudre de lait peut résister à un traitement thermique U.H.T.
- **Humidité**: La faible teneur de la poudre en eau (2,52%) lui confère une protection des altérations susceptibles de la rendre impropre à l'utilisation.
  - Un bon conditionnement (sac en polyéthylène doublé de sacs en papier) et de stockage (température ambiante) permet d'éviter l'augmentation du taux d'humidité et donc l'altération du lait.
- Caractères organoleptiques : la poudre de lait analysée a un gout et odeur franc du lait et de couleur blanche. Donc elle ne présente pas de défauts organoleptiques.

Les résultats des différentes analyses physico-chimiques montrent que la poudre de lait utilisée par la laiterie Tchin-lait /Candia est stable et de bonne qualité.

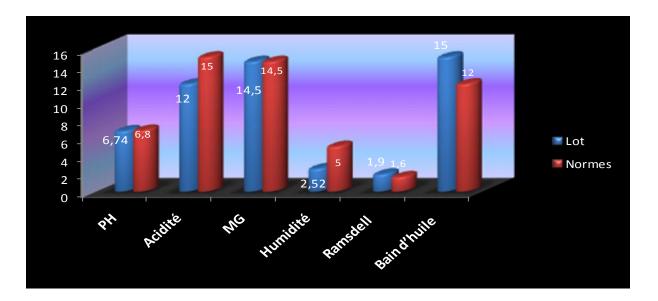


Figure N°16: Résultats des analyses effectuées sur la poudre de lait

## I-3) Résultats de l'analyse de lait reconstitué

Les résultats des analyses physico-chimiques du lait reconstitué prélevé au niveau des tanks de reconstitution (T.R.) sont représentés dans le tableau ci-dessous.

Les analyses effectuées sur les trois lots du lait reconstitué, montrent une conformité aux normes fixées par l'entreprise.

Les résultats obtenus, pour le PH et l'acidité sont compris dans les normes internes de l'entreprise. Etant donné que l'acidité est considérée comme un paramètre de fraicheur, on déduit que les échantillons analysés sont frais.

Tableau IX: Résultats des analyses physicochimiques du lait reconstitué

Paramètre	Lot N°1	Lot N°2	Lot N°3	Moyenne	Normes
PH	6,76	6,76	6,77	6,76 ±0,005	6,6 - 6,9
Acidité	13,49	13,49	13,48	13,48 ±0,005	12 - 14
E.S.T.	108	107,9	108,4	108,2 ±0,435	107,5 -108,5
M.G.	16,1	16,3	16,5	16,3 ±0,2	16 - 16,5
Densité	1,032	1,032	1,032	1,032 ±0	1,032 - 1,033
E.S.D.	91,7	91,6	91,6	91,6 ±0,057	91,5 - 92
Gout et odeur	Gout et odeur franc du lait.	Gout et odeur franc du lait.	Gout et odeur franc du lait.	Gout et odeur franc du lait.	Gout et odeur franc du lait.

Selon la figure N°17 La teneur moyenne du lait reconstitué en extrait sec total (E.S.T.) est dans les normes. Dans le cas ou L'E.S.T. dépasse les normes, il est nécessaire d'ajouter une quantité nécessaire d'eau avant d'envoyer le lait vers la stérilisation. Dans le cas contraire ou l'E.S.T. est inferieur à la norme, il est nécessaire d'ajouter la poudre de lait.

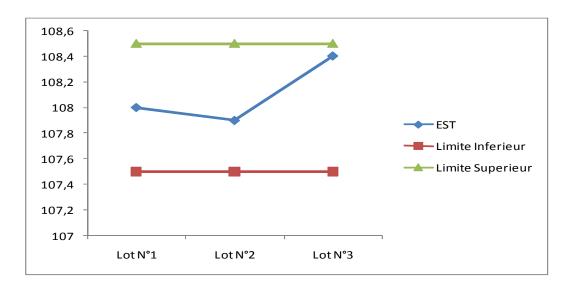


Figure N°17: Variation de l'E.S.T. au niveau des tanks de reconstitution

Selon la figure N°18 La teneur moyenne du lait reconstitué en matière grasse (M.G.) est 16,3% elle est toujours dans les normes.

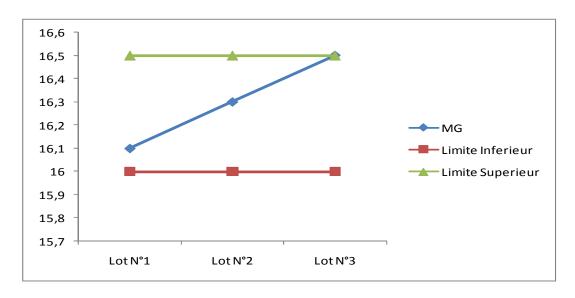


Figure N°18: Variation de M.G au niveau des tanks de reconstitution

#### I-4) Résultats de l'analyse du produit fini

Selon le tableau N°X(Annexes), les résultats des analyses des paramètres (E.S.T, M.G, PH, Acidité) obtenus, montrent une conformité aux normes de l'entreprise

Concernant la teneur en matière grasse du produit fini. Selon la figure N°19 les résultats montrent qu'elle est conforme aux normes de l'entreprise Tchin-lait/Candia. Cela signifie que la poudre utilisée dans la composition du lait U.H.T. « VIVA » a un taux de matière grasse stable.

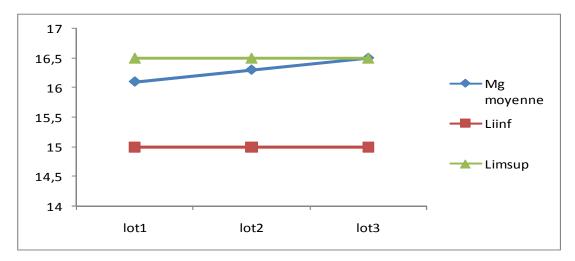


Figure N°19: Variation de la M.G. dans le produit fini

Concernant les caractères organoleptiques on a remarqué que le lait partiellement écrémé « VIVA » à un gout et odeur franc du lait et de couleur blanche.

Concernant les tests de stabilité (test d'ébullition, test à l'alcool et le test de Ramsdell) les résultats montrent l'absence de coagulation donc les échantillons sont conformes aux normes. En effet, selon **Guiraud (1998)**, le lait commence à se coaguler à partir d'une acidité Dornic supérieure à 21°D. Sachant que la valeur moyenne d'acidité obtenue pour les différentes briques est de 13,49°D ±0 ceci explique la stabilité de ces laits aux tests à l'alcool et à l'ébullition.

Selon les résultats du test Ramsdell, le volume de la solution phosphate mono-potassique additionnée peut atteindre 2,8ml sans que les échantillons du lait U.H.T; ne soient coagulés. Plus la quantité de phosphate ajoutées est grande, plus le lait est stable et inversement. Les ions phosphates ont la capacité de déstabiliser la structure de micelles de caséine si le lait n'est pas stable.

#### II) Résultats et interprétations des analyses microbiologiques

#### II-1) Résultats de l'analyse microbiologique de l'eau

Les résultats des analyses microbiologiques de l'eau brute (eau de ville), l'eau de 15°F (eau de process), l'eau de 5°F (eau de nettoyage) récapitulés dans le tableau XI montrent : L'absence totales des germes, se qui confirme l'efficacité du traitement aux rayons U.V effectuée par la laiterie. De ce fait, les résultats répondent aux critères réglementaires exigés par le Journal Officiel Algérien (J.O.R.A. N°35,1998).

Donc de point de vue microbiologique, l'eau utilisée par Tchin-lait /Candia est de bon qualité.

Tableau XI : Résultats des analyses microbiologiques de l'eau

	Coliforme totaux	Coliforme. Fécaux	F.T.A.M.	Streptocoques	C.S.R.
L'eau de process	Abs	Abs	Abs	/	1
L'eau de nettoyage	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
L'eau de brute	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
Normes					
(J.O.R.A. N°35,1998)	1UFC/ml	Absence	10 <sup>2</sup> UFC/ml	Absence	Absence

#### (/) : Germes non recherchés.

#### II-2) Résultats de l'analyse microbiologique de la poudre du lait

Les résultats des analyses microbiologiques de la poudre de lait, montrent la présence d'un nombre réduit de germes ce qui est conforme à la norme du **J.O.R.A.** N°19 (2000), voir tableau XII. D'après ces résultats, la poudre de lait importée par Tchin-lait /Candia est de qualité microbiologique satisfaisante.

Germe recherché	Lot de poudre de lait(14,5)	Normes
Coliformes	<10	10
F.T.A.M.	<10 <sup>3</sup>	$2.10^{5}$
C.S.R.	<10	10

Tableau XII: Résultats des analyses microbiologiques de la poudre du lait

#### II-3) Résultats des analyses microbiologiques du produit fini

## II-3-1) Résultats de la méthode classique

Les résultats des analyses bactériologiques effectuées sur le produit fini représentées dans le tableau ci-dessous, montrent une absence totale de la F.T.A.M. ce qui confirme sa stérilité. La réglementation précisent que la charge en germes aérobies mésophiles totaux par 0,1ml de lait ne doit pas dépasser 10germes pour le lait U.H.T. (J.O.R.A. N°35,1998). Ceci est un indice de bonnes pratiques d'hygiène concernant les conditionneuses, le personnel et l'ensemble de l'atelier ainsi qu'à l'efficacité du traitement U.H.T.

**Tableau XIII :** Résultats des analyses microbiologiques du produit fini.

Germes recherchés	Prélèvement au cours de conditionnement				Norme	
F.T.A.M.	0% (début)	25%	50%	75%	100% (fin)	<10UFC/0,1ml
	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	

## II-3-2) Résultats du test à la résazurine.

La couleur bleu observée dans tous les puits (figure N°20), traduit l'absence d'activité liée aux microorganismes ou un nombre de germes inferieur au seuil de détection de la résazurine qui est de  $3.10^4$  particules indésirable/ ml de lait. Ceci suggère que toutes les briques analysées sont stériles.

Ce test est applicable à un nombre très élevé d'échantillons, il permet un gain de temps par l'obtention des résultats après 4h d'incubation seulement, contrairement à la méthode

classique qui nécessite 3 jours. Ceci permet la commercialisation du produit fini plus rapidement.

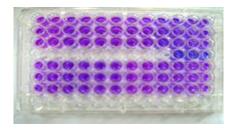


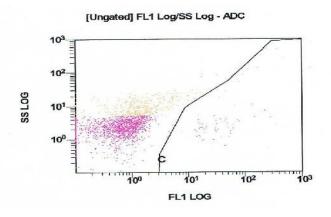
Figure N°20 : Résultat du test à la résazurine

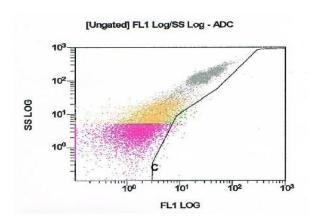
## II-3-3) Résultats du test à la cytométrie en flux

Selon **Grégori** (2004), **Roché et Niel**(2012), il est possible de préciser, et de classer la distribution de la fluorescence au sein de chaque fenêtre, dont chaque point correspond à une particule analysée par le cytométre, ainsi que plusieurs événements peuvent occuper le même point s'ils ont des intensités identiques.

A partir de la distribution de la fluorescence sur les fenêtres du cytométre utilisé au niveau de Chin-lait/Candia, on peut préciser deux zones : une zone contenant des particules ayant une relation avec la composition du lait, et une autre zone comportant des particules définissant sa non stérilité.

D'après les résultats obtenus dans Figure N°21, aucune particule définissant la non stérilité du lait n'a été détectée, ce qui confirme la stérilité du produit fini.





Cas non stérile

Cas stérile

Figure N°21 : Résultats du test à la cytométrie en flux

## **Conclusion**

La production d'un aliment de bonne qualité, doit être le souci de tous ceux qui sont en relation avec la chaine de production afin de satisfaire le consommateur et de préserver sa santé. Pour cela, un contrôle des matières premières et du produit fini, doit être effectué d'une façon rigoureuse avec le respect des bonnes pratiques de fabrication.

Au cours du stage pratique effectué au sein de la laiterie Tchin-lait/Candia, des qualités physico-chimiques et microbiologiques du lait U.H.T. partiellement écrémé de marque « VIVA » ont été évaluées aussi bien sur les matières premières entrant dans sa fabrication à savoir : l'eau, la poudre de lait, lait reconstitué, ainsi que sur le produit fini (brik de lait U.H.T.).

Les résultats obtenus montrent une conformité du produit aux normes du J.O.R.A. que ce soit pour les analyses physico-chimiques que microbiologiques. Ce qui prouve que les points critiques et le processus de fabrication on été bien maitrisés et que du point de vue stabilité et hygiène, le lait U.H.T. produit par l'entreprise et de bonne qualité.

Ce stage effectué au sein de la laiterie Tchin-lait/Candia, nous a permis de mettre en application les connaissances théoriques acquises, tout au long du notre cursus. Ainsi que découvrir l'industrie laitière où des technologies modernes sont mises en œuvre pour la fabrication des produits dans le strict respect des règles d'hygiènes et de qualité haute gamme.

# Références bibliographiques

## $\mathcal{A}$

- ➤ **Aboutayeb R. (2011).**Technologie du lait et dérivés laitiers. Janvier 2011.
- ➤ Amiot J., Fournier S., Lebouf Y., Paquin P. et Simpson .R(2002). Composition, propriété physico-chimiques, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyse du lait. In << science et technologie du lait ». Edition. École polytechnique de Montréal. pp.1-69.

## $\mathcal{B}$

➤ Branger A., Richer M. M. et Rostels (2007). Alimentation, sécurité et contrôle microbiologique. Edition : Educagri.p88.

## $\boldsymbol{C}$

- ➤ Carole L. Vignola, (2002).science et technologie du lait. Transformation du lait. 3<sup>éme</sup> Edition Canada. Changes in free monosaccharids during storage of some UHT milks: a preliminary study/. Lebensem, 1998.PP180-181.
- ➤ Cheftel J.C. et Cheftel H. (1986). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition : Tec et Doc Lavoisier. Parie. 381P.

#### $\mathcal{D}$

- ➤ Dalgleach. (1992) cités par Cayot et l'orient (1998) : structure et techno fonction des protéines du lait, Edition : Tec et Doc, Lavoisier, paris.
- ➤ **Debry G. (2005).** Chap. 2 : les protéines, Chap. 1 : le lait et ces constituants : caractéristiques physico-chimiques. In. « lait, nutrition et santé ». Edition. Technique de documents. France, 46-104.
- **DERBY.** (2001): Lait, nutrition et santé, Edition : Tec et doc, Lavoisier, Paris.
- ➤ **Dudez P. (2002).** Transformation des produits laitiers frais à la ferme. Edition: Educagrie, Dijon. 237 P.

- ➤ Elisabeth Vierling. (2008). Biosciences et technique, aliments et boissons, filière et produits. 3<sup>em</sup> .Edition Welters Kluwer France. Pp33.
- ➤ El Khoury. (2006). Etude de modification épigénetique corrélées a l'expression du gène MDR1 et à la texture nucléaire dans des cellules de carcinome pulmonaire H69 sensible et résistantes à la chimiothérapie. Thèse de doctorat de biologie cellulaire et moléculaire. Université de REIMS Champagne-Ardenne-pp 94-95.

## F

Feinberg M., Favier J.C. et Irland R.J. (1998). Répertoires générale des aliments, table de composition des produits laitiers. Edition-Tec et Doc, Lavoisier.

# $\mathcal{G}$

- ➤ Gosta, (2005). Lait longue conservation. In Manuel de transformation du lait. Edition: tétra Pac processing system A B. Sweden.p 22-36-215-231.
- ➤ GOSTA, 1995: Les composants de traitement du lait. In : Manuel de transformation du lait. Sweden: édition Tétra pak processing system A. B.
- ➤ Goursaud J. (1985) .Composition et propriétés physico-chimiques. In : « Lait et produits laitiers » (volume1).Edition. Technique et documentation(Lavoisier).pp.1-99.
- ➤ Goursaud J., Menu N., et Trabelsi S.(1998).conditionnement des produits laitiers.

  In : « L'emballage des denrées alimentaires de grande consommation ».2 éme Edition.

  Technique & Documentation. pp.826-853.
- ➤ **Grégori G.** (2004). Flowcytometry data handling and analysis. Laboratory of microbiology, Geeochimistry, and marine Ecology. Edition: CNRS COM-Marseille.pp17-18.http://www.com.univ-mrs.fr.
- ➤ Grenon C., Fourier S. et Goulet J. (2004). Lait de qualité. pp.7.
- ➤ **Guiraud J.P.** (1998).microbiologique alimentaire. Technique d'analyse microbiologique Edition : DUNOD. Université Libre de Bruxelles, paris. P390.
- ➤ **Guiraud J.P. (2003).** Microbiologie alimentaire. Edition. Dunod. Paris. P 387-393.

. 1

➤ Jeantet R., Roignant M., Brulé. (2001). Génie des procédés appliqué à l'industrie laitière, Edition Tec et Doc, Lavoisier 54-65.

## $\mathcal{L}$

- Lamontagne M., Champagne C.P., Asseur J.R., Moineau S., Gardner N., Lamoureax M., Jean J.et fliss I. (2002) .Microbiologie du lait In : « science et technologie du lait ».Edition. Ecolepolytechnique de monteréal.pp.75-146.
- Larpent J.P. (1996) .lait et produit laitiers non fermentés In : « microbiologie alimentaire »Aspect microbiologique de la sécurité et de la qualité des aliments (Tome1) .Edition. Technique &documentation. pp.272-292.
- Leseur et Malik. (1985). Lait de consommation In Luquet FM. Lait et produits laitiers : vache, brebis, chèvre. Edition. Tec et Doc-Lavoisier. Paris. PP3-16.
- ➤ **Lubin D.** (1998). Lait de consommation in « Luppien J. Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humains ». Collection FAO (Food Agricultures Organisation).
- Luquet F.M. (1985).lait et produits laitiers 'vache, brebis, chèvre,'volume1.Edition. Tec et Doc. Lavoisier. Paris.

## $\mathcal{M}$

- ➤ Mahaut M., Jeantet R., Schuck P. et Brulé G. (2000).les produits industriels laitiers Edition: Tech et Doc-Lavoisier.paris.p175.
- ➤ M. deluigne, M. dekesel et B.tinant (2009-2010). Faculté des sciences. Agréage de l'enseignement secondaire supérieur.
  - Michel J.C., Pouliot R., Richrd J. et Vallenerd C. (2002) .lait de consommation in Vignola C L. science et technologie du lait ; transformation du lait. Edition. Ecole polytechnique, Québec 277-322.
- ➤ Moller (2000). La reconstitution du lait, Edition, INA. Paris.

➤ O'Brien J., Wilson I., Orton T. et Pognan F. (200). Investigation of the Alamar Blue (rezasurin) Fluorescent dye For The assessement of mammalian cell cytotoxicité. Edition: FEBS-UK.p5.

#### $\mathcal{P}$

- ➤ Perlat M.N., Lalande M. et Corrieu G. (1986). Etude du nettoyage d'un stérilisateur de lait UHT. Ordre d'utilisation des détergents alcalins et acide et aspect cinétique . Laboratoire de génie industriel alimentaire . Edition : I.N.R.A- France. P32.
- ➤ **Pointurier H.** (2003). La gestion matière dans l'industrie laitière. Edition. Tec et Doc, Lavoisier, France : 64.p388.
- ➤ Pougheon S. (2001). Contribution à l'étude des variations de la composition du lait et ses conséquences en technologie laitière. Thèse pour l'obtention du grade de docteur vétérinaire. Université Paul-Sabatier de Toulouse. p8.
  - ➤ Plusquellec A. (1991). Lait et produit laitiers. In : « techniques d'analyse et de contrôle dans les industries agroalimentaires » (volume 3). Edition. Lavoisier- Tec& Doc. pp.335-353.

## $\mathcal{R}$

- Roché Y. et Niel P. (2012). Analyses en microbiologie. Produit non stérile.
   Edition: Techniques de l'ingénieur-Paris.P8. http://www.dissertationsgratuits.com%
- Rosenzwajg, (2009). Cytométrie en flux. Service de biothérapie. Edition : UPMC CNRS-Paris. P2.

## ${\mathcal T}$

➤ **Thapon J.L.** (2005). Science et technologie du lait. Edition. Agrocampus, Rennes. Pp: 6-38.

# $\gamma$

➤ VEISSEURE, (1979). Technologie du lait : constituants, récoltes, traitement et transformation du lait. Edition, La maison rustique. Paris.

>	<b>Vignola C.L.</b> (2002). Science et technologie du lait. Edition Presse international polytechnique, France page 29.

# Normes et textes réglementaire

- **J.O.R.A.** N°69-1993. Arrêté interministériel du 18 Aout 1993 relatif aux spécifications et là la présentation de certains laits de consommation.
- **J.O.R.A.**N°**35,1998.**Arrêté interministériel du 24 Janvier 1998 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires.
- **J.O.R.A.** N°80 ,1999. Arrêté interministériel du 27 Octobre 1999 relatif aux spécifications du lait en poudre industriel et aux conditions et modalités de sa présentation, sa détection, son utilisation et sa commercialisation.
- **J.O.R. A.** N°19,2000. Arrêté interministériel du 2Avril2000 modifiant et complétant l'arrêté du 27 Octobre 1999 relatif aux spécifications du lait en poudre industriel et aux condition et modalités de sa présentation, sa détention, son utilisation et sa commercialisation.

# Références numériques

- > Aboutayeb R. (2011): <a href="http://www.azaquar.com/doc/technologie-des-laits-de-consommation-lait-pasteuris%C3%A9-st%C3%A9-rilis%C3%A9-et-uht">http://www.azaquar.com/doc/technologie-des-laits-de-consommation-lait-pasteuris%C3%A9-st%C3%A9-rilis%C3%A9-et-uht</a>
- ➤ Cniel. (2000). <a href="http://www.cniel.com/prodlait/LAIT/Lait33.html">http://www.cniel.com/prodlait/LAIT/Lait33.html</a>

# Appareillages et réactifs



**Figure 22:** Appareil de mesure de la composition du lait Milko-Scan $^{TM}$  Minor.



**Figure 23 :** Le cytométrie BECKMAN Coulter de type FC 500.



Figure 24: A3 Speed

## I-Partie physico-chimique

## 1-Température

- Thermomètre.

## 2-Humidité

- Coupelle.
- Dessiccateur à infrarouge.

## 3-Acidité titrable

- Bécher.
- Pipette graduée de 11ml.
- PH-mètre.
- Burette de 100ml.
- Phénol phtaléine.
- Solution de NaOH titre à 0,1mol/l.

#### 4- PH

- PH-mètre.
- Eau distillée.
- Deux solutions étalons (PH=4, pH=7).

#### 5- Densité

- Eprouvette cylindrique.
- Lactodensimètre.
- Thermomètre pour vérifier la température du produit (20°C).

## 6-La matière grasse :

- Butyromètre à lait muni d'un bouchon approprié.
- Pipette à lait de 10ml.
- Mesure à alcool iso-amylique délivrant.
- Centrifugeuse électrique.
- Acide sulfurique.
- Acide iso-amylique.

#### **7-TH**

- Burette.
- Solution EDTA à 0,02N.
- Indicateur coloré noir eriochrome T(NET).
- Eau distillé.

## 8- Test à l'alcool

- Tube à essai.
- Pipette de 2ml.
- Ethanol.

#### 9-Test de stabilité à l'ébullition.

- Tube à essai.
- Pipette de 5ml.
- Bain marie.

#### 10-Test de Ramsdell

- Tube à essai.
- Deux pipettes de 5ml et 10ml.
- Bain-marie.
- Solution de phosphate mono potassique.

## II-La parie microbiologique

## 1-Flore totale aérobie mésophile

- Deux boites de pétri.
- Etuve.
- Pipette de 1ml.
- Bec bunsen.
- Milieu gélosé PCA.

#### 2-Coliformes

- Tubes à essai.
- Etuve.
- Pipetes: 0,1ml, 1ml, 10ml.
- Porte tubes.
- Milieu liquide BLBVB avec cloche du Durham (analyse de la poudre de lait).
- Milieu liquide BCPL (Analyse de l'eau de process).
- Milieu solide VRBL (pour le reconstituée, lait pasteurisé).

#### 3-Clostridiums sulfito-réducteurs

- Bain marie.
- Tubes à essai.
- Pipette de 0,1ml.
- Bec bunsen.
- Etuve milieu gélosé VF+ additifs (sulfite de sodium et Alun de fer).

#### 4-Test à la résazurine

- Un flacon en verre.
- Une pastille de résazurine.

- Eau distillé.
- Etuve.
- Bec bunsen.
- Microplaque.
- Micropipettes.
Composition des milieux de culture et des réactifs (Institut Pasteur d'Algie, 2002).
B.C.P.L.
Peptone de caséine
PH: 7,2±0,2 à 25°C.
B.L.V.B.
Bile de bœuf déshydraté       20g/l         Lactose       10, 0g/l         Peptone gélatine       10, 0g/l         Vert brillant       0, 0135 g/l
PH : 7,2± 0,2 à 25°C.
Liquide Ringer dilué au 1/4.

NaCl	9,00 g/l
KCL	
CaCl <sub>2</sub> (Anydre)	
Bicarbonate de sodium (NaH Co <sub>3</sub> )	

PH: 7, 0 à 25°C.

## P.C.A.

Tryptone	5 g/l
Extrait de levures	
Glucose	1g/l
Gélose	15,0g/l

PH: 7,0± 0,2 à 25°C.

## V.F.

Base de foie	30,0g/l
Glucose	2g/l.
Agar bactériologique	8g/l

PH: 6± 0,2 à 25°C.

# Milieu Roth

Extrait de viande	1, 5 g/l
Peptone	20 g/ l
Glucose	4g/l
Azide sodium	
NaCl	5g/l
Phosphate di-potassique	2,7g/l
Phosphate mono-potassique	2,7g/l

PH: 6,8 à 25°C.

# > Préparation de la solution de résazurine à 5%.

Introduire dans un flacon stérile en verre

- ✓ 50ml d'eau distillée.
- ✓ Une pastille de 2,5 mg de résazurine.

 $\textbf{Tableau $N^{\circ}$VII: } \textbf{R\'esultats des analyses physico-chimiques } \textbf{de l'eau}$ 

Paramètre	Eau brute	Norme	Eau de 5°F	Norme	Eau de 15°F	Norme
PH	7,53	6,5-8,5	7,67	7-8,5	7,32	7-8,5
TH	33	≤50°F	9,8	5-10°F	18	10-20°F

**Tableau VIII**: Résultats des analyses physico-chimiques de la poudre du lait partiellement-écrémé 14,5MG

Paramètre	Lot de poudre (14,5%)	Normes			
PH	6,74	6,6 - 6,8			
Acidité	12°D	Max 15°D			
MG	14,5	Min 14,5			
MP	33	30%			
Ramsdell	>1,9	1,6ml			
Humidité	2,52	Max 5%			
Bain d'huile	>15min	12min			
Gout/odeur	Gout et odeur Franc	Gout et odeur franc du lait. absence d'odeur			
Couleur	Blanche	Poudre blanche ou légèrement crème			

**Tableau X :** Résultats des analyses physic-ochimiques du produit fini

	Lot N°1				Lot N°2				Lot N°3				
paramètre	Début	milieu	Fin	Moyenne	Début	milieu	Fin	Moyenne	Début	milieu	Fin	Moyenne	Normes
PH	6,75	6,76	6,76	6,75±0,005	6,73	6,73	6,73	6,73±0	6,75	6,76	6,73	6,74±0,015	6,6-6,8
Acidité (°D)	13.49	13,49	13,49	13,49±0	13,49	13,49	13,49	13,49±0	13,49	13,49	13,49	13,49±0	12-14
Densité à 20°C	1,032	1,032	1,032	1,032±0	1,032	1,032	1,032	1,032±0	1,032	1,032	1,032	1,032±0	1,031-1,033
MG (g/l)	16,1	16,2	16,1	16,13±0,057	16,2	16,3	16,3	16,26±0,057	16.2	16,4	16,4	16,33±0,115	15,5-16,5
MP (g/l)	29,6	29,7	29,7	29,66±0,057	29,6	30	30	29 ,9±0,264	29,6	29,7	30	29,76±0,208	29,5-30
Lactose (g/l)	53	53	53,2	53,06±0,115	53	53,2	53	53,06±0,115	53	53,2	53	53,06±0,115	53-53,5
EST (g/l)	106,5	106,7	106,8	106,66±0,141	106,4	106,7	106,8	106,63±0,208	106,4	106,6	106,6	106,53±0,115	106,5-107,5
ESD (g/l)	90,2	90,2	90,3	90,23±0,057	90,1	90,1	90,1	90,1±1,74	90,2	90,2	90,1	90,16±0,057	
FPD (°C)	0,56	0,56	0,56	0,56±0	0,57	0,57	0,57	0,57±0	0,57	0,56	0,57	0,56±0,005	0,56-0,57
Alcool	/	-	-	/	/	_	-	/	/	-	-	/	-
Ramsdell (ml)	/	2,8	2,8	2,8±0	/	2,8	2,8	2,8±0	/	2,8	2,8	2,8±0	>2,3
Ebullition	/	-	-	/	/	-	-	/	/	-	_	/	-
Test de filtration	_	_	_	/	_	_	_	-	-	_	-	-	-
Gout et	Franc du	Franc du	Franc	/	Franc du	Franc du	Franc du	/	Franc du	Franc du	Franc du	/	Franc du lait
odeur	lait	lait	du lait		lait	lait	lait		lait	lait	lait		
Couleur	Blanche	Blanche	Blanche	/	Blanche	Blanche	Blanche	/	Blanc	Blanc	Blanc	/	Blanc
Poids	1060,3	1060	1057,7	1059,33±1,422	1059,1	1059,7	1065	10612,6±3,247	1060	1059,7	1060,3	1060±0,3	1055-1065

## Résumé:

Le lait a toujours été un aliment essentiel de notre alimentation, dans un contexte général où la demande du consommateur s'oriente toujours vers des produits de qualité.

Un traitement thermique U.H.T. suivi d'un conditionnement aseptique est appliqué afin d'aboutir à une destruction des microorganismes et d'obtenir un aliment de longue conservation.

Dans un souci de mettre à la disposition du consommateur un lait de bonne qualité, la matière première mise en œuvre et le produit fini fabriqué, doivent faire l'objet d'un contrôle très strict.

A cet effet, des analyses physico-chimiques et microbiologiques sont effectuées afin d'évaluer la qualité du lait U.H.T.partiellement écrémé « VIVA » produit par Tchin-lait/ Candia de Bejaia.

Les résultats obtenus confirment sa stérilité et sa conformité aux normes, grâce à l'utilisation d'une matière première de meilleur qualité et la maitrise du processus de fabrication qui est de haute technologie.

**Mots clés** : lait U.H.T., stérilisation du lait, analyse du lait, analyse physico-chimique, analyse microbiologiques.

#### **Abstract**

Milk has always been an essential nutrient in our diet, in a general context where consumer demand is still moving towards quality products.

U.H.T. heat treatment followed by an aseptic filling is applied in order to achieve a destruction of microorganisms and to obtain a shelf-stable food.

In order to make the consumer good quality milk, the raw material implementation and the finished product manufactured, must be strictly controlled.

To this end, the physico-chemical and microbiological analyzes are conducted to assess the quality of U.H.T. milk VIVA produced by Tchin-milk/ Candia Bejaia.

The results confirm sterility and compliance through the use of best quality raw material and mastery of the production process is high-tech.

**Keywords:** U.H.T. milk, sterilized milk, milk analysis, physico-chemical, microbiological analyzes.