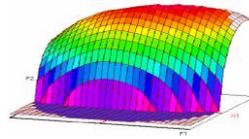




Année Universitaire : 2014-2015



**Master Sciences et Techniques CAC Agiq**

**Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle de la qualité**

**MEMOIRE DE FIN D'ETUDES**

Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

**Contrôle qualité des produits laitiers et étude des paramètres par les méthodes ACP / RLM**

**Présenté par:**

**Bouhrir Siham**

**Encadré par:**

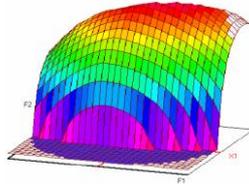
- Mr. Othmane KAJJOUÉ Domaine Douiet -Oued Nja -
- Mr. Bouchaib IHSSANE FST Fès

**Soutenu Le 19 Juin 2015 devant le jury composé de:**

- Pr. B. IHSSANE
- Pr. A. BEN TAMA
- Pr. M. EL ASRI



Stage effectué à : Domaine Royale Douiet -Oued Nja -



Master ST CAC Agiq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: Bouhrir Siham

Année Universitaire : 2014/2015

Titre: Contrôle qualité des produits laitiers et étude des paramètres par les méthodes ACP / RLM

#### Résumé :

Le projet de fin d'études effectué au sein du domaine douiet, a été motivé par le besoin d'appliquer mes connaissances scientifiques en matière du traitement statistique dans le laboratoire de la société.

L'objectif principal de ce présent travail était de vérifier la validation de la DLC et jusqu'à quand un produit laitier peut rester conforme, après avoir dépassé son DLC proposé et dans quelles conditions cela est bien vérifié et d'autre part de cibler les facteurs essentiels qui influencent directement sur ces produits laitiers.

Afin de réaliser ce travail nous nous sommes basée sur une collecte de données qui ont été

**Mots clés:** Analyses en composantes principales, Régression linéaire multiple, Date limite de consommation



## Dédicaces

### À mes très chers parents

Pour leur patience et de tous les sacrifices qu'ils ont consentis pendant mes longues années d'étude. Aucune dédicace ne saurait leur exprimer mon profond amour et mon attachement. Que Dieu leur procure santé, bonheur et longue vie afin que je puisse leur combler à mon tour.

### À mes chers frères et sœurs

### À ma chère famille

### À mes amies

### À tous ceux qui comptent pour moi

### À tous ceux pour qui je compte

En guise de reconnaissance pour leur affection, conseil, aide et appui

Je leur dédie ce modeste  
travail..

## Remerciements



Je rends grâce à Allah, pour m'avoir accordé lucidité, santé, vigueur et patience durant ce stage et toutes ces années d'études.

La réalisation de ce travail n'a été possible sans la contribution de plusieurs personnes.

Je tiens pour cela à remercier particulièrement :

- **Mr. BENSEDDIK Fayçal**, directeur du Domaine Douiet pour m'avoir accordé cette opportunité de passer mon projet fin d'études au sein de son établissement.
- **Mr. KAJJAOUÉ Othmane** mon encadrant professionnel, responsable du projet, pour ses remarques pertinentes, le temps qu'il a bien voulu me consacrer et l'intérêt qu'il a porté à mon projet de fin d'études.
- **Mr. ALAMI Younes**, technicien de laboratoire pour sa gentillesse, sa collaboration et son aide.
- **Mr. IHSSANE Bouchaib** mon encadrant pédagogiques au niveau de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, qui a pris la responsabilité de me diriger et m'orienter pour enrichir le contenu de ce rapport.
- **Le personnel de l'usine Oued Nja**, pour le climat d'échange convivial et familial qu'ils nous ont procuré.

Mes remerciements vont également à Messieurs les professeurs membres du jury pour avoir supporté la fastidieuse tâche de lecture de ce rapport, son évaluation et sa discussion.

Enfin, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mes professeurs de la Faculté des Sciences et Techniques pour avoir contribué, chacun par son domaine, à notre formation de master.



## Avant-propos

Si par le passé les petites entreprises étaient «absorbées» par les grandes, désormais, ce sont les plus actives et les plus rapides qui «absorbent» les plus lentes. Toute pause dans le voyage vers l'excellence permet aux concurrents, qui continuent de leurs côtés à y travailler, d'améliorer leurs avantages compétitifs.

En effet, le niveau de performance s'élève en performance, l'excellence d'aujourd'hui et la norme de demain. La recherche de la performance est donc une quête continue, un voyage sans fin.

“ Ce n'est pas le plus fort de l'espèce qui survit, ni le plus intelligent, mais un plus réactif pour changer.” Charles Darwin

“It is not the strongest of the species that survives, nor the most intelligent, but the most responsive to change.” Charles Darwin



## Liste des abréviations

- DLC : date limite de consommation  
ACP : Analyses en composantes principales  
RLM : régression linéaire multiple  
MCO : méthode des moindres carrés ordinaire  
ANOVA: ANalysis Of VAriance  
HACCP: Hazard Analysis Critical Control Point  
ISO : Organisation internationale de normalisation  
FMAT : flore mésophile aérobie total  
LM : levures et moisissures  
CF : coliformes fécaux  
CT : coliformes totaux  
pH : potentiels d'hydrogène  
MG : matière grasses  
PME : Petite et moyenne entreprise  
AFC : AFC (Analyse Factorielle des Correspondances)  
ACM : ACM (Analyse des Correspondances Multiples).  
PLS: Partial Least Squares (PLS)  
LBC : leben beldi chaud (25°C)  
LBF: leben beldi froid (2°C)  
YAC: yaourt à boire chaud (25°C)  
YAF: yaourt à boire froid (2°C)



## Liste des figures

Figure 1 : Historique du domaine Douiet.....	2
Figure 2 : Organigramme de l'usine Oued Nja.....	3
Figure 3 : Structure du service production.....	4
Figure 4 : Séquence chronologique de la validation de la DLC.....	9
Figure 5:Schéma d'une démarche statistique.....	13
Figure 6: Décomposition des différents écarts.....	15
Figure 7 : Leben beldi.....	17
Figure 8 : Yaourt à boire.....	17
Figure 9: pH mètre.....	19
Figure 10: viscosimètre à écoulement.....	19
Figure 11 : le réfractomètre.....	20
Figure 12 : Mesure de la matière grasse (méthode de gerber).....	20
Figure 13 : Graphe des « loadings » pour leben beldi.....	27
Figure 14 : graphe des « X- loadings » pour leben beldi.....	27
Figure 15 : Graphe des « Bi-plot » pour leben beldi.....	28
Figure 16 : réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour leben beldi.....	29
Figure 17 : graphe des « loadings »Pour le yaourt à boire.....	31
Figure 18 : Graphe des « X- loadings » pour le yaourt à boire.....	32
Figure 19 : graphe des « Bi-plot » pour le yaourt à boire.....	34
Figure 20 : réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pou le yaourt à boire.....	34
Figure 21 : Graphe des « loadings » pour leben beldi.....	36
Figure 22 : Graphe des « X- loadings » pour leben beldi.....	36
Figure 23 : graphe des « Bi-plot » pour leben beldi.....	37
Figure 24: Réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour eben beldi.....	38
Figure 25: Graph des « loadings » pour le yaourt à boire.....	40
Figure 26: Graphe des « X- loadings » pour le yaourt à boire.....	40
Figure 27 : graphe des « Bi-plot »pour le yaourt à boire.....	41
Figure 28: réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour le yaourt à boire.....	42
Figure 29: Graphe des « loadings » pour leben beldi.....	44
Figure 30: Graphe des « X- loadings » pour leben beldi.....	44
Figure 31 : Graphe des « Bi- plot pour leben beldi.....	45
Figure 32 : Réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour leben beldi.....	46
Figure 33 : Graphe des « loadings »pour le yaourt à boire.....	47
Figure 34 : Graph des « X- loadings » pour le yaourt à boire.....	48
Figure 35 : Graph des « Bi- plot » pour le yaourt à boire.....	48
Figure 36 : réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour le yaourt à boire.....	50



## Liste des tableaux

Tableau 1: Fiche signalétique de l'usine Oued Nja.....	3
Tableau 2:Caractéristiques des produits préemballées.....	6
Tableau 3: La différence entre DLC et DLUO.....	8
Tableau 4 : Sommes de carrés (SC).....	15
Tableau 5 : Analyse des variances .....	16
Tableau 6: Sélection des paramètres à suivre.....	18
Tableau 7 : Pourcentage de variabilité expliquée .....	26
Tableau 8: Matrice des corrélations.....	26
Tableau 9 : Analyse de variance pour le modèle de prédiction de la viscosité.....	29
Tableau 10: Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité.....	30
Tableau 11: Pourcentage de variabilité expliquée pour le yaourt à boire.....	30
Tableau 12 : Matrice des corrélations pour le yaourt à boire.....	31
Tableau 13: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pour le yaourt à boire.....	33
Tableau 14 : Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour yaourt à boire.....	34
Tableau 15 : Pourcentage de variabilité expliquée.....	35
Tableau 16: Matrice des corrélations.....	35
Tableau 17: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pour leben beldi.....	37
Tableau 18: Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour leben beldi.....	38
Tableau 19: Pourcentage de variabilité expliquée pour le yaourt à boire.....	39
Tableau 20 : Matrice des corrélations pour yaourt à boire.....	39
Tableau 21: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pou yaourt à boire.....	41
Tableau 22: Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour le yaourt à boire.....	42
Tableau 23: Pourcentage de variabilité expliquée pour leben beldi.....	43
Tableau 24 : Matrice des corrélations.....	43
Tableau 25: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pour leben beldi.....	45
Tableau 26 : Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité.....	46
Tableau 27: Pourcentage de variabilité expliquée pour le yaourt à boire.....	47
Tableau 28: Matrice des corrélations pour le yaourt à boire.....	47
Tableau 29: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité.....	49
Tableau 30 : Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour le yaourt à boire.....	50



# Sommaire

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre 1 : Généralités sur l'entreprise Domaine Agricole –Oued Nja-</b>	
<b>I. Présentation de l'organisme d'accueil .....</b>	<b>2</b>
I.1. Domaine Agricoles.....	2
I.2. Domaine Douiet .....	2
I.3. Usine oued Nja .....	3
I.3.1. Fiche signalétique .....	3
I.3.2. Organigramme de l'entreprise.....	3
I.3.3. Gamme du produit .....	3
<b>II. Présentation du service laboratoire.....</b>	<b>4</b>
II.1. Structure du laboratoire.....	4
II.2. Activité du laboratoire.....	5
<b>Chapitre 2 : Revue bibliographique</b>	
<b>I. Généralités sur les produits laitiers .....</b>	<b>6</b>
I.1. Caractéristiques des produits laitiers .....	6
<b>II. Date limite de consommation .....</b>	<b>7</b>
II.1. La Date limite de consommation et la Date d'Utilisation Optimale .....	7
II.2. Détermination de La Date limite de consommation.....	8
<b>III. Aliments périmés : Peut –on les manger ? .....</b>	<b>11</b>
III.1. Les facteurs conduisent à la péremption des produits laitiers.....	11
III.2. Importance technologique de la conservation des aliments au froid.....	12
<b>VI. Traitement statistique des données.....</b>	<b>13</b>
IV.1. Analyse en composantes principales.....	13
IV.2. Régression linéaire simple.....	14
IV.3. Régression linéaire multiple.....	14
IV.3.1. Analyse de variance.....	15
IV.3.2. Critères de validation du modèle RLM.....	16
IV.3.2.1. Test de Student .....	16
IV.3.2.2. Test de Fisher .....	16
IV.3.2.3. Coefficient de détermination .....	16
<b>Chapitre 3 : Matériels et Méthodes</b>	
<b>I. Présentation des suivis et objectif d'étude .....</b>	<b>17</b>
I.1. Méthodologie.....	18
I.2. Plan de travail .....	18
I.3. Les analyses physicochimiques .....	18
I.3.1. Mesure de pH .....	18
I.3.2. Mesure de la viscosité.....	19
I.3.3. Mesure de brix .....	19
I.3.4. Mesure de la matière grasse .....	20
I.3.5. Détermination de l'acidité .....	20
I.4. Les analyses sensorielles .....	21
I.4.1. Analyse de la texture .....	21
I.4.2. Analyse de l'aspect.....	21
I.4.3. Analyse du goût .....	22
I.4.4. Analyse d'odeur .....	22
I.5. Les analyses microbiologiques .....	22



---

I.5.1. Dénombrement des coliformes .....	22
I.5.2. Dénombrement des levures et moisissures.....	23

#### **Chapitre 4 : Résultats et discussions**

<b>I. Analyses des données .....</b>	<b>25</b>
I.1. Analyse en composantes principales.....	25
I.2. Réalisation d'une régression inéaire multiple.....	25
<b>II. Analyses des Résultats et interprétations .....</b>	<b>25</b>
II.1. Suivi 1 : vérifécation de la validation da la DLC des produits laitiers frais et étude des paramètres influencant sur ces produits.....	25
II.1.1. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour leben beldi frais.....	26
II.1.2. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour leben beldi frais.....	28
II.1.3. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour yaourt à boire frais.....	30
II.1.4. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour yaourt à boire frais.....	33
II.2. Suivi2 :Suivi des produits après un jour de la DLC et étude des paramètres influencant sur ces produits .....	34
II.2.1. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour leben beldi .....	35
II.2.2. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour leben beldi .....	37
II.2.3. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour yaourt à boire .....	39
II.2.4. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour yaourt à boire .....	41
II.3. Suivi 3 :La détermintion de la durée de vie des produits laitiers après fin DLC et étude des paramètres influencant sur ces produits.....	43
II.3.1. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour leben beldi.....	43
II.3.2. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour leben beldi .....	45
II.3.3. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour yaourt à boire.....	47
II.3.4. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour yaourt à boire .....	49
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>51</b>
<b>Références</b>	



---

## Introduction

Dans leur stratégie de concurrence, les sociétés agroalimentaires, comme toutes les autres sociétés, travaillent en continue pour pouvoir dominer le marché, en séduisant de nouveaux clients d'une part, et renforcer la confiance de ceux déjà existant d'autre part.

Dans ce cadre, il se positionne l'intérêt de mon projet qui s'intéresse à faire un suivi de plusieurs produits, pour vérifier les conditions favorables qui peuvent aider à ce que ces derniers gardent le maximal de leurs propriétés, et qui assure que ces produits gardent leur conformité, même après fin de leur date limite de consommation.

Le but de cette étude consiste d'une part à estimer la période durant laquelle les produits peuvent résister chez le consommateur qui ne respecte pas la chaîne du stockage à froid, et de vérifier que les critères microbiologiques, physicochimiques et sensorielles s'appliquant au produit, sont respectés jusqu'à la date limite de consommation (DLC) et même après DLC et d'autre part cibler les facteurs essentiels qui influencent directement sur ces produits laitiers.

Bien évidemment, les résultats tirés de cette étude vont aider à la prise de décision, que ce soit au niveau de la vérification des bonnes conditions de stockage, ou de l'exploitation des produits qui ont, pour une raison ou pour une autre, dépassé leur date limite de consommation.

En vue de valider les résultats trouvés, on a fait recours à des méthodes multi-variées telles que l'analyse en composantes principales et la régression linéaire multiple.

Le présent document contient 4 chapitres essentiels, la première sera consacrée à la présentation de l'unité d'accueil. Le deuxième chapitre suivante proposera une synthèse bibliographique dans laquelle on définit, dans un premier temps, des notions sur les produits laitiers, ensuite des notions de base sur le traitement statistique des données, le troisième chapitre sera consacré à l'objectif du sujet ainsi que les méthodes et les matériels utilisés. Finalement le dernier chapitre présentera les résultats de l'étude ainsi que les interprétations correspondantes.



# Chapitre 1

## Généralité sur l'entreprise

### Domaine Agricole - Oued Nja -



Cette partie présente de manière générale les domaines agricoles, ainsi que l'usine Oued Nja de sa filière la production laitier à Fès « Domaines Douiet » où s'est déroulé mon projet de fin d'étude

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

### I.1. Domaines Agricoles

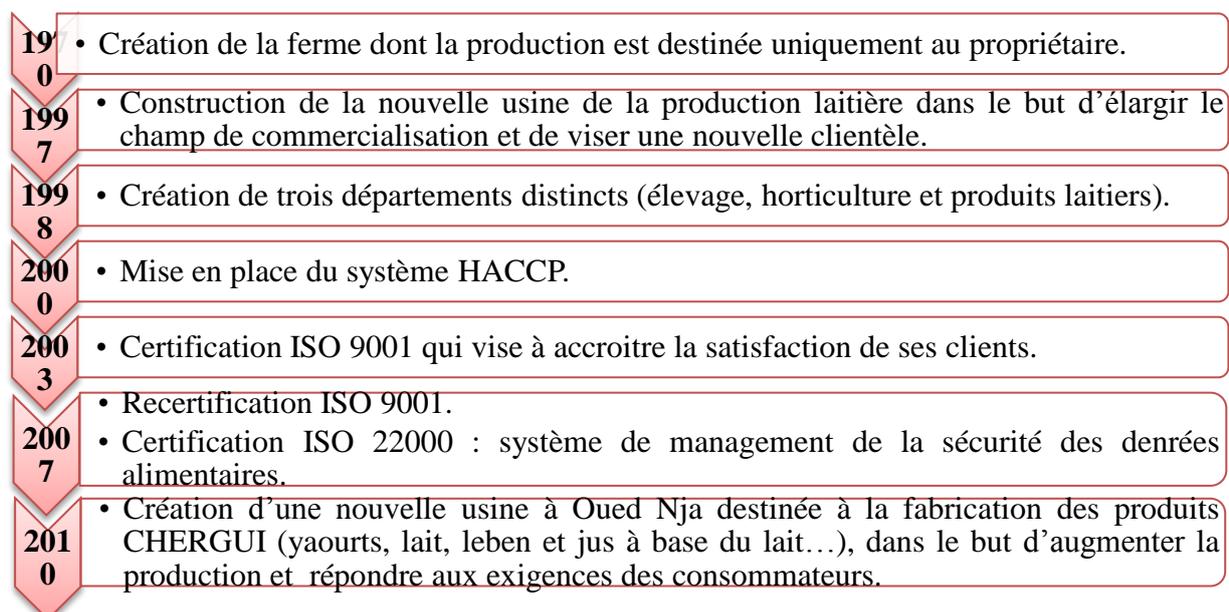
Créés en 1960, les Domaines Agricoles sont un groupe opérant dans les métiers de la production agricole et agro-alimentaire depuis plus de 50 ans. Présents sur l'ensemble des régions agricoles du Maroc avec de nombreux sites de production, les Domaines disposent de plusieurs exploitations dont la plus célèbre celle de Douiet dans la région de Fès, fournissant le fameux Chergui.

### I.2. Domaine Douiet

Le Domaine Douiet est une exploitation agricole qui s'étend sur une superficie d'environ 700 Ha dont 330 cultivables, disposant de 2 forages « Ain Allah » et « Bourkaize », situé à 15 Km au nord-ouest de la ville de Fès. Il est constitué de divers secteurs de production animale, agricole et laitière, et emploi un effectif entre 700 et 1000 personnes selon les saisons dirigés par 32 cadres.

#### a. Historique

L'évolution des domaines agricoles a connu des améliorations importantes dès son apparition jusqu'à l'année 2010. Ses améliorations sont représentées selon la chronologie suivante (figure 1) :



### I.3.Usine Oued Nja

#### I.3.1.Fiche signalétique

Le tableau ci-dessus illustre la structure de l'usine Oued Nja (tableau 1).

Tableau 4: Fiche signalétique de l'usine Oued Nja

	<b>Domaine Douiet</b>
Forme juridique	Entreprise privé
Date de création	2010
Activité	Production des produits laitiers
Effectif (personnel)	122
Directeur de groupe	Mr Fayçal BENSEDDIK
Siège social	Route d'Azemmour Casablanca
Téléphone / Fax	0535 7524 50 / 05 35 75 68 08
Email	dd@douiet.co.ma

#### I.3.2.Organigramme de l'entreprise

La mission confiée à l'usine est assumée par la direction qui a défini une structure et répartit les responsabilités des différents services (voir figure 2).

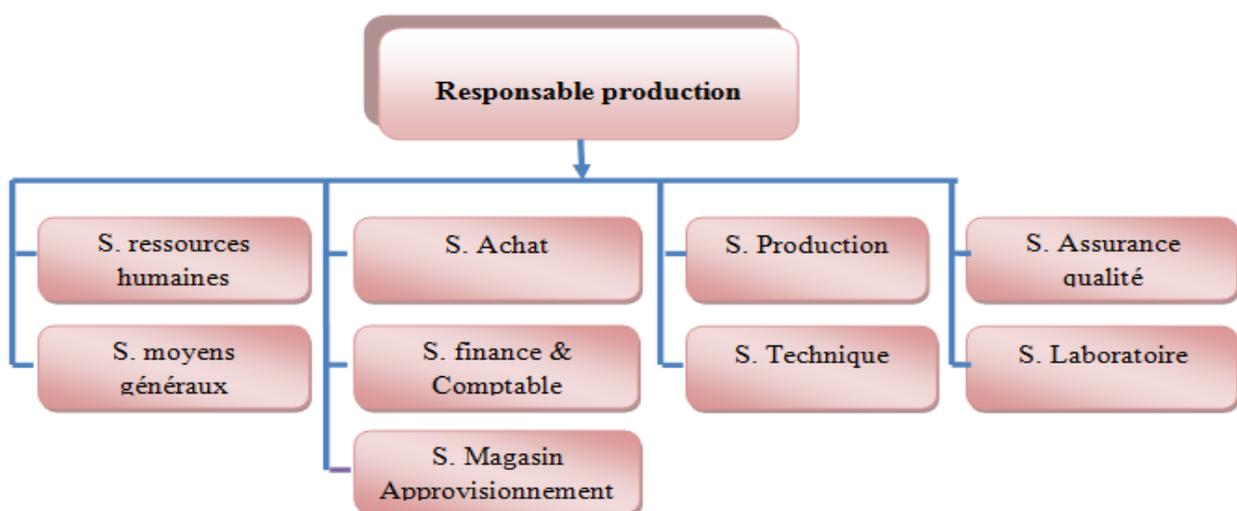


Figure 2 : Organigramme de l'usine Oued Nja

### I.3.3. Gamme de produit

Les produits laitiers fabriqués par l'usine oued nja sont les suivants :

- ❖ **Lait : lait entier , lait 0% ;**
- ❖ **Yaourt ferme "JNAN" :**
  - Bovin : Nature sans sucre ,nature sucré ,fraise ,coco ,vanille ,abricot ;
  - Chèvre : Nature sans sucre ,nature sucré ;
- ❖ **Yaourt brassé "brassé" :**
  - B. fruité : orange ,fraise ,abricot ,anans et sans sucre ;
  - Finesse sucré fruité : poire , cerise ,myrtille et DFC ;
  - Bifidus emusli et nature ;
- ❖ **Yaourt à boire : Pêche ,amande ,avocat ,vanille et MML ;**
- ❖ **Raib :Banane et citron ;**
- ❖ **Jus lactés : Orange-fraise et pêche –abricot ;**
- ❖ **Raibi : Grenadine ;**
- ❖ **Leben : Beldi et nature**
- ❖ **Bicouche : Abricot ,fraise ,sans sucre ,nature sucré**

## II. Présentation du service laboratoire

### II.1. structure du laboratoire

Ce stage a été effectué au sein du service laboratoire, qui est la clef de tout le fonctionnement de la société. Vu qu'il assure le **contrôle qualité** des produits laitiers.

La structure de ce service est donnée par la figure 3 :

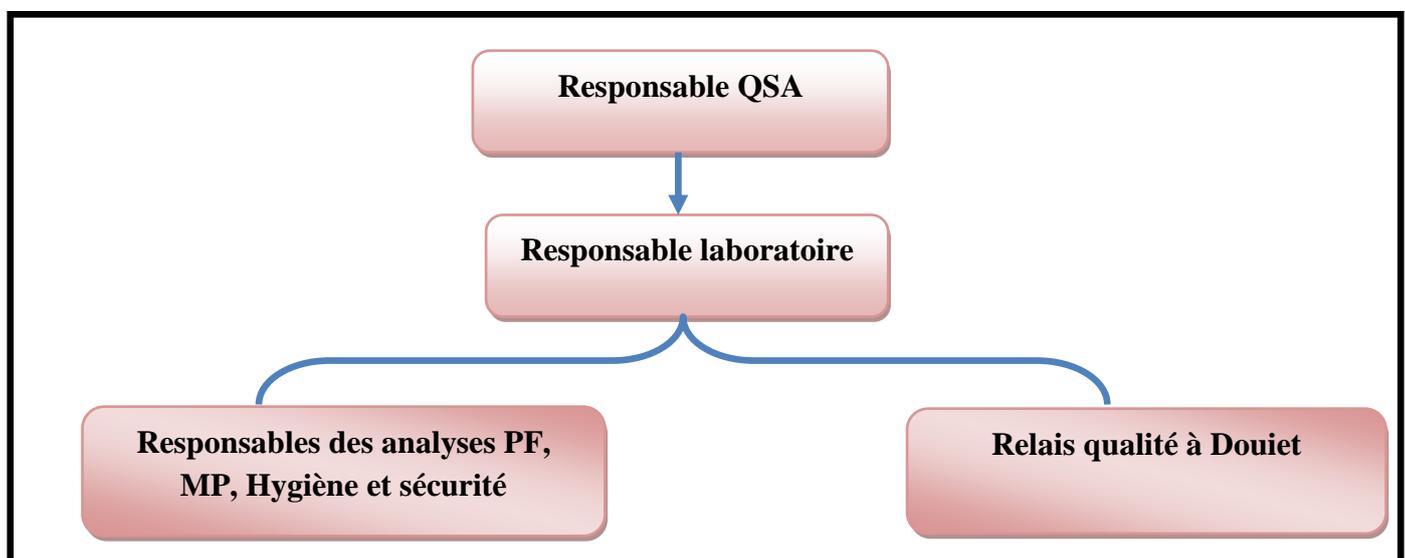


Figure 3: Structure du service production



## II.2. Activité de laboratoire

Le laboratoire d'analyse représente un axe parallèle à la production, dans lequel s'effectuent toutes les analyses physico-chimiques, microbiologiques et sensorielle sur le produit semi-ouvré et fini. Ces analyses sont réparties comme suite :

- **Analyses microbiologiques :**
  1. Recherche de la flore mésophile aérobie total (FMAT) ;
  2. Recherche des coliformes totaux et fécaux ;
  3. Recherche des levures et moisissures.
- **Analyses physicochimiques :**
  1. Mesures de pH ;
  2. Mesure de la viscosité ;
  3. Mesure des matières grasses par méthode Gerber ;
  4. Mesures de l'extrait sec total par étuvage selon norme ;
  5. Mesures du taux de sucre par réfractomètre ;
  6. Mesures de point de congélation (par cryoscopie);
- **Analyses sensorielles :**
  1. Texture (ferme, liquide, irrégulière, pâteuse....selon les types de produits) ;
  2. Gout ;
  3. Autres (synérèse, couleur, odeur).
- **Analyses de conditionnement :**
  1. Poids ;
  2. Scellage ;
  3. Sécabilité des pots.
  4. Qualité d'impression et d'emballage.

Le rôle du laboratoire ne s'arrête pas là ; le contrôle d'hygiène générale est aussi parmi ses responsabilités. L'hygiène générale est très importante dans le domaine agro-alimentaire. On peut définir l'hygiène générale comme un ensemble de règles et de pratiques relatives à la conservation de la santé. Le contrôle concerne la propreté des locaux et des machines ainsi que celui du personnel (les gants, la charlotte,...).



# **Chapitre 2**

## **Revue bibliographique**



## I. Généralités sur les produits laitiers

Les produits laitiers représentent un secteur phare de l'industrie agro-alimentaire. Ils entrent dans la composition de nombreuses préparations, auxquelles ils apportent selon le cas, texture, saveur, ou couleur. Ils sont de plus très intéressants sur le plan nutritif et sont primordiaux dans la notion d'équilibre alimentaire.

Ce sont également des aliments importants pour notre santé, riches en calcium notamment, mais aussi en vitamines. Ils sont importants durant toutes les étapes de la vie. Certains des produits laitiers, comme le yaourt, ont également une action positive sur la flore intestinale et favorisent une meilleure digestion.

### I.1. Caractéristiques des produits laitiers

Les produits laitiers composés préemballés sont étiquetés conformément [1], Le consommateur a le droit d'être informé sur les caractéristiques des denrées alimentaires qu'ils achètent.

La réglementation exige que l'étiquette soit rédigée en français et de manière compréhensible. Elle doit être visible, clairement lisible et indélébile. Elle ne doit en aucune façon être dissimulée, voilée ou séparée par d'autres indications ou images.

Les mentions obligatoires sont les suivantes (voir tableau 2):

Tableau 5:Caractéristiques des produits préemballés

<b>1) la dénomination de vente</b>	<b>Elle est fixée par la réglementation. Si ce n'est pas le cas, elle consiste en une description du produit et si nécessaire de son utilisation.</b>
<b>2) la liste des ingrédients</b>	Ce sont les éléments qui entrent dans la composition de la denrée alimentaire.
<b>3) La quantité nette</b>	La quantité nette s'exprime soit en unité de volume soit en unité de masse.
<b>4) La date limite de consommation</b>	La date limite a pour objectif de faire connaître au consommateur la limite au-delà de laquelle un aliment est susceptible d'avoir perdu ses qualités (physiques, nutritives, gustatives, etc...) ou n'est plus consommable.
<b>5) Le nom et l'adresse du fabricant, du conditionneur ou du vendeur</b>	
<b>6) Le lieu d'origine ou de provenance</b>	



---

## 7) Le mode d'emploi

---

Ces caractéristiques sont considérées très importantes pour la validation des produits dans notre cas on s'intéresse par la vérification de la validation de la date limite de consommation (DLC).

## II. Date limite de consommation

### a- Définitions

La « Date Limite de Consommation DLC » indique une limite impérative. Elle s'applique à des denrées microbiologiquement périssables, qui, de ce fait, sont susceptibles, après une courte période, de présenter un danger immédiat pour la santé humaine. Dans certains cas, c'est la réglementation en matière de contrôle sanitaire qui fixe une durée de conservation : yaourts, charcuteries et viandes fraîches etc.

La date limite de consommation est mentionnée comme suit:

- a) Elle est précédée des termes « à consommer jusqu'au ... »;
- b) Les termes prévus au point (a) sont suivis:
  - Soit de la date elle-même,
  - Soit d'une référence à l'endroit où la date est indiquée sur l'étiquetage.

Notons que ces mentions sont suivies d'une description des conditions de conservation à respecter.

- c) La date se compose de l'indication, en clair et dans l'ordre, du jour, du mois et, éventuellement, de l'année;
- d) La «date limite de consommation » est indiquée sur chaque portion individuelle préemballée [2].  
En outre la [3], la durée de vie est la période durant laquelle un produit répond à des spécifications :
  - De sécurité (innocuité) : « l'aliment ne cause pas de dommage » ;
  - De salubrité : « l'aliment est acceptable ».

Dans les conditions prévues de stockage et d'utilisation, y compris par le consommateur, la durée de vie détermine une date de durabilité.

### II.1. La Date Limite de Consommation et la Date d'Utilisation Optimale

On distingue deux types de dates limites :

- La Date Limite de Consommation (DLC)
- la Date Limite d'Utilisation Optimale (DLUO).



Le tableau suivant illustre les principales différences entre ces deux dates (tableau 3)

**Tableau 6: La différence entre DLC et DLUO**

<b>La date limite de consommation (DLC)</b>	<b>La date limite d'utilisation optimale (DLUO)</b>
<p>date apposée sur les denrées très périssables susceptibles après une courte période de présenter un danger immédiat pour la santé humaine.</p> <p>Exemples : produits réfrigérés (lait frais, yaourts, etc.</p> <p>Un produit dont la DLC est atteinte est considéré comme impropre à la consommation et doit être retiré de la vente le lendemain de la date limite.</p> <p>La DLC s'exprime par la mention "A consommer jusqu'au...", suivie de l'indication du jour et du mois.</p>	<p>La DLUO n'a pas le caractère impératif de la DLC. Une fois la date passée, la denrée peut avoir perdu tout ou partie de ses qualités spécifiques, sans pour autant constituer un danger pour la santé.</p> <p>A NOTER : Un produit dont la DLUO est dépassée reste consommable dans la mesure où aucune anomalie n'a été trouvée (moisissure, odeur suspecte, etc...).</p> <p>La DLUO s'exprime par la mention : "A consommer de préférence avant le...", suivie de l'indication du jour, mois et années</p>

## II.2. Détermination de la DLC

Lors de l'élaboration d'un produit, une procédure stricte et spécifique est appliquée afin de déterminer sa 'durée de vie'. Un plan d'échantillonnage prévoit de prendre plusieurs échantillons durant la production industrielle. Ces échantillons sont soumis à un « test de stress » ou test de vieillissement. Ceci permet de comprendre l'évolution d'un produit dans le temps. Lors de ce « test de stress », le produit est examiné sous plusieurs aspects, tels que la texture, le goût, l'odeur, les teneurs nutritionnelles et qualité microbiologiques. Toutes ces étapes mènent à la validation d'une date limite de consommation, garantissant au consommateur un produit frais, savoureux et conservant tous ses bénéfices santé.

### a. Test de vieillissement



## ➤ Définition du test de vieillissement

La réglementation impose que les produits alimentaires non stables à température ambiante et faisant l'objet d'une conservation prolongée soient soumis à des analyses réalisées à la DLC prévue par le fabricant afin de vérifier que les critères microbiologiques, physicochimiques et sensorielles s'appliquant au produit sont respectés jusqu'à la DLC. Cette vérification est implicite dans le cadre de l'application de la méthode HACCP.

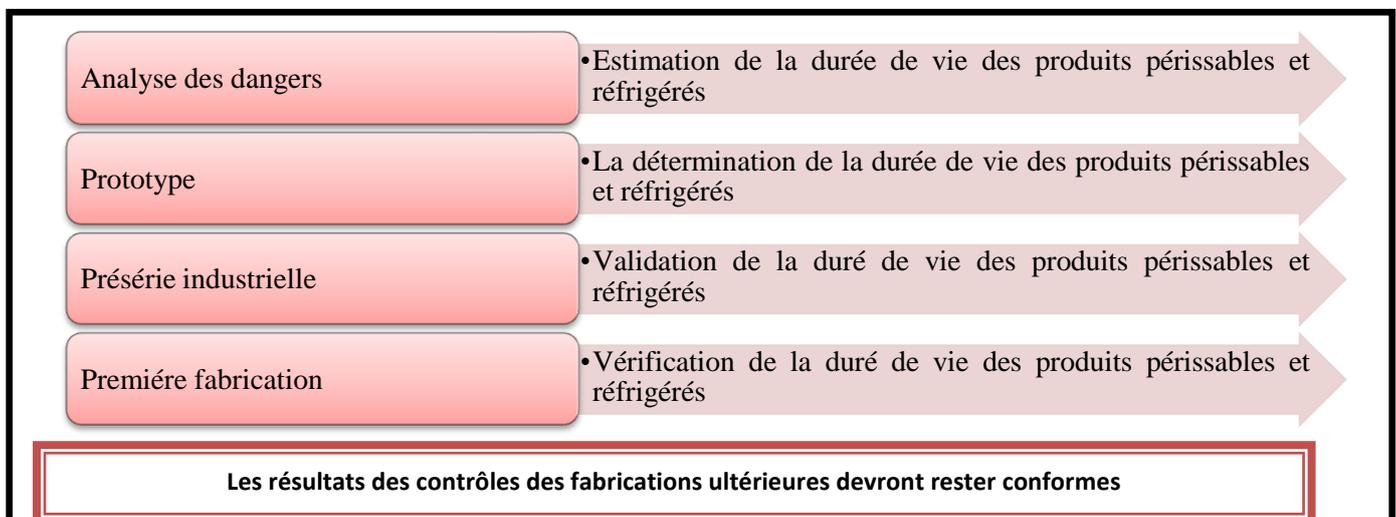
Les tests de vieillissement ou analyses à la DLC consistent, pour le producteur, à proposer une DLC pour son produit. Le laboratoire conserve le produit jusqu'à cette DLC puis réalise l'analyse physicochimiques, microbiologiques et sensorielles du produit. Pour déterminer la DLC envisageable, le producteur doit avoir recours à sa connaissance du produit, à des essais précédents (avec ou sans analyses),

**Les protocoles de réalisation des analyses à la DLC ou tests de vieillissement sont décrits dans la norme [4] (norme appliquée au produit périssable et réfrigéré sous son aspect physicochimique sensorielle et microbiologique)**

Le principe consiste donc à conserver dans les locaux du laboratoire, qui s'engage sur la durée de conservation, un certain nombre d'unités de produits en pratiquant ce qu'on appelle une «rupture de chaîne du froid ». A la date prévue pour la DLC parfois prolongée de quelques jours de sécurité, le laboratoire réalise les analyses pour prévoir des anomalies de conservation par le consommateur et prendre la décision lors de restitution de produits déclarés non conforme

### b. Présentation des étapes d'application du protocole de réalisation du test de vieillissement

Le schéma de figure suivant montre la séquence chronologique de la validation de la DLC des



Légende :

- **Prototype** : Recette mise au point au laboratoire.
- **Présérie industrielle** : Essai de production sur la chaîne industrielle elle permet de mettre au point les conditions réels de fabrication et de vérifier la conformité des produits dans ces conditions



- 
- 

Figure 4 : Séquence chronologique de la validation de la DLC

### c. Les éléments à prendre en compte pour l'application du protocole de réalisation du test de vieillissement

Chaque produit a un protocole de détermination et validation de la DLC, avec différents critères à prendre en compte. Les éléments à prendre en compte pour l'application de ce protocole sont les suivants :

#### ○ Description du produit

Afin de définir une date limite de consommation, les professionnels peuvent faire subir à leur produit un test de vieillissement (NF V 01-003), permettant le suivi de l'évolution dans un aliment de populations de micro-organismes et le suivi de sa qualité physicochimique et sensorielle. Pour ce faire, il est nécessaire de connaître toutes les caractéristiques du produit visé, à savoir :

- La dénomination légale de vente, ou le cas échéant la référence aux usages professionnels ou aux référentiels existants
- Le numéro de lot ou la date de fabrication ;
- La DLC attendue, ou appliquée ;
- Les conditions de production, stockage et vente, notamment du point de vue des températures ;
- Le circuit de commercialisation du produit :

#### ○ Nombre d'unités de l'échantillon

La norme indique que les échantillons de cinq unités sont généralement une valeur convenable pour réaliser ces tests mais de nombreuses demandes des opérateurs artisans et PME portent sur des échantillons ayant un nombre d'unités plus réduit. Les opérateurs de taille industrielle applique au moins le nombre de cinq et parfois beaucoup plus. Il appartient à l'opérateur de fixer le nombre d'unités dans l'échantillon.



---

○ **Durée de la conservation avant analyse :**

Bien que cela ne figure pas dans la norme, il est préférable d'allonger de 10 % la durée de conservation du produit afin de simuler au mieux les erreurs de dates que pourrait faire le consommateur final. Toutefois, s'il y a un risque de pénaliser fortement un produit, il n'est pas nécessaire de s'imposer cette contrainte.

Exemple : pour un produit destiné à une DLC de 25 jours on appliquera une conservation de 27 jours.

○ **Température de conservation :**

L'analyse des dangers doit inclure le degré de maîtrise de la chaîne de froid en particulier la durée de stockage à chacune des étapes après la sortie de l'atelier de fabrication, lors du transport, chez le distributeur, chez l'utilisateur final (consommateur, restauration...)

La température de base est comprise entre 0 et 4 °C. Toutefois, la norme prévoit différentes modalités de ruptures de la chaîne du froid, on prendra en compte que le cas suivant :

- **Le cas extrême ou il y a rupture total de la chaîne de froid :**

Le produit est alors conservé à température ambiante pendant toute la durée de vie estimée.

Pour notre cas on a pris un échantillon de 20 unités d'un produit par gammes, et on réalise un suivi journalier de la qualité physicochimique, sensorielle et microbiologique dans le cas où il y a rupture et le respect total de la chaîne de froid.

### **III. Aliments périmés : Peut-on les manger ?**

Notre éducation sanitaire nous a appris à jeter à la poubelle les aliments dont la date limite de consommation (DLC) est dépassée. Pourtant, certaines personnes affirment qu'il est possible de consommer les aliments au-delà de leur DLC. Alors, le respect des dates limites est-il essentiel ou superflu ?

En réalité, cela dépend des aliments.

La réglementation Européenne fixe les seuils à respecter pour chaque gamme d'aliments pour les produits laitiers périmés : tolérance de 60 jours

Cependant, le consommateur peut laisser 60 jours après la date limite de consommation. Au-delà, les produits laitiers peuvent provoquer de fortes diarrhées et des vomissements. De toute façon, le lait et les yaourts périmés ont souvent un goût très désagréable cela vous arrêtera tout de suite.

#### **III.1. Les facteurs conduisent à la péremption des produits laitiers**



De nombreux facteurs ont une influence sur la durée de vie des produits, dont :

- La nature de l'espèce, sa forme de présentation, et son niveau de contamination lors du conditionnement
- Le mode de préparation de la denrée (salage, marinage, pasteurisation, séchage, fumage,...)
- La nature des ingrédients / additifs mis en œuvre
- Le mode de conditionnement (sous vide, atmosphère modifiée...)
- La température réelle de conservation (chez l'industriel puis chez le consommateur).
- L'utilisation qui en sera faite

C'est aux professionnels de définir les durabilités afférentes à leurs produits. Ils doivent s'assurer que, au moins jusqu'à cette date:

- Les critères microbiologiques et physicochimiques auxquels ils doivent répondre le cas échéant sont respectés
- Les dits produits satisfont à des critères d'appréciation favorables (du point de vue organoleptique) déterminés sous leur responsabilité

### **III.2. Importance technologique de la conservation des aliments au froid**

Les produits laitiers frais doivent toujours être conservés au frigo. La température optimale est de 4°C. Le recours au froid constitue une pratique courante pour assurer une conservation prolongée des aliments, de quelques jours à quelques semaines.

La chaîne du froid, c'est assurer le maintien constant des aliments réfrigérés ou surgelés à une température basse –positive ou négative selon le cas. Ce processus permet de conserver aux produits leurs qualités (hygiéniques, nutritionnelles et organoleptiques) et de les garder sains, du lieu de production jusqu'à la cuisine. Le froid limite, voire stoppe la prolifération des micro-organismes qui peuvent être à l'origine d'intoxications alimentaires.

-La rupture de la chaîne du froid

Elle est la conséquence de l'élévation des températures prescrites. Toute hausse de température provoque et accélère la croissance microbienne et réduit la durée de vie du produit : un produit sain peut devenir un produit à risque, l'aspect et le goût peuvent se dégrader. La date indiquée sur l'étiquette ne reste valable que si la température de conservation indiquée est respectée.



-----  
Selon le type de produit réfrigéré, il y a rupture de la chaîne du froid dès que la température indiquée sur l'étiquette est dépassée, le plus souvent au-delà de + 3 ou 4°C pour les produits périssables, au-delà de + 8°C pour les produits moins périssables.

#### **-Les risques encourus en cas de rupture de la chaîne du froid**

La majorité des intoxications alimentaires sont bénignes. Néanmoins, l'élévation de la température peut entraîner la prolifération de certains germes (salmonella, staphylococcus, aureus, listéria etc) et rendre alors le produit impropre à la consommation.

Ainsi, la listériose (due à la présence de listeria) est une maladie rare mais grave en particulier pour les personnes dont les défenses immunitaires sont affaiblies (femmes enceintes, nourrissons, personnes âgées fragiles).

## **IV. Traitement statistique des données**

### **Introduction**

La Modélisation des données est l'art d'extraire de l'information d'un ensemble de données obtenues par des mesures, et de condenser cette information dans un modèle exploitable. Généralement par des mesures, on représente une grandeur d'un objet par un nombre en formant une famille de données telles que ces derniers se composent par des variables et des individus.

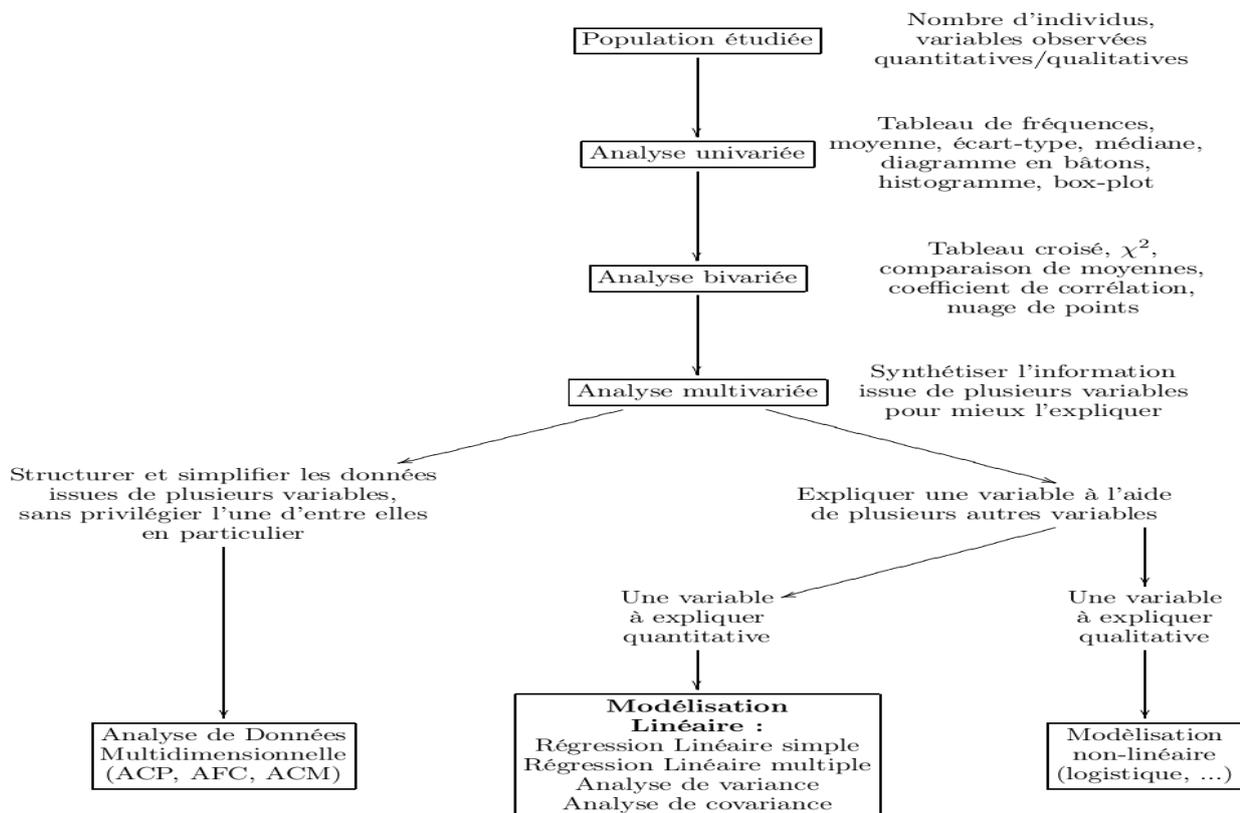


Figure 5: Schéma d'une démarche statistique :

#### IV.1. Analyse en Composantes Principales (ACP)

Cette méthode est utilisée pour réduire un nombre important de descripteurs (variables initiales) en un nombre plus faible de nouvelles variables sans toutefois perdre trop de l'information initiale. Les  $n$  individus (pour nous les  $n$  composés étudiés) sont initialement représentés dans un espace à  $m$  dimensions (pour nous les  $m$  descripteurs calculés). Le principe de la méthode est d'obtenir une représentation approchée du nuage des  $n$  individus dans un sous-espace de plus faible dimensionnalité. Ces nouvelles dimensions sont une combinaison linéaire des dimensions initiales. Elles sont créées de telle façon que le maximum d'information (généralement la variance) soit présent sur la première dimension (premier axe factoriel). Les axes factoriels suivants sont choisis de la même façon en leur imposant comme contrainte d'être orthogonaux aux autres axes. L'analyse en composantes principales construit donc de nouvelles variables artificielles.

L'ACP permet aussi, par l'étude de la matrice des corrélations des descripteurs, de réduire le nombre de descripteurs, en éliminant ceux qui présentent une corrélation importante. Ceci est très utile pour réduire le nombre de variables avant d'effectuer une régression linéaire. L'analyse nous donne aussi une information quantitative sur la composition des axes factoriels en fonction des descripteurs.



## IV.2. Régression Linéaire Simple (RLS)

La régression linéaire est une méthode traditionnelle pour dériver un modèle en utilisant un seul paramètre. Elle corrèle ainsi la réponse cible à une variable explicative :

$$\hat{y} = aX + b$$

La méthode mathématique utilisée par cette technique est la méthode des moindres carrés

## IV.3. Régression linéaire multiple (RLM)

La régression linéaire multiple est une généralisation, à  $p$  variables explicatives, de la régression linéaire simple.

Dans le cadre de cette régression, la méthode des moindres carrés est utilisée pour ajuster un nuage de points  $\{Y_i, X_i\}$   $i = 1, \dots, n$  selon une relation linéaire, prenant la forme de la relation matricielle  $Y = X\beta + \varepsilon_i$ , où  $\varepsilon_i$  est un terme d'erreur. La régression linéaire multiple cherche à approximer une relation fonctionnelle trop complexe en général, par une fonction mathématique simple l'équation 1

$$Y_i = a_0 + a_1x_{i,1} + \dots + a_px_{i,p} + \varepsilon_i \quad (1)$$

Avec :

- $p$  : représente le nombre de variables explicatives.
- $Y_i$  : représente la variable réponse (à expliquer ou variable dépendante).
- $x_p$  : représente la variable régression (explicative ou variable indépendante).
- $i$  : représente l'indice de l'observation courante,  $i=1, \dots, n$ .
- $n$  : représente le nombre d'observation.

On fait d'abord une estimation des paramètres par l'équation 2 :

$$\hat{y}_i = \hat{a}_0 + \hat{a}_1X_{i,1} + \dots + \hat{a}_pX_{i,p} \quad (2)$$

Afin de mesurer la qualité de l'ajustement, nous nous intéressons à mesurer l'erreur  $\varepsilon_i$  :

$$\varepsilon_i = Y_i - \hat{y}_i$$

Calculons la somme des carrés des erreurs individuelles par la formule suivante :

$$\sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 = \sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2$$

En divisant les deux côtés de l'égalité par  $n$ , on obtient la variance de l'erreur :

$$\sigma_e^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2$$

Cette dernière expression représente la variance de l'erreur.

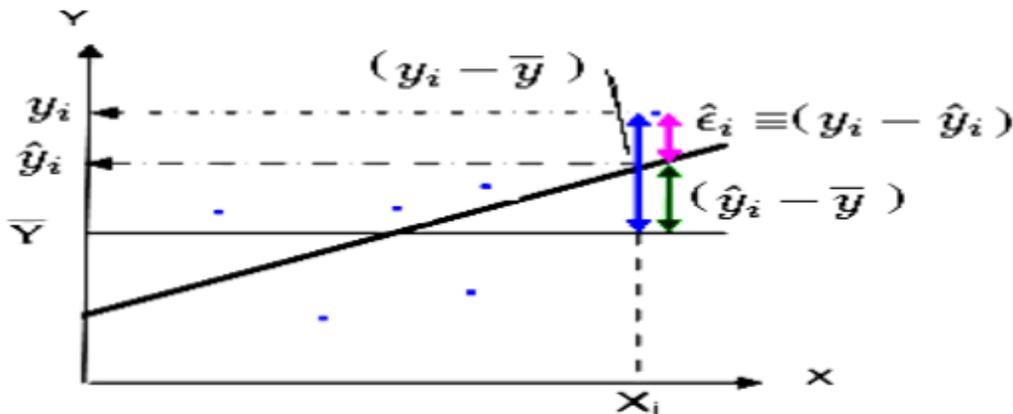


Figure 6: Décomposition des différents écarts

$y_i - \bar{y}$  : représente l'écart total entre le point  $P_i$  et la moyenne  $\bar{y}$

$y_i - \hat{y}_i$  : représente l'écart entre le point  $P_i$  et l'estimation par la droite de régression, c'est  $\epsilon_i$

$\hat{y}_i - \bar{y}$  : représente l'écart entre le point sur la droite de régression et la moyenne  $\bar{y}$ .

La méthode des moindres carrés consiste à rechercher les valeurs des paramètres qui minimisent la somme des carrés des résidus.

#### IV.3.1. Analyse de variance

L'analyse de la variance (ou test ANOVA) est un test statistique qui permet de comparer globalement les moyennes de plusieurs échantillons. Le nom de ce test s'explique par sa façon de procéder : on décompose la variance totale de l'échantillon en deux variances partielles, la variance interclasses ou variation due au Modèle (SCM), et la variance résiduelle ou variation due à l'erreur d'échantillonnage (SCE), et on compare ces deux variances.

$$\text{Ainsi : } \mathbf{SCT} = \mathbf{SCM} + \mathbf{SCE}$$

Ces variations se mesurent à l'aide de sommes de carrés (SC), voir tableau 4

Tableau 4 : Sommes de carrés (SC)

Variation totale autour de la moyenne globale	$\mathbf{SCT} = \sum_i (y_i - \bar{y})^2$
Variation due au module	$\mathbf{SCM} = \sum_i (\hat{y}_i - \bar{y})^2$
Variation due à l'erreur	$\mathbf{SCE} = \sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2$

Tableau 5 : Analyse des variances

Source de variation	Somme des carrés	Degré de liberté	Carrés moyens
---------------------	------------------	------------------	---------------



Module	SCM	p	CMM=SCM/p
Erreur	SCE	n-p-1	CME=SCE/(n-p-1)
Totale	SCT	n-1	-

Pour les études de régression multiple, le nombre de variables doit être inférieur ou égal au nombre d'individus. Si le nombre de variables est élevé, il est plus judicieux d'utiliser la méthode du Partial Least Squares (PLS).

### IV.3. 2.Critères de validation du modèle RLM

La validation du modèle RLM est basée sur la vérification de deux hypothèses  $H_0$  et  $H_1$ . La formulation du test d'hypothèses qui permet d'évaluer globalement le modèle est la suivante :

$H_0 : a_1=a_2= \dots = a_p=0$ , appelée hypothèse nulle.

$H_1$  : un des coefficients au moins est non nul, appelée hypothèse alternative.

#### IV.3. 2.1. Test de Student

Le test de Student (ou test t) est un test de comparaison utilisé pour tester la signification des coefficients des facteurs de modèle.

On rejette  $H_0$  (l'hypothèse nulle) lorsque :  $t_{\text{calc}} > t(1-2\alpha), (n-p-1)$

D'où  $t(1-2\alpha), (n-p-1)$  est la valeur de la loi de Student à  $(n-p-1)$  degré de liberté, à une probabilité  $1-\alpha/2$ .

#### IV.3. 2.2. Test de Fisher

Le test de Fisher (ou F test) est utilisé dans l'analyse de variance (ANOVA) pour la comparaison de la variance expliquée avec celle résiduelle. En se basant sur ce test, on peut juger sur l'explicativité et la prédictivité d'un modèle.

#### IV.3. 2.3. Coefficient de détermination $R^2$

Le coefficient de détermination  $R^2$  donne le taux d'explication ou pourcentage de la variation de Y expliquée par la variation de X :

$$R^2 = \frac{\text{variation expliquée}}{\text{variation totale}} = \frac{SC_{reg}}{SC_{tot}}$$

Si  $R^2 = 0.80$  ce chiffre signifie que 80% de la variable Y est du à la variation de la variable X.





---

# Chapitre 3

## Matériels et Méthodes

Dans ce chapitre, on va exposer la méthode de travail qui nous a permis de réaliser nos différents tests, sans oublier de mettre en valeur les méthodes qui nous a servi pour appuier notre suivi et bien mener ses différentes phases. A noter que, bien que notre suivi intéressait à plusieurs produits, on a choisi d'en présenter deux : lben bldi et yaourt à boire.

### **I. Présentation des suivis et objectif d'étude**

Au cours de mon stage j'ai effectué 3 suivis :

Suivi 1 : vérification da la validation de la date limite de consommation

Suivi 2 : suivis des produits en fin date limite de consommation

Suivi 3 : déterminer combien du temps un produit laitière peut rester après la date limite de consommation.

Le but de cette étude consiste d'une part à estimer la période durant laquelle les produits peuvent résister chez le consommateur qui ne respecte pas la chaîne du froid et de vérifier que les critères microbiologiques, physicochimiques et sensorielles s'appliquant au produit sont respectés jusqu'à la DLC et d'autre part cibler les facteurs essentiels qui influencent directement sur ces produits laitiers pour chaque suivi.

C'est pour cela mon travail consiste à suivre l'évolution de la qualité en faisant des analyses microbiologiques et physicochimiques ainsi que sensorielles sur deux produits laitiers depuis la date de production jusqu'à la péremption de produit à savoir :

- Leben beldi
- Yaourt à boire



Figure 7 : Leben beldi



Figure 8 : Yaourt à boire

la partie pratique consiste à faire des analyses physicochimiques, microbiologiques et sensorielles sur les échantillons de leben beldi et de yaourt à boire stockés au froid (2°C) et les témoins stockés dans la salle de vieillissement à température ambiante (25°C).

### I.1. Méthodologie

Pour un tel travail, on fera de l'analyse multi variée en se servant dans un premier temps de l'Analyse en Composante Principale, qui a pour but, l'exploration de données, l'extraction d'information, l'élimination des bruits et la réduction des dimensions d'une table de données.

A cet effet, on construit un tableau de valeurs dans lequel figurent les suivis de tous les facteurs, puis on s'en servira pour étudier non seulement les corrélations entre facteurs mais aussi pour cibler les facteurs les plus influençant. Dans un second temps on fera appel à la Régression Linéaire Multiple afin d'avoir un modèle mathématique permettant la modélisation prédictive l'état.

## I.2. Plan de travail

Le plan envisagé sera régi comme suit

- Collecte des données : résultats des analyses physicochimiques, microbiologiques et sensorielles sur les échantillons de leben beldi et de yaourt à boire stockés au froid (2°C) et les témoins stockés dans la salle de vieillissement à température ambiante (25°C)
- Création d'une table de donnée pour l'ACP
- Interprétation des résultats
- Modélisation de ce procédé à partir des données extraites en tenant en compte comme paramètre principale la viscosité.

Tableau 6 : Sélection des paramètres à suivre :

Analyses	Paramètres à suivre
Analyses physico-chimiques	viscosité -pH-brix -acidité dornic -matière grasse
Analyses sensorielles	Gout -texture -aspect - odeur-arôme
Analyses microbiologiques	Coliformes fécaux et totaux -levures et moisissures

## I.3. Analyses physico-chimiques

### I.3.1. Mesure de pH

Cette analyse se fait de la manière suivante :

- Etalonnage du pH mètre à l'aide des deux solutions tampons (PH=4 et 7)
- Introduire l'électrode dans l'échantillon ;
- Lecture de la valeur de pH sur le pH mètre.

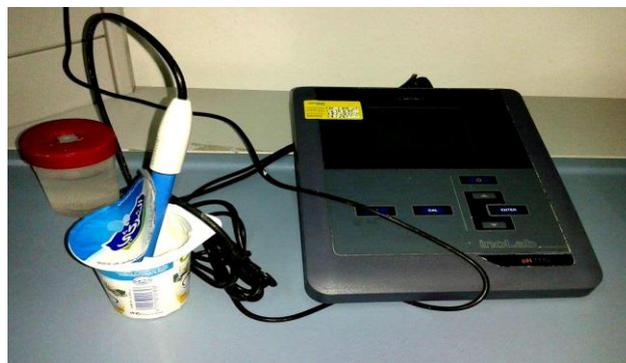


Figure 9: pH mètre

### I.3.2. Mesure de la viscosité

Dans un viscosimètre à écoulement, on introduit un volume d'échantillon ( leben ou yaourt à boire, raib , aromatisé....) et on ferme le bas du réservoir avec le doigt, on le relâche simultanément

avec le STAR au chronomètre. Quand le liquide passe toute la colonne on arrête le chronomètre et on lit la valeur indiquée de temps que le liquide a passé dans le viscosimètre.

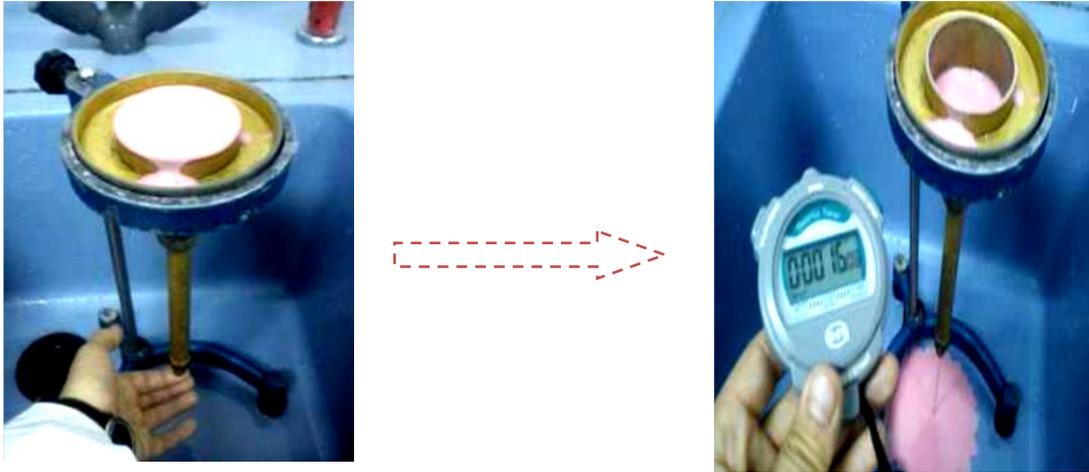


Figure 10: viscosimètre à écoulement

### I.3.3. Mesure de brix

Le degré brix d'une solution correspond au pourcentage de saccharose dans cette solution, mesuré par un réfractomètre qui utilise un faisceau de lumière qui dévie suivant la teneur en sucre du produit, la déviation de la lumière du jour par l'échantillon varie et indique par une délimitation colorée le degré brix

- Etalonnage du réfractomètre à l'aide de l'eau distillée
- Il suffit de placer une petite quantité du produit sur le réfractomètre et lire la valeur du brix

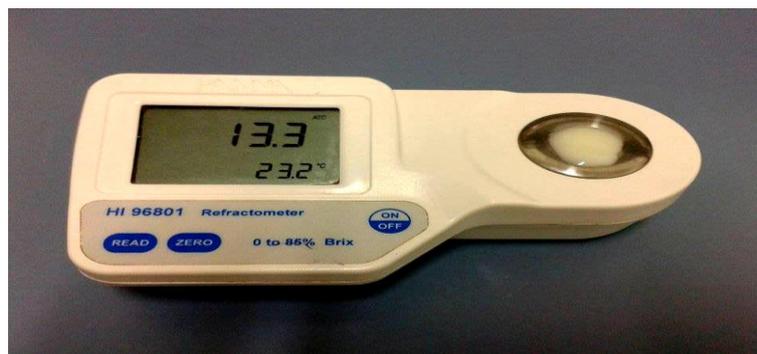


Figure 11 : le réfractomètre

### I.3.4. Mesure de la matière grasse (méthode de gerber)

#### ➤ Principe

La méthode de Gerber consiste toujours quel que soit le produit, à analyser :

- une digestion des protéines par l'acide sulfurique
- une séparation de la matière grasse du produit par centrifugation du butyromètre, la séparation pouvant être favorisée par addition d'une petite quantité d'alcool iso amylique.

Dans un butyromètre, on introduit 10ml d'acide sulfurique, on y ajoute 11 ml de l'échantillon à l'aide d'une pipette, on verse à la surface de l'échantillon 1 ml d'alcool iso-amylique, on bouche le butyromètre et on agite jusqu'à disparition des grumeaux.

Après l'agitation, on centrifuge pendant 15 min, après on assiste à une séparation de la matière grasse des autres constituants, on peut donc lire la valeur à la graduation correspondante.



Figure 12 : Mesure de la matière grasse (méthode de gerber)

### I.3.5. Détermination de l'acidité

**But :** la détermination de l'acidité dornic permet de juger l'état de conservation du produit laitier

On introduit dans un bécher :

- 10 ml de l'échantillon à analyser
- 3 gouttes de phénolphtaléine

Puis on titre avec une solution de NaOH (0.1 mol /l) placée dans une burette, sous agitation jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pale persistance.

#### ➤ Résultats :

Soit V le volume en ml de soude nécessaire pour mener au virage. L'acidité exprimée en degré dornic (°D) sera égale à V multiplié à 10. Un degré dornic exprime 0.1 g d'acide lactique par litre de lait.

### I.4. Les analyses sensorielles

Les analyses sensorielles Consistent à déterminer si la qualité des produits reste la même au cours et après la date limite de consommation en faisant des analyses sur la texture, le gout l'odeur et l'aspect.



---

#### **I.4.1. Analyse de la texture :**

Principe : la description des caractéristiques de la texture des produits finis.

Mode opératoire :

- Ouvrir l'échantillon à analyser.
- Enfoncer la cuillère dans le produit
- Prendre une quantité suffisante du produit pour la déguster puis noter les anomalies relevées en bouche.
- Agiter le produit à l'aide d'une cuillère lentement et marquer les remarques concernant les caractéristiques visuelles sur la texture.

Les anomalies généralement détectées sont:

- Texture granuleuse.
- Texture fragile.
- Texture trop filante.
- Texture pâteuse.
- Texture liquide.
- Texture cassante.
- Texture dure.

#### **I.4.2. Analyse de l'aspect :**

Principe : la description des caractéristiques de l'aspect des produits finis.

Mode opératoire :

- Ouvrir l'échantillon à analyser.
- Visualiser l'absence ou la présence des levures ou des moisissures visible sur le produit

#### **I.4.3. Analyse du goût :**

Principe : l'appréciation du goût des produits finis.

Mode opératoire :

- Boire de l'eau avant la dégustation.
- Ouvrir l'échantillon à analyser.
- Déguster l'échantillon.
- Boire de l'eau après la dégustation.

#### **I.4.4. Analyse d'odeur :**

Principe : L'appréciation d'odeur des produits finis.

Mode opératoire :

- Ouvrir l'échantillon à analyser.



Les anomalies généralement détectées sont:

- Odeur putride
- Odeur piquante
- Odeur acide

N.B : La qualité sensorielle a été notée sur une échelle croissante de qualité.

## **I.5. Les analyses microbiologiques :**

### **I.5. 1. Dénombrement des coliformes :**

- Définition des coliformes :

Les coliformes sont des entérobactéries qui proviennent de la contamination fécale, ils représentent un indice d'une contamination par défaillance technologique ou hygiénique.

Ils poussent facilement sur les milieux usuels en 24h à 37°C en aérobiose et en anaérobiose.

- Dénombrement des coliformes :

Dénombrement des coliformes (indicateurs d'hygiène dans les produits) dans un milieu de culture approprié.

Les coliformes totaux se multiplient à 30°C, alors que les coliformes fécaux, qui sont des thermorésistants, peuvent se multiplier à 44°C.

- **Matériel :**

Boîtes de pétrie stériles, micropipette, des pailles stériles de prélèvement, bec bunsen, autoclave, alcool, étuve.

- **Milieu de culture**

Pour le dénombrement des coliformes, le milieu utilisé est DL (gélose lactose citratée au désoxycolate ), ce dernier est composé de :

- Peptone pepsine de viande
- Lactose
- Désoxycolate de sodium
- Chlorure de sodium
- Rouge neutre
- Agar Agar

- **Préparation du milieu**

- Dissoudre 45.5g du milieu dans 1 l d'eau distillée,



- Bien homogénéiser, puis chauffer en agitant fréquemment et faire bouillir jusqu'à dissolution complète
- Puis pasteuriser pendant 15 mn au bain marie à  $T=85^{\circ}\text{C}$
- Mettre à l'étuve

- **Encensement :**

Devant un bec bunsen et dans un milieu stérile, on prélève 0.1 ml de produit dans une boîte de pétrie stérile puis, on coule le milieu de culture DL et homogénéise soigneusement (ensemencement en profondeur)

- **Incubation**

Pour les coliformes totaux : incubation à  $30^{\circ}\text{C}$  dans l'étuve pendant 24 heures

Pour les coliformes totaux : incubation à  $30^{\circ}\text{C}$  dans l'étuve pendant 24 heures

- **Lecture des résultats :**

Après incubation :

Les colonies se caractérisent par une couleur rouge foncé de diamètre  $> 5\text{ mm}$

Le nombre des colonies  $n =$  au nombre repéré  $\times 10$  (UFC/ml)

## I.5. 2. Dénombrement des levures et moisissures

- **Principe**

Dénombrement des levures et moisissures qui sont des micro-organismes formant des colonies à  $25^{\circ}\text{C}$  dans un milieu sélectif (YGC).

- **Milieux de culture**

On utilise le gélose glucosé au chloramphénicol (YCG), ce dernier est composé de :

- Glucose
- Chloramphénicol
- Agar Agar bactériologique
- Extrait autolytique de levure

- **Préparation du milieu**

- Dissoudre 45.5g du milieu dans 1 l d'eau distillée,



- 
- Bien homogénéiser, puis chauffer en agitant fréquemment et faire bouillir jusqu'à dissolution complète
  - Puis stériliser dans l'autoclave à 121°C pendant 15 mn

**Encensement :**

Devant un bec bunsen et dans un milieu stérile, on prélève 0.1 ml de produit on l'ensemencer sur le milieu de culture en surface et par méthode de stries.

**Incubation :**

Dans l'étuve à T=30°C pendant 5 jours

**Lecture :**

Après incubation à température constante, on observe sur le milieu des colonies des levures et moisissures .chaque colonie provient d'une UFC (unité format colonies)

Le nombre des colonies n = au nombre repéré \*10 (UFC/ml)



---

# Chapitre 4

## Résultats et Discussions

Dans cette partie, on va présenter les résultats de nos études, tout en essayant de les interpréter et d'en tirer des conclusions.

### **I. Analyses des données**

Le traitement des résultats trouvés, se fait recours à l'aide des méthodes multi-variées telles l'analyse en composante principale (ACP) et la régression linéaire multiple (RLM).

#### **I.1. Analyse en composantes principales**

Le but de l'ACP est l'extraction de l'information cachée derrière les corrélations existantes entre les différentes variables et permet aussi la comparaison entre les individus testés à différentes conditions. En effet, les causes potentielles d'une mauvaise conservation des produits laitiers sont diverses et multiples, il arrive parfois qu'on néglige ou sous-estime l'une d'elles par inattention. Et c'est là où l'analyse en composante principale intervient. Il est vrai que son rôle est d'explorer des données, enlever le bruit extraire l'information, et réduire les dimensions d'une table de données,



mais elle nous aidera ici en l'occurrence à comprendre, comment telle ou telle variable intervient sur notre phénomène, que certains variables insignifiantes auxquelles nous ne prêtions attention sont à tenir en compte.

Par ailleurs, il nous est facile de voir théoriquement que tel ou tel facteurs influence sur notre phénomène à étudier, mais sans l'ACP, nous ne saurions pas.

## I.2. Réalisation d'une régression linéaire multiple (RLM)

Après l'étude des corrélations, nous allons essayer de chercher un model qui relie la viscosité avec les variables dépendantes obtenues grâce à l'étude par l'ACP. Cette méthode utilise la probabilité critique (pvalue), et les valeurs de test de ficher pour la sélection des meilleurs descripteurs pertinents. Les descripteurs sélectionnés sont présentés dans les tableaux résultats, celui-ci regroupe les coefficients de régression, l'erreur type, Fcritique et p-value avec une représentation graphique dans l'espace des réponses prédits en fonctions des réponses mesurées. La RLM va alors faire passer "au mieux" un plan (au sens des Moindres Carrés) à travers le nuage de points individus pour la calibration et validation.

- On utilise l'utilitaire d'analyse et The Unscrambler comme logiciels de calcul.

## II. Analyse des résultats et interprétations

### II.1.suivi 1 : vérification de la validation da la DLC des produits laitiers frais et étude des paramètres influençant sur ces produits

Ce suivi pour objectif la vérification pour la société de la limite au delà de laquelle un aliment est susceptible d'avoir perdu ses qualités microbiologiques ou ses qualités gustatives, physiques et nutritives en d'autres termes vérifier la validation de la date limite de consommation.

#### II.1.1. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour leben beldi frais

##### a. Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales :

Le modèle proposé ici explique 99,87% de la variabilité totale et prédit 99,77 % de cette variabilité (modèle à deux composantes). On prend le nombre de composantes correspondant au  $Q^2$  maximum.  $R^2$  et  $Q^2$  devraient rester proches (voir tableau n°7)

Tableau 7 : Pourcentage de variabilité expliquée

Composantes principales	$R^2$	$Q^2$
PC_01	98.478	97.997
PC_02	99.870	99.769

**b. Matrice des corrélations :**

Généralement, les corrélations entre nos paramètres sont relativement fortes ( | Coefficient de corrélation  $r > 0.09$ ), ce qui est expliqué par le fait que l'ensemble de nos différents paramètres sont dépendants.

Par ailleurs, on a noté certaines corrélations assez importantes entre les variables indiquées en couleur gris (voir tableau n°8).

Tableau 8: Matrice des corrélations pour leben beldi

	Viscosité	Brix	pH	MG	AD	Texture	Gout
Viscosité	1.000	0.650	0.163	0.557	-0.898	0.850	0.563
Brix	0.650	1.000	0.214	0.528	-0.697	0.476	0.270
pH	0.163	0.214	1.000	0.261	-9.7*e-0.2	-1.3*e0.2	0.105
MG	0.557	0.528	0.261	1.000	-0.678	0.339	0.490
AD	-0.898	-0.697	-9.7*e-0.2	-0.678	1.000	-0.700	-0.730
Texture	0.850	0.476	-1.3*e-0.2	0.339	-0.700	1.000	0.427
Gout	0.563	0.270	0.105	0.490	-0.730	0.427	1.000

**c. Graphe des « loadings »**

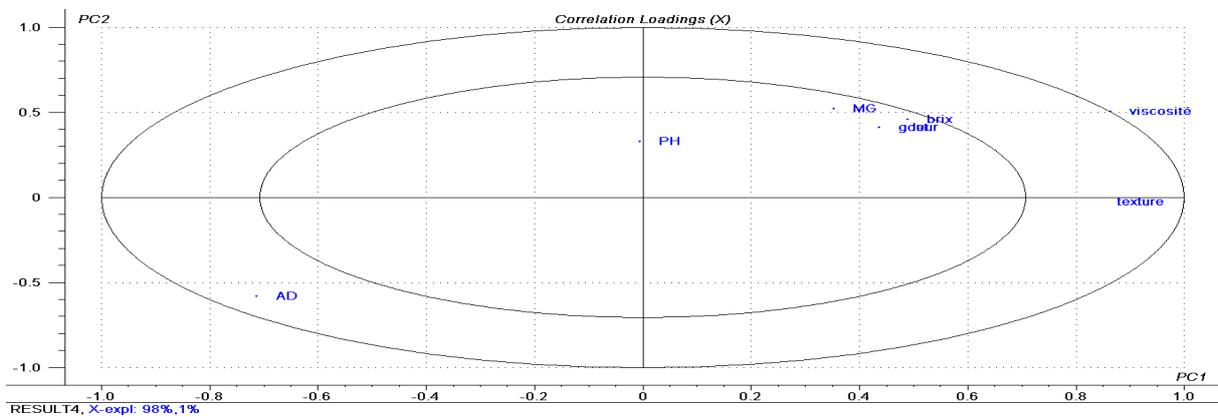


Figure 13 : Graphe des « loadings » pour leben beldi

Cette figure (cercle des corrélations) prend en compte les corrélations entre les différentes variables, plus celles-ci se rapprochent du cercle, plus la corrélation est importante, plus elles se rapprochent du centre, plus leur importance diminue.

**En conclusion** l'ensemble des variables bien expliquées dans ce modèle et proche du cercle de corrélation sont à tenir en compte et seront considérées comme variables influençant leben beldi frais. On aura donc 5 facteurs en plus d'une réponse à savoir la viscosité.

Les facteurs officiellement retenus pour l'étude de régression multiple sont donc : la texture, le brix et l'acidité dornic, la matière grasse et le gout. On en a donc en tout 6 facteurs notamment la viscosité.

#### d. Graphe des « X-loadings »

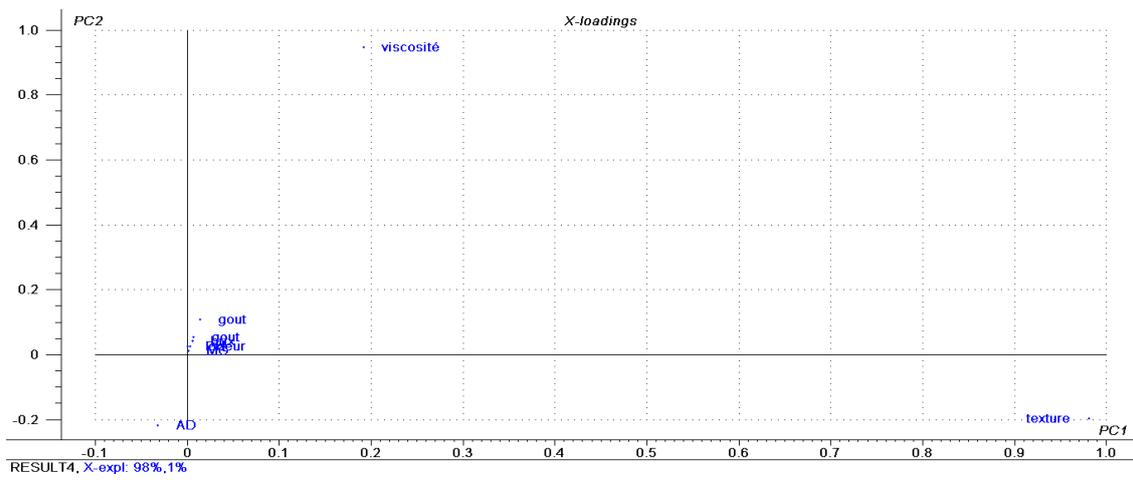


Figure 14 : Graphe des « X-loadings » pour leben beldi

Ce graph montre le poids de chaque variable sur les composantes. Pour ce modèle, on a opté pour deux composantes afin d'expliquer l'ensemble des variabilités entre les facteurs.

On retiendra donc que seule la texture a un fort poids dans la première composante. De même seule la viscosité a un fort poids dans la seconde composante.

#### e. Graphe des « Bi-plot »

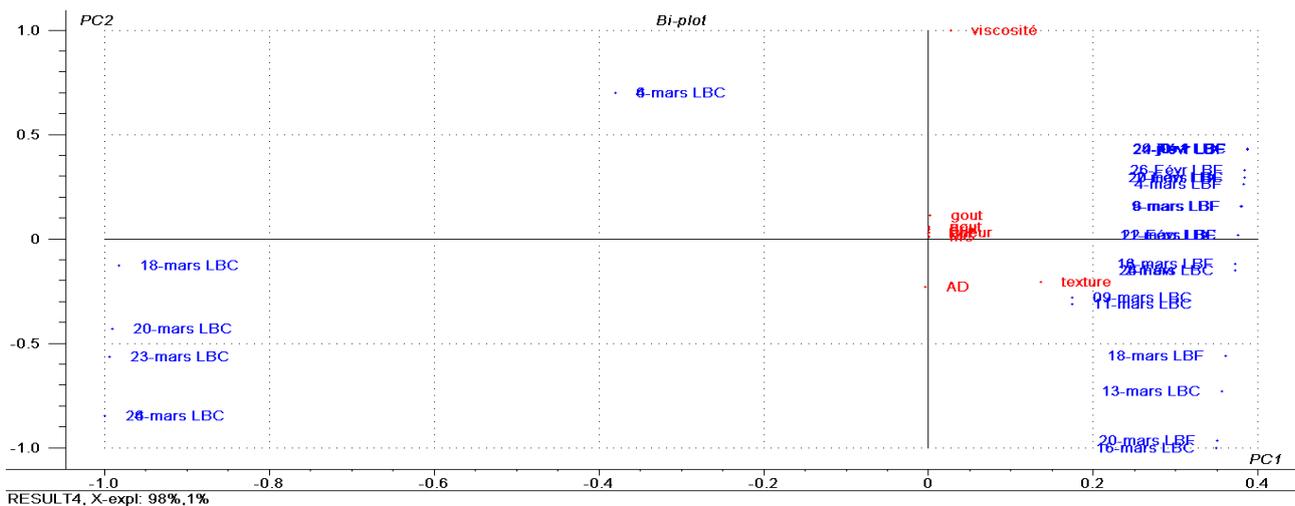


Figure 15 : Graphe des « Bi-plot » pour leben beldi

Ce graphe <<Bi –plot >> permet la comparaison et la classification entre de nos échantillons de leben beldi testés selon la température.

D’après la graphe on remarque que , les échantillons de leben beldi placés dans un milieu froid ont gardés leurs paramètres physicochimiques et sensorielles presque inchangeables tout au long du séjours dans le réfrigérateur et aussi préservés leurs caractères microbiologiques ce qui manifesté par l’absence de la prolifération des levures , moisissures et coliformes totaux et fécaux jusqu’à la date limite de consommation et même après 10 jours de la DLC , alors qu’ c’était pas le cas pour ceux placés dans un milieu chaud, ou on a eu des échantillons ( 6-mars LBC par exemple ) qui ont eu des modification au niveau de quelques paramètres(viscosité par exemple) avant la DLC . Toutefois, ces changements ne peuvent en aucun cas représenter un danger sur la santé, vu qu’on n’a remarqué aucune apparition des levures, moisissures ou des coliformes.

**Interprétation** : d’après les résultats obtenus on peut clairement remarquer que le leben stocké au froid reste conforme depuis la date de production jusqu’à la date limite de consommation donc il y a une conformité avec les normes de la validation de la DLC proposé par la société

### II.1.2. Réalisation d’une régression linéaire multiple pour leben beldi frais

Les facteurs officiellement retenus pour l’étude de régression multiple sont donc la texture, le brix, l’acidité dornic, la matière grasse et le gout. On en a donc en tout cinq facteurs en plus la viscosité comme réponse.

- L’équation de régression obtenue est la suivante :

$$\text{La viscosité} = 317.3 - (0.154 * \text{Brix}) - (2.204 * \text{MG}) - (3.656 * \text{AD}) + (0.1005 * \text{Texture}) - (2.173 * \text{gout})$$

**a. Analyse de la variance :**

Tableau 9 : Analyse de variance pour le modèle de prédiction de la viscosité pour leben beldi

	Degré de liberté	Somme des carrés	Variance	F	p-value
<b>Régression</b>	5	1143,83	228,76	47,34	3,05E-12
<b>Résidus</b>	26	125,63	4,83		
<b>Total</b>	31	1269,46			

<b>Coefficient de détermination R<sup>2</sup></b>	<b>90.2%</b>
<b>Erreur-type</b>	2,19

Pour N=33, On a une variance de régression (du Modèle) assez supérieure à celle des résidus pour une probabilité inférieure à un risque de confiance de 5% fixé au préalable. Ceci montre clairement qu'il existe une relation statistiquement significative entre les variables au niveau de confiance de 95 %. Il apparaît donc que le modèle proposé soit valide et explicatif pour un pourcentage de 90.2 %.

La figure montre une faible différence entre les réponses prédites et les réponses mesurées, ce qui renforce la validité du modèle :

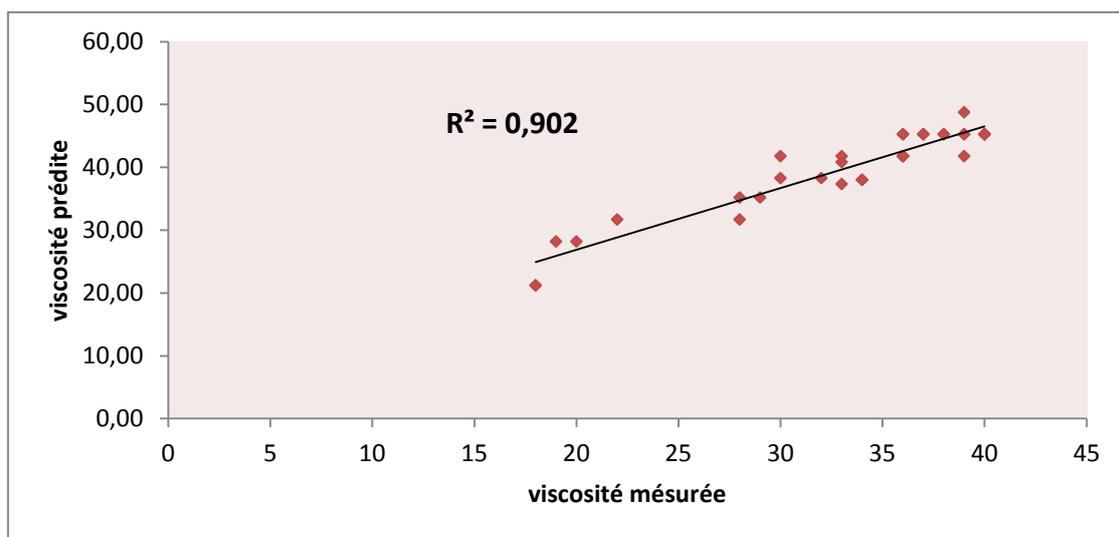


Figure 16: réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour leben beldi



	Coefficients	Erreur-type	Statistique t	Probabilité	Signification
Constante	317,30	80,08	3,96	0,00	S
Brix	-0,15	1,83	-0,08	0,93	NS
MG	-2,20	7,49	-0,29	0,77	NS
AD	-3,66	0,82	-4,47	0,00	S
Texture	0,10	0,02	5,20	0,00	S
Gout	-2,17	1,62	-1,34	0,19	NS

**Conclusion : p-value très petite < 5% le test est très significatif alors il existe un effet principal**

Les résultats sur les coefficients du modèle montrent que seuls les variables texture et AD (p-value < 0,05) ont des effets significatifs sur la viscosité de leben beldi . On en déduit que ces dernières ont un fort effet sur le leben beldi, cela qui exige une maîtrise continue de ces deux paramètres pour avoir un produit de bonne qualité.

Le modèle va donc contenir seulement ce qui est significatif :

$$\text{La viscosité} = 317.30 - 3.66 * AD + 0.10 \text{ texture}$$

### II.1.3. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour yaourt à boire frais

#### a. Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales :

Le modèle proposé ici explique 99,84% de la variabilité totale et prédit 99,614 % de cette variabilité (modèle à deux composantes).

Tableau 11: Pourcentage de variabilité expliquée pour le yaourt à boire

Composantes principales	R <sup>2</sup>	Q <sup>2</sup>
PC_01	95.104	92.967
PC_02	99,84%	99,614

#### b. Matrice des corrélations

Généralement les corrélations entres nos paramètres sont relativement fortes ( | Coefficient de corrélation  $r > 0.09$ )

On a noté des certaines corrélations assez importantes (en gris) :

Tableau 12 : Matrice des corrélations pour le yaourt à boire

	Viscosité	Brix	pH	MG	Texture	Gout
Viscosité	1.000	0.842	0.943	0.577	0.757	0.859
Brix	0.842	1.000	0.706	0.642	0.470	0.597
pH	0.943	0.706	1.000	0.551	0.789	0.939
MG	0.577	0.642	0.551	1.000	0.328	0.418
Texture	0.757	0.470	0.789	0.328	1.000	0.907
Gout	0.859	0.597	0.939	0.418	0.907	1.00

**b. Graphe des « loadings »**

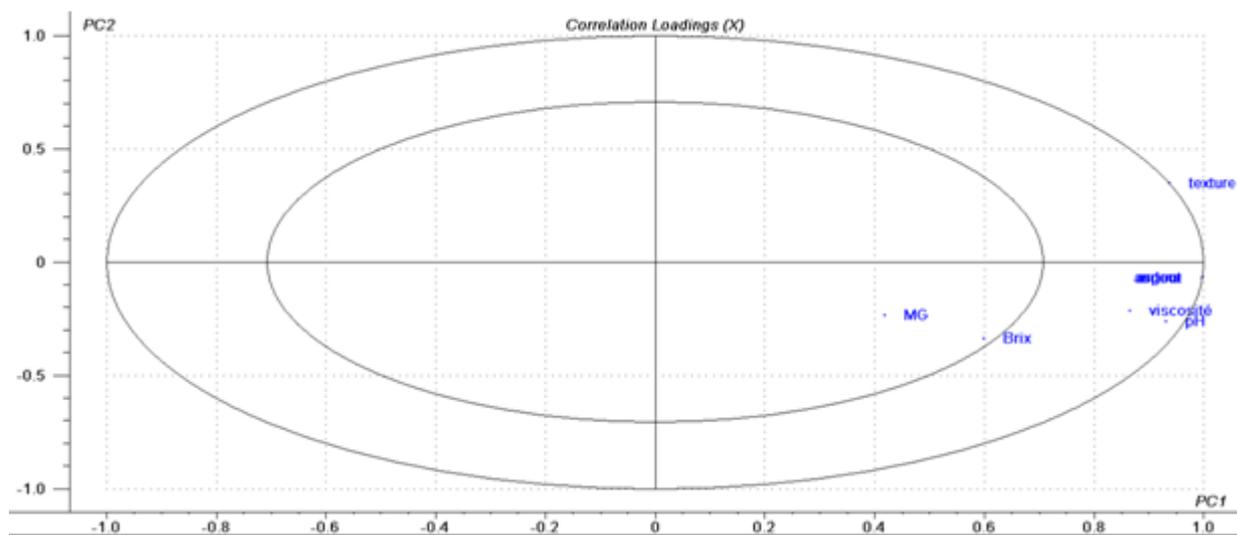


Figure 17 : graphe des « loadings » Pour le yaourt à boire

D'après la matrice et le graphe de corrélation l'ensemble des variables bien expliquées dans ce modèle et proche du cercle de corrélation sont à tenir en compte et seront considérées comme variables influençant le yaourt à boire frais. On aura donc 5 facteurs en plus de 'une réponse à savoir la viscosité

Les facteurs officiellement retenus pour l'étude de régression multiple sont donc la texture le brix et pH, matière grasse et gout. On en a donc en tout 5 facteurs en plus d'une réponse dont la viscosité

### c. Graphe des « X- loadings »

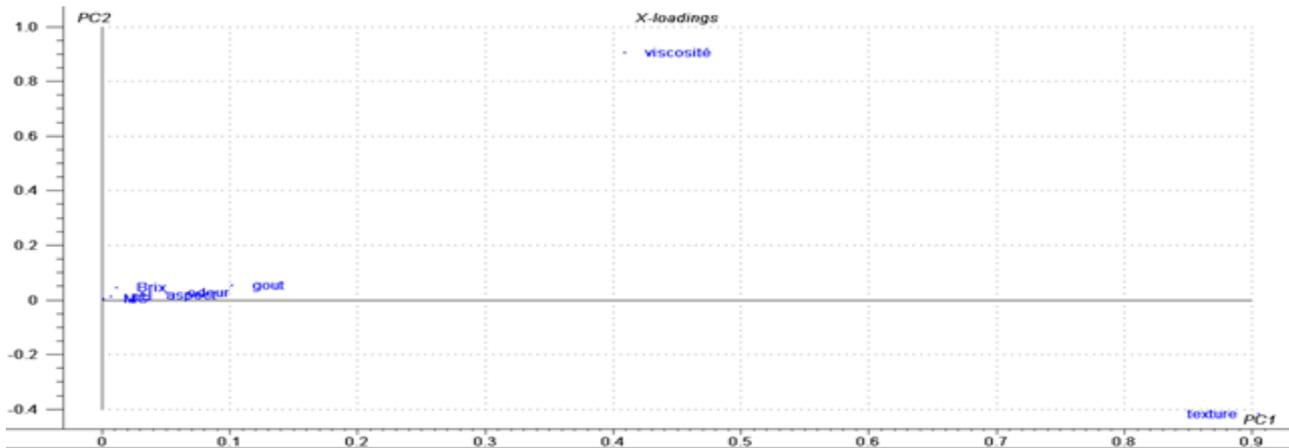


Figure 18: Graphe des « X- loadings » pour le yaourt à boire

On retiendra donc que seule la texture et le gout ont un fort poids dans la première composante. De même seule la viscosité a un fort poids dans la seconde composante.

### d. Graphe des « Bi-plot »

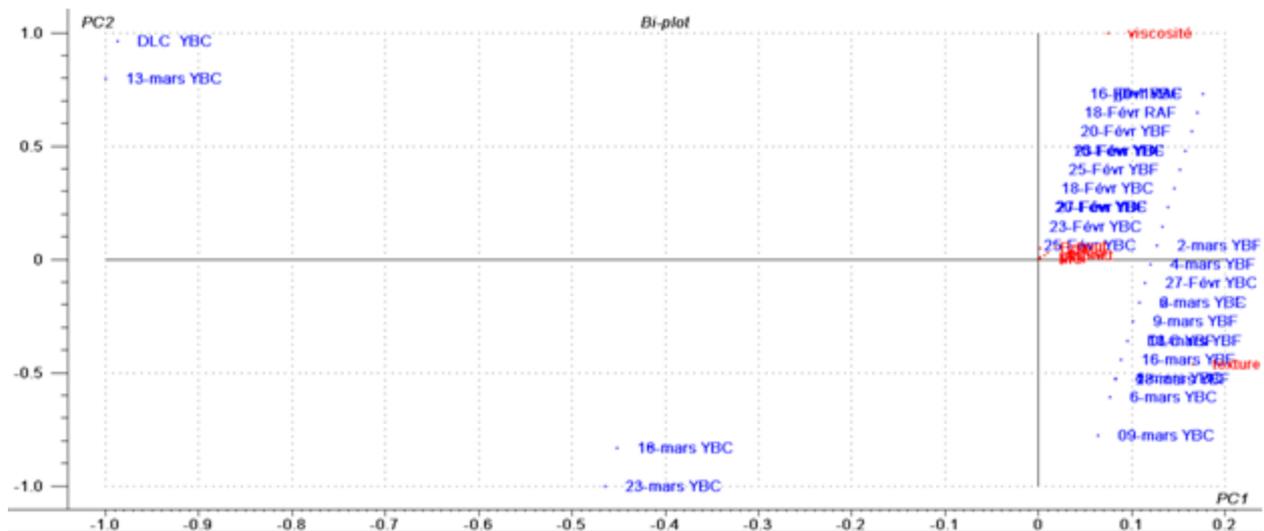


Figure 19: graphe des « Bi-plot » pour le yaourt à boire

D'après le graphe on remarque pour les échantillons de yaourt à boire stockés au froid ont préservés ses caractéristiques physico-chimiques (pH, viscosité, brix et MG), sensorielles (gout et texture conformes aux normes) et microbiologiques ce qui manifeste par l'absence de la



prolifération des levures, moisissures et des coliformes jusqu'à la date limite de consommation et après la DLC.

Les échantillons stockés à température ambiante ont gardés ses caractères physicochimiques et microbiologiques ainsi que sensorielles sauf pour quelques échantillons qui ont dégradés et par la suite ont changé les paramètres physicochimiques et sensorielles du produit Toutefois, ces changements ne peuvent en aucun cas représenter un danger sur la santé, vu qu'on n'a remarqué aucune apparition des levures, moisissures et coliformes.

**Interprétation** : on peut dire que le yaourt à boire stocké au froid reste conforme depuis la date de production jusqu'à la date limite de consommation donc il y a une conformité avec les normes de la validation de la DLC proposé par la société

**Conclusion générale de suivi 1:**

Dans ce premier suivi, on peut dire, que les deux produits gardent leurs conformités avec les normes de validité de la DLC. Comme on voudra bien recommander de garder les produits sous une température basse, permettant ainsi de garder leurs paramètres perdus sous les hautes températures. A l'égard de tout ce qui été vérifié dans cette étude par des analyses physicochimiques, microbiologiques et sensorielles, les dates limites de consommations proposées par les producteurs sont conformes aux normes et à la réglementation

Suite à ces résultats positifs, on a pensé à vérifier est ce que les produits peuvent rester conforme après un jour de leur DLC et ca ce que on voie dans les résultats de deuxième suivi.

**II.1.4. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour yaourt à boire frais**

- **L'équation de régression obtenue est la suivante :**

<b>La viscosité = 34.031+ (Brix*9.43) + (pH*60.79)-(MG*15.31) +(Texture*0.18)-(Gout*2.54)</b>
---

**a. Analyse de la variance :**

Tableau 13: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pour le yaourt à boire

Degré de liberté	Somme des carrés	Variance	F	p-value	
<b>Régression</b>	5	3000,40	600,08	172,26	<b>0.00</b>
<b>Résidus</b>	26	90,57	3,48		
<b>Total</b>	31	3090,97			
<b>Coefficient de détermination R<sup>2</sup></b>				<b>97%</b>	

**Erreur-type** 1,86

- Pour N=33, La variabilité non expliquée par le modèle est la somme des carrés résiduels du modèle

**SCE= 90.57** avec un degré de liberté égal à **26**

-La variabilité expliquée par le modèle est la somme des carrées de la régression **SCM= 3000.40** avec un degré de liberté égal à 5

-Les résultats paraissent excellents et le modèle est significatif parce que nous avons obtenu des bons résultats pour **F<sub>exp</sub>** de Fisher (**172.26**) et p-value globale inférieure au seuil  **$\alpha = 0.05$** .

La figure montre une faible différence entre les réponses prédites et les réponses mesurées ce qui renforce la validité du modèle :

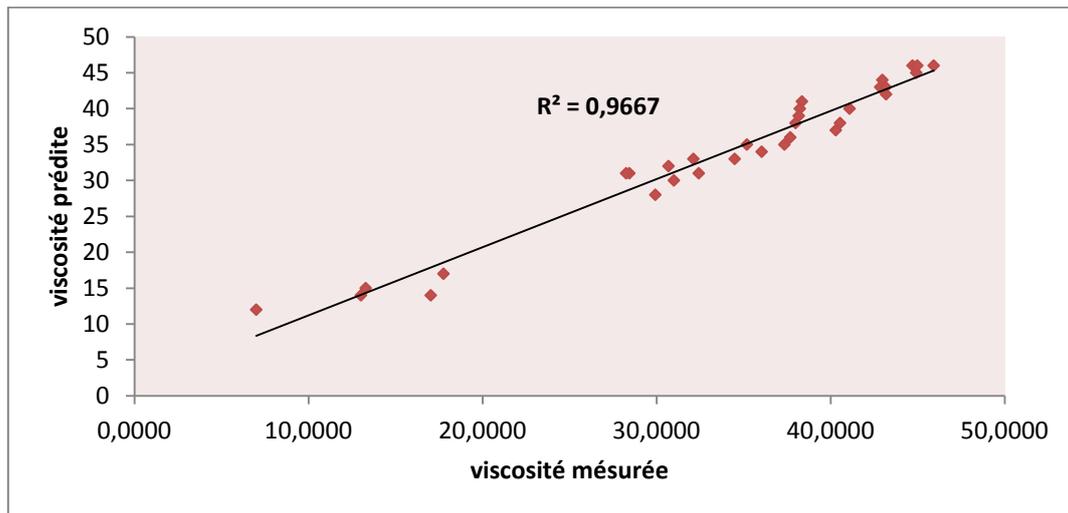


Figure 20: réponses prédites en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour le yaourt à boire

Tableau 14 : Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour yaourt à boire

	<b>Coefficients</b>	<b>Erreur-type</b>	<b>Statistique t</b>	<b>Probabilité</b>	<b>Signification</b>
<b>Constante</b>	34,031	0,330	103,143	0,000	<b>S</b>
<b>brix</b>	9,432	1,316	7,168	0,000	<b>S</b>
<b>p H</b>	60,790	8,191	7,421	0,000	<b>S</b>
<b>MG</b>	-15,313	8,668	-1,766	0,089	<b>NS</b>
<b>texture</b>	0,185	0,047	3,910	0,001	<b>S</b>
<b>gout</b>	-2,542	0,746	-3,406	0,002	<b>S</b>

**Conclusion : p-value très petite < 5% le test est très significatif alors il existe un effet principal**



Les résultats sur les coefficients du modèle montrent que seuls les variables brix ,p H ,texture et le gout (p-value < 0,05) ont des effets significatifs. On en déduit que ces dernières ont un fort effet sur la viscosité et sur le yaourt à boire.

Le modèle va contenir seulement ce qui est significatif

$$\text{La viscosité} = 34.031 + (\text{Brix} * 9.43) + (\text{pH} * 60.79) + (\text{Texture} * 0.18) - (\text{Gout} * 2.54)$$

## II.2. Suivi2 : Suivi des produits après un jour de la DLC et étude des paramètres influençant sur ces produits

Pour la première suivi les produits avec lesquelles j'ai travaillé ont montré une persistance à la chaleur et au froid et on préservés leur caractéristiques gustatives et nutritionnelles jusqu'à fin date limite de consommation suite à ces résultats positifs, on a pensé à vérifier est ce que les produits peuvent rester conforme après un jour de leur DLC et ca ce que on voie dans les résultats de le deuxième suivi.

### II.2.1. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour leben beldi

#### a. Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales :

Le modèle proposé ici explique 99,70% de la variabilité totale et prédit 98,99 % de cette variabilité (modèle à 2 composantes).

Tableau 15 : Pourcentage de variabilité expliquée pour leben beldi

Composantes principales	R <sup>2</sup>	Q <sup>2</sup>
PC_01	96.933	96.285
PC_02	99.702	98.992

#### b. Matrice des corrélations

Généralement, les corrélations entres nos paramètres sont relativement fortes ( | Coefficient de corrélation  $r > 0.09$  et par ailleurs, on a noté certaines corrélations assez importantes (en jaune) :

Tableau 16: Matrice des corrélations pour leben beldi

	Viscosité	brix	pH	AD	MG	Textur e	Aspect	Gout	Odeur	LM
Viscosité	1.000	9.3*e-01	0.569	-0.248	0.141	0.715	0.693	0.663	0.626	0.762
Brix	9.3e-01	1.000	0.395	-0.227	0.235	0.268	3.24*e-02	5.24*e-02	8.26e*-02	-0.192
pH	0.569	0.395	1.000	-0.157	0.339	0.769	0.436	0.437	0.393	-0.653

AD	-0.248	-0.227	-0.157	1.000	0.203	-0.267	-0.240	-0.198	-8.3*e-02	0.244
MG	0.141	0.235	0.339	0.203	1.000	0.341	0.183	0.176	0.165	-0.430
Texture	0.715	0.268	0.769	-0.267	0.341	1.000	0.549	0.533	0.467	-0.801
Aspect	0.693	3.243*e-02	0.436	-0.240	0.183	0.549	1.000	0.977	0.863	-0.379
Gout	0.663	5.2*e-02	0.437	-0.198	0.176 2	0.533	0.977	1.000	0.924	-0.326
Odeur	0.626	8.2*e-02	0.393	-8.3*e-02	0.165	0.467	0.863	0.924	1.000	-0.285
LM	-0.762	-0.192	-0.653	0.244	-0.430	-0.808	-0.379	-0.326	1.000	-0.285

### c. Graphe des « loadings »

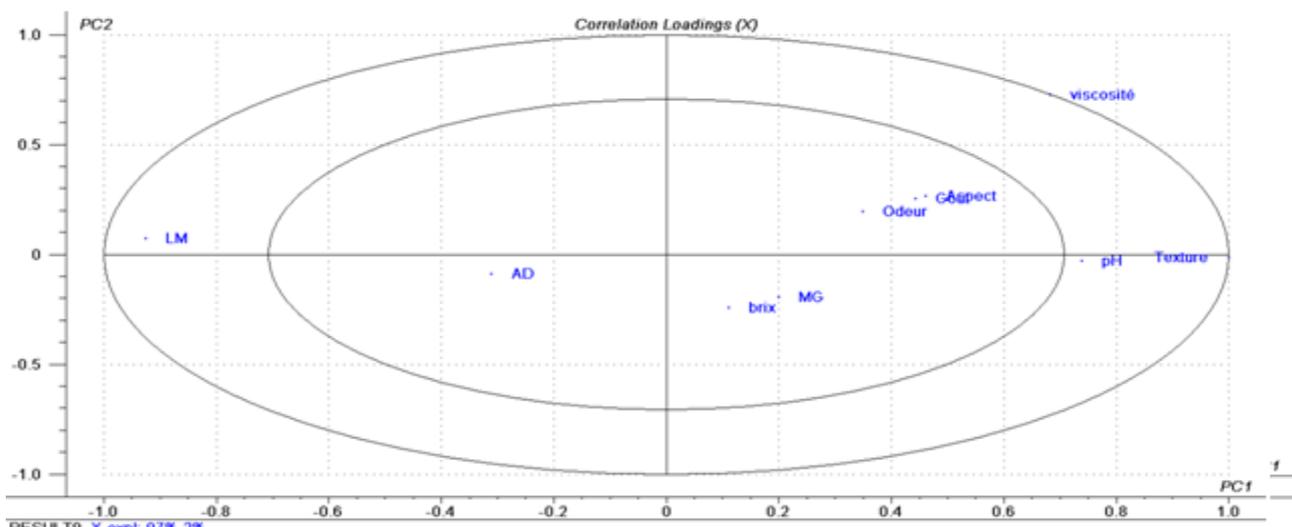


Figure 21 : Graphe des « loadings » pour leben beldi

D'après la matrice et le graphe de corrélation l'ensemble des variables bien expliquées dans ce modèle et proche du cercle de corrélation sont à tenir en compte et seront considérées comme variables influençant yaourt à boire frais. On aura donc 5 facteurs en plus de 'une réponse à savoir la viscosité

Les facteurs officiellement retenus pour l'étude de régression multiple sont donc le p H, la texture, aspect, odeur, gout et levures et moisissures. On en a donc en tout 6 facteurs en plus d'une réponse dont la viscosité

### d. Graphe des « X- loadings »

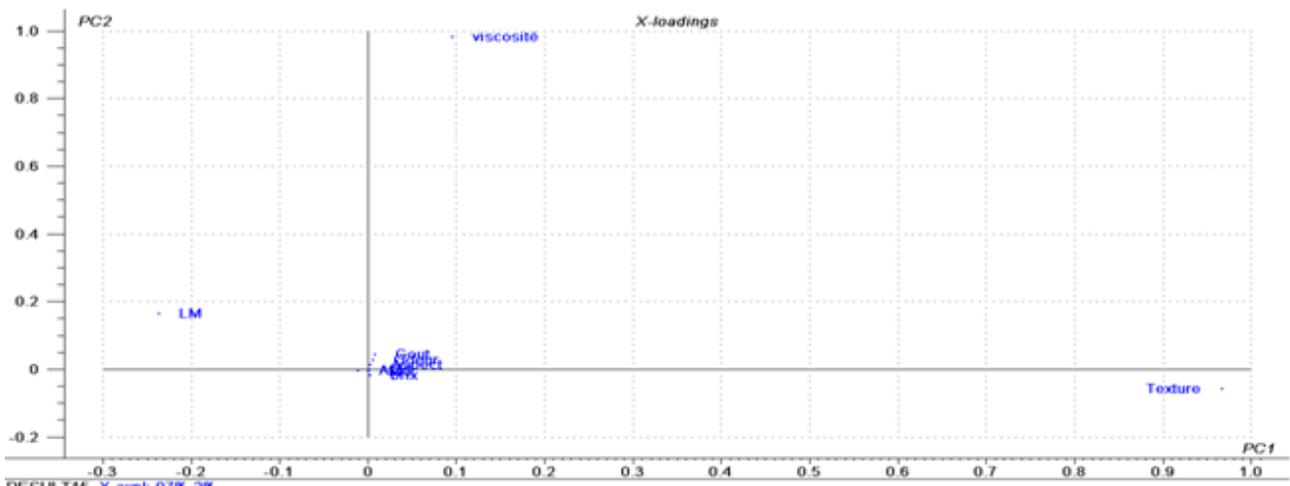


Figure 22: Graphe des « X- loadings » pour leben beldi

Ce graph montre le poids de chaque variable sur les composantes. Pour ce modèle, on a opté pour deux composantes afin d'expliquer l'ensemble des variabilités entre les facteurs.

On retiendra donc que seule la texture a un fort poids dans la première composante. De même seule la viscosité a un fort poids dans la seconde composante.

#### e. Graphe des « Bi-plot »

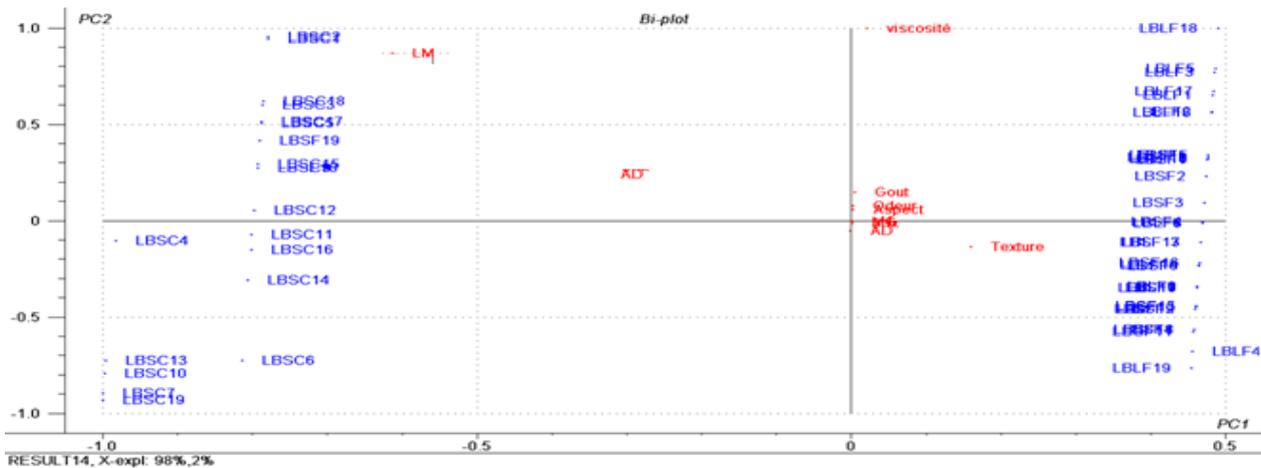


Figure 23: graphe des « Bi-plot » pour leben beldi

Dans des endroits chauds, et après la date limite de consommation par un jour, on constate clairement l'apparition des levures et des moisissures qu'ont dégradé la composition de leben beldi et par la suite ont changé les paramètres physicochimiques du produit (viscosité) et sensorielle (texture), d'où la non-conformité du produit.

Tandis que dans les basses températures, le produit leben beldi reste conforme et garde ses qualités microbiologiques et sensorielles et microbiologiques ce qui manifesté par l'absence de la



prolifération des moisissures des levures et des coliformes, même en dépassant son DLC par un jour.

## II.2.2. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour leben beldi

➤ L'équation de régression obtenue est la suivante :

$$\text{La viscosité} = 33.246 + (\text{pH} * 4.251) + (\text{Texture} * 0.097) + (\text{Aspect} * 12.826) - (\text{Gout} * 5.323) + (\text{odeur} * 3.371) + (\text{LM} * 0.043)$$

### a. Analyse de la variance :

Tableau 17: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pour leben beldi

	Degré de liberté	Somme des carrés	Variances	F	P-value
<b>Régression</b>	6	1832,57	305,42	17,1	1,19E-10
<b>Résidus</b>	50	889,98	17,799		
<b>Total</b>	56	2722,56			
<b>Coefficient de détermination R<sup>2</sup></b>					<b>97%</b>
<b>Erreur-type</b>					<b>2,01</b>

Pour N=58, La variabilité non expliquée par le modèle est la somme des carrés résiduels du modèle **SCE= 889.89** avec un degré de liberté égal à **50**.

-La variabilité expliquée par le modèle est la somme des carrés de la régression **SCM= 305.42** avec un degré de liberté égal à 6.

-Les résultats paraissent excellents et le modèle est significatif parce que nous avons obtenu des bons résultats pour **F<sub>exp</sub>** de Fisher (**17.1**) et p-value globale inférieure au seuil **α = 0.05**.

La figure montre une faible différence entre les réponses prédits et les réponses mesurées ce qui renforce la validité du modèle :

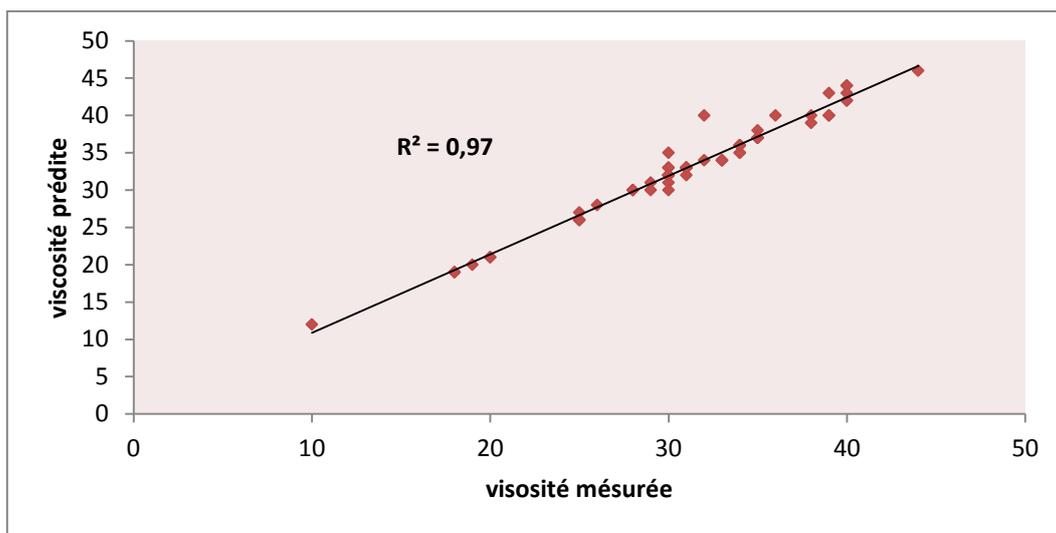


Figure 24: Réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour leben beldi

Tableau 18: Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour leben beldi

	Coefficients	Erreur-type	Statistique t	Probabilité	Signification
<b>Constante</b>	33,246	0,559	59,493	0,000	<b>S</b>
<b>p H</b>	4,251	10,892	0,390	0,698	<b>NS</b>
<b>Texture</b>	0,097	0,035	2,759	0,008	<b>S</b>
<b>Aspect</b>	12,826	4,969	2,581	0,013	<b>S</b>
<b>Goût</b>	-5,323	2,629	-2,024	0,048	<b>S</b>
<b>Odeur</b>	3,371	1,658	2,033	0,047	<b>S</b>
<b>LM</b>	0,043	0,099	0,431	0,668	<b>NS</b>

**Conclusion : p-value très petite < 5% le test est très significatif alors il existe un effet principal**

Les résultats sur les coefficients du modèle montrent que seuls les variables : texture, aspect, gout et odeur (p-value < 0,05) ont des effets significatifs. On en déduit que ces dernières ont un fort effet sur le leben beldi .

Alors le modèle va contenir seulement ce qui est significatif

$$\text{La viscosité} = 33.246 + (\text{Texture} * 0.097) + (\text{Aspect} * 12.826) - (\text{Gout} * 5.323) + (\text{odeur} * 3.371)$$

### II.2.3. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour yaourt à boire

#### a. Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales :

Le modèle proposé explique 99,98% de la variabilité totale et prédit 99,98 % de cette variabilité (modèle à 2 composantes).

Tableau 19: Pourcentage de variabilité expliquée pour le yaourt à boire

Composantes principales	R <sup>2</sup>	Q <sup>2</sup>
PC_01	98.506	98.381
PC_02	99.986	99.981

#### b. Matrice des corrélations

Généralement, les corrélations entre nos paramètres sont relativement fortes ( | Coefficient de corrélation  $r > 0.09$

Par ailleurs, on a noté certaines corrélations assez importantes (en gris) :

Tableau 20 : Matrice des corrélations pour yaourt à boire

	Viscosité	Brix	pH	MG	Texture	Aspect	Gout	LM
Viscosité	1.000	0.226	0.671	0.335	0.700	0.692	0.612	-0.447
Brix	0.226	1.000	0.285	-1.31*e-02	0.380	0.403	0.310	-0.296
pH	0.671	0.285	1.000	0.255	0.712	0.671	0.479	-0.574
MG	0.335	-1.31*e-02	0.255	1.000	0.261	0.304	0.255	-0.245
Texture	0.700	0.380	0.712	0.261	1.000	0.941	0.752	-0.687
Aspect	0.692	0.403	0.671	0.304	0.941	1.000	0.912	-0.588
Gout	0.612	0.310	0.479	0.255	0.752	0.912	1.000	-0.323
LM	-0.447	-0.296	-0.574	-0.245	-0.687	-0.588	-0.323	1.000

#### c. Graphe des « loadings »

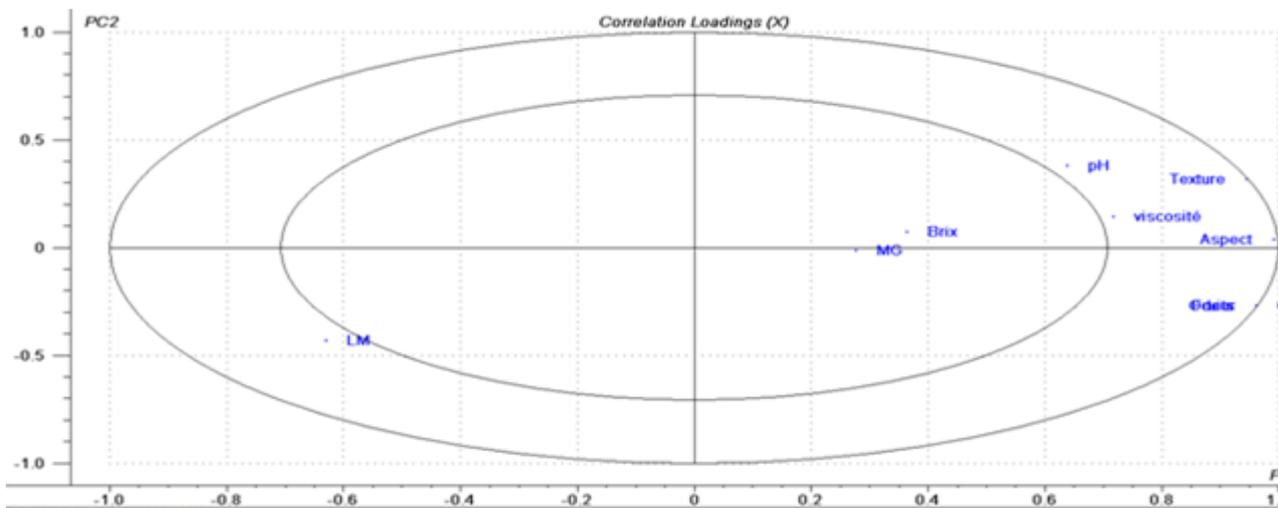


Figure 25: Graph des « loadings » pour le yaourt à boire

D'après la matrice et le graphe de corrélation l'ensemble des variables bien expliquées dans ce modèle et proche du cercle de corrélation sont à tenir en compte et seront considérées comme variables influençant yaourt à boire frais. On aura donc 4 facteurs en plus de 'une réponse à savoir la viscosité

Les facteurs officiellement retenus pour l'étude de régression multiple sont donc la texture le pH, l'aspect et le gout. On en a donc en tout 4 facteurs en plus d'une réponse dont la viscosité

#### d. Graph des « X-loadings »

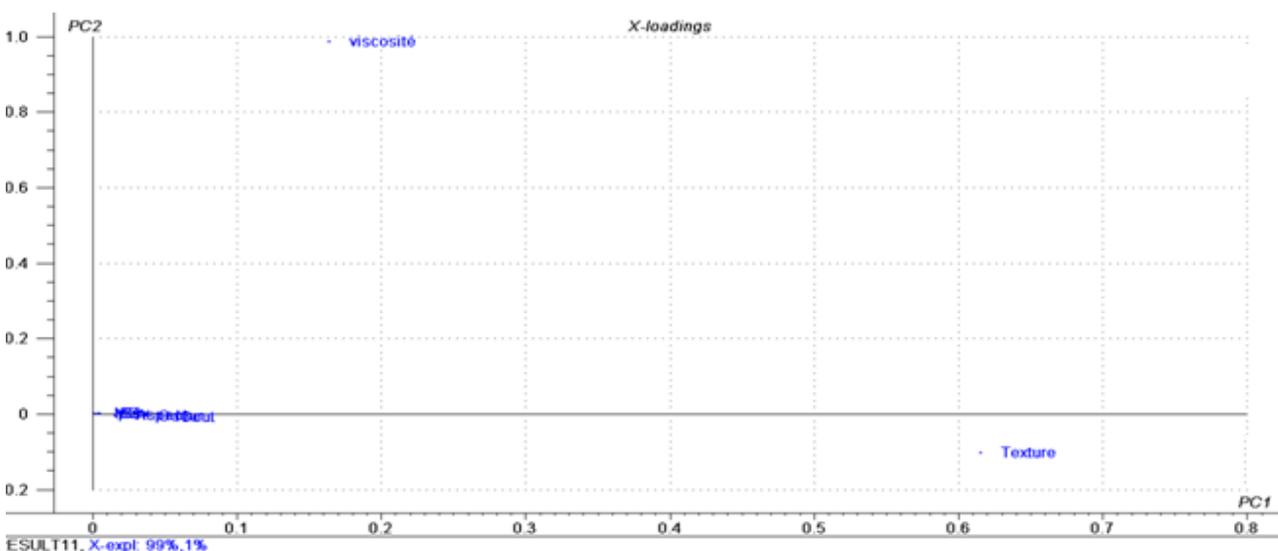


Figure 26: Graphe des « X-loadings » pour le yaourt à boire

Pour ce modèle, on a opté pour deux composantes afin d'expliquer l'ensemble des variabilités entre les facteurs.

On retiendra donc que seule la texture a un fort poids dans la première composante. De même seule la viscosité a un fort poids dans la seconde composante.

**e. Graphe des « Bi-plot »>>**

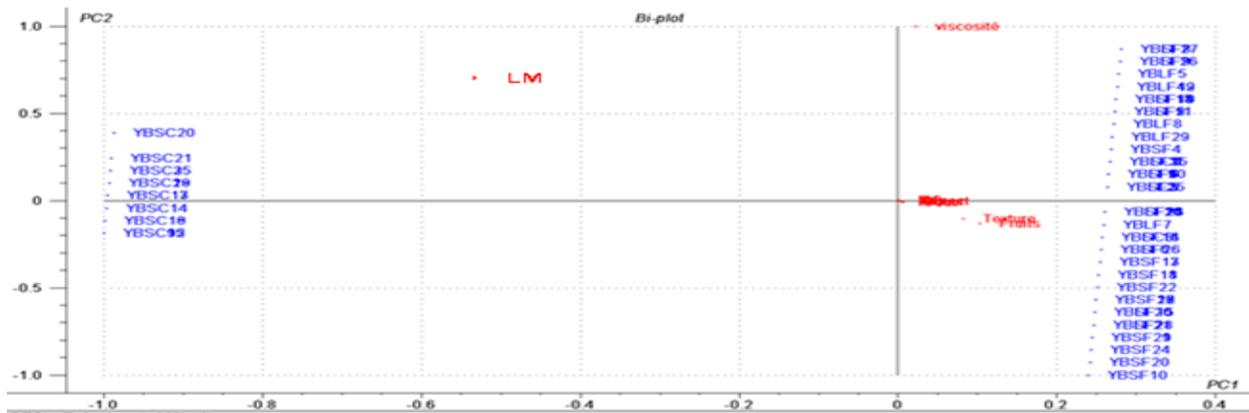


Figure 27 : graphe des « Bi-plot » pour le yaourt à boire

Dans des endroits chauds, et après le DLC par un jour, on constate clairement l'apparition des levures et des moisissures, d'où la non-conformité du produit (devient toxique).

Tandis que dans les basses températures, le produit reste conforme et garde ses caractères physicochimiques et sensoriels, même en dépassant son DLC par un jour.

**Conclusion générale:**

De ce deuxième suivi, on peut dire, que les deux produits gardent leurs conformités après un jour de la DLC avec les normes sous une température basse, et dans les zones chaud on constate clairement l'apparition des levures et des moisissures par la suite ont changé les paramètres physicochimiques et sensorielle du produit, d'où la non-conformité du produit (devient toxique).

Suite à ces résultats positifs sous une température basse, on a pensé à vérifier jusqu'à quand les produits peuvent rester conforme après leur DLC et ce que on voie dans les résultats de troisième suivi.

**II.2.4. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour yaourt à boire**

- L'équation de régression obtenue est la suivante :

$$\text{La viscosité} = 32.517 + (pH * 17.443) + (\text{Texture} * 0.285) + (\text{Aspect} * 16.925) - (\text{Gout} * 4.024)$$

**a. Analyse de variance**

Tableau 21: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pou yaourt à boire

Degré de liberté	Somme des carrés	Variances	F	P-value
------------------	------------------	-----------	---	---------

<b>Régression</b>	4	7056,21	1764,05	30,456	1,561E-15
<b>Résidus</b>	82	4749,51	57,92		
<b>Total</b>	86	11805,72			

<b>Coefficient de détermination R<sup>2</sup></b>	97,4%
<b>Erreur-type</b>	1,61

Pour N=88, On a une variance de régression (du Modèle) assez supérieure à celle des résidus pour une probabilité inférieure à un risque de confiance de 5% fixé au préalable. Ceci montre qu'il existe une relation statistiquement significative entre les variables au niveau de confiance de 95,0 %. Théoriquement il semblerait donc que le modèle proposé soit valide est explicatif pour un pourcentage de 97,4%.

La figure montre une faible différence entre les réponses prédits et les réponses mesurées ce qui renforce la validité du modèle :

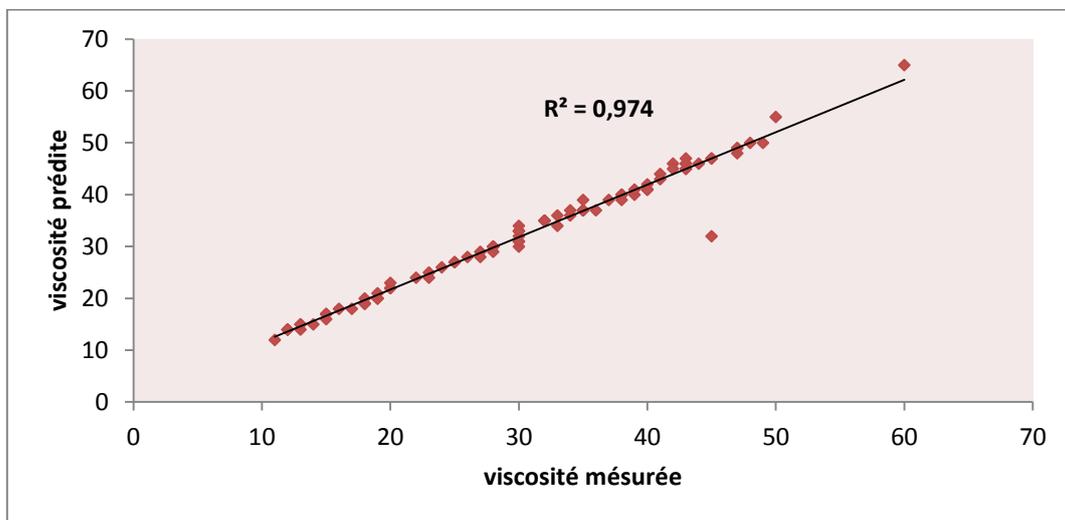


Figure 28: réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour le yaourt à boire

Tableau 22: Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour le yaourt à boire

	<b>Coefficients</b>	<b>Erreur-type</b>	<b>Statistique t</b>	<b>Probabilité</b>	<b>Signification</b>
<b>Constante</b>	32,517	0,816	39,853	0,000	<b>S</b>
<b>pH</b>	17,443	4,157	4,196	0,000	<b>S</b>
<b>texture</b>	0,285	0,110	2,594	0,011	<b>S</b>



Aspect	16,925	8,367	2,023	0,046	S
Goût	-4,024	1,468	2,740	0,008	S

**Conclusion : p-value très petite < 5% le test est très significatif alors il existe un effet principal**

Les résultats sur les coefficients du modèle montrent que seuls les variables p H, texture, aspect et le goût (p-value < 0,05) ont des effets significatifs. On en déduit que ces dernières ont un fort effet sur le yaourt à boire.

Alors le modèle va contenir seulement ce qui est significatif

$$\text{La viscosité} = 32.517 + (\text{p H} * 17.443) + (\text{Texture} * 0.285) + (\text{Aspect} * 16.925) - (\text{Gout} * 4.024)$$

### II.3. Suivi 3 : La détermination de la durée de vie des produits laitiers après fin DLC et étude des paramètres influençant sur ces produits

L'idée d'effectuer ce suivi vient du fait qu'on a eu des résultats positifs du suivi précédant, en effet, les produit restent conformes même dans le premier jour juste après leur DLC, d'où vient l'idée de vérifier encore jusqu'à quand le produit peut rester conforme, à partir de son DLC. Notons que ces testes seront faites juste sous des basses températures.

#### II.3.1. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour leben beldi

##### a. Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales

Le modèle proposé ici après l'élimination de point aberrante explique 99,897% de la variabilité totale et prédit 99,769 % de cette variabilité (modèle à 2 composantes).

Tableau 23: Pourcentage de variabilité expliquée pour leben beldi

Composantes principales	R <sup>2</sup>	Q <sup>2</sup>
PC_01	94.195	91.869
PC_02	99.897	99.769

##### b. Matrice des corrélations

Par ailleurs, on a noté certaines corrélations assez importantes (en gris) :

Tableau 24 : Matrice des corrélations pour leben beldi

	Viscosité	Brix	pH	MG	AD	Texture	LM
Viscosité	1.000	0.500	0.987	0.655	-0.671	0.616	-0.867
Brix	0.500	1.000	0.386	0.295	-0.641	0.366	-0.446

pH	0.987	0.386	1.000	0.628	-0.605	0.577	-0.850
MG	0.655	0.2954	0.628	1.000	-0.620	0.620	-0.705
AD	-0.671	-0.641	-0.605	-0.620	1.000	-0.687	0.798
Texture	0.616	0.366	0.577	0.620	-0.687	1.000	-0.866
LM	-0.867	-0.446	-0.850	-0.705	0.798	-0.866	1.000

**c. Graphe des « loadings »**

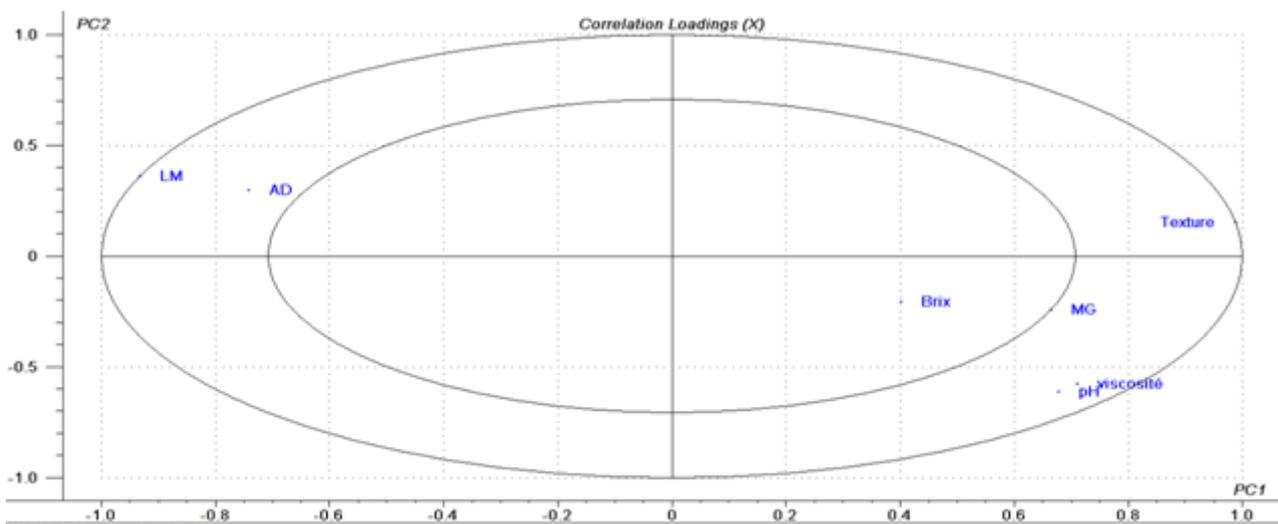


Figure 28: Graphe des « loadings » pour leben beldi

D’après la matrice et le graphe de corrélation l’ensemble des variables bien expliquées dans ce modèle et proche du cercle de corrélation sont à tenir en compte et seront considérées comme variables influençant yaourt à boire frais. On aura donc 5 facteurs en plus de ‘une réponse à savoir la viscosité

Les facteurs officiellement retenus pour l’étude de régression multiple sont donc la texture, le pH, MG, AD et LM .On en a donc en tout 5 facteurs en plus d’une réponse dont la viscosité

d. Graphe des « X- loadings »

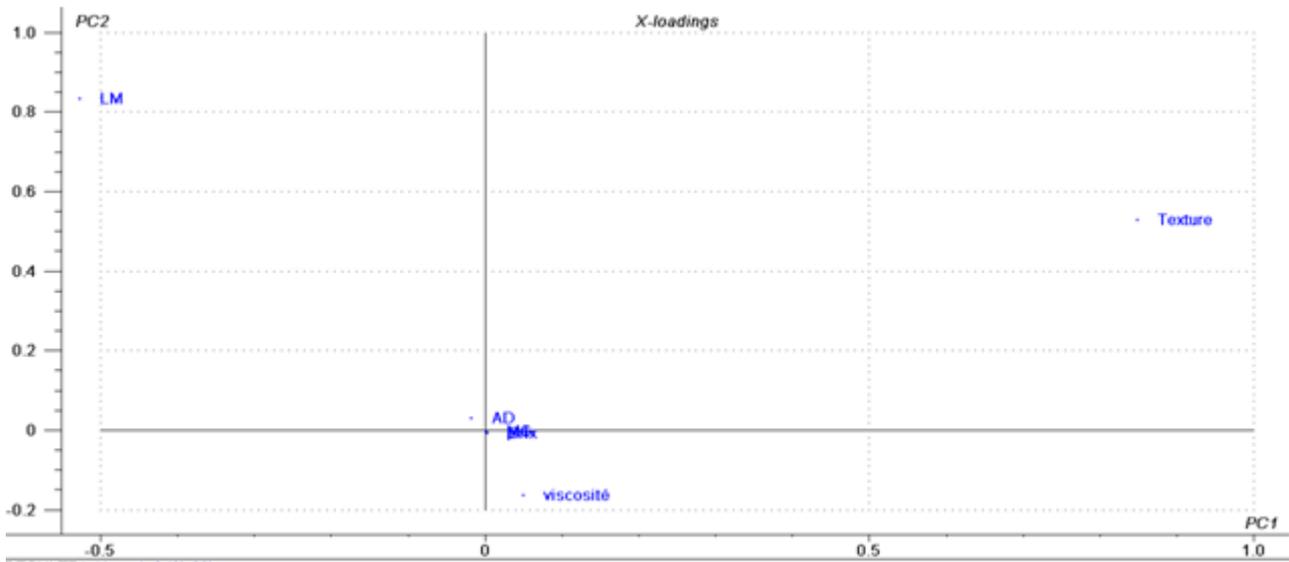


Figure 30: Graphe des « X- loadings » pour leben beldi

e. Graphe des « Bi- plot »

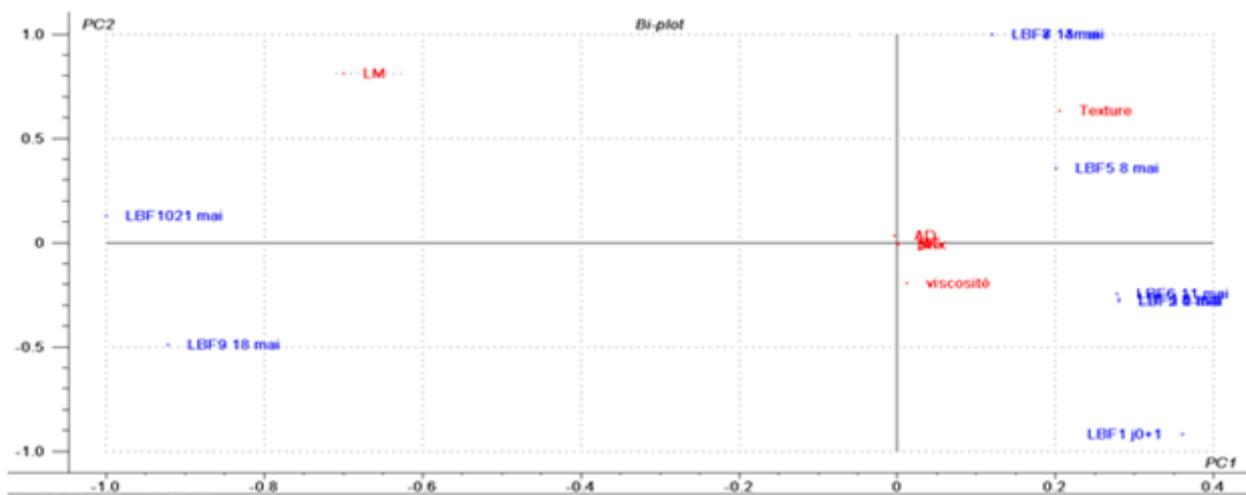


Figure 31 : Graphe des « Bi- plot pour leben beldi

D'après le graphe on observe que après DLC (2 mai), et sous les basses températures, on constate que leben beldi a pu garder sa conformité jusqu'au 18 mai, sans apparition ni de levures ni moisissures, alors peuvent être utilisé même après 16 jours de la fin de la DLC



### II.3.2. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour leben beldi

➤ L'équation de régression obtenue est la suivante :

$$\text{La viscosité} = 35.800 + (\text{p H} * 45.325) + (\text{MG} * 0.325) - (\text{AD} * 0.400) + (\text{texture} * 0.007) + (\text{LM} * 0.021)$$

#### a. Analyse de variance

Tableau 25: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pour leben beldi

	Degré de liberté	Somme des carrés	Variance	F	P-value
Régression	5	50,802	10,16	50,98	0,001
Résidus	4	0,797	0,199		
Total	9	51,6			

<b>Coefficient de détermination R<sup>2</sup></b>	98%
<b>Erreur-type</b>	0,44

Pour N=11, On a une variance de régression (du Modèle) assez supérieure à celle des résidus pour une probabilité inférieure à un risque de confiance de 5% fixé au préalable. Ceci montre qu'il existe une relation statistiquement significative entre les variables au niveau de confiance de 95,0 %. Théoriquement il semblerait donc que le modèle proposé soit valide est explicatif pour un pourcentage de 98 %.

La figure montre une faible différence entre les réponses prédits et les réponses mesurées ce qui renforce la validité du modèle :

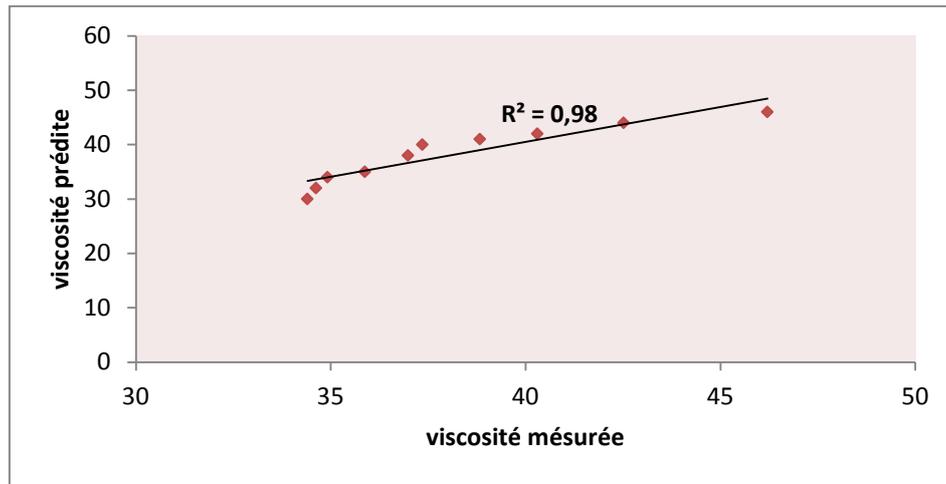


Figure 32: Réponses prédites en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour leben beldi

Tableau 26 : Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour leben beldi

	Coefficients	Erreur-type	Statistique t	Probabilité	Signification
<b>Constante</b>	35,800	0,141	253,591	0,000	<b>S</b>
<b>p H</b>	45,325	7,256	6,247	0,003	<b>S</b>
<b>MG</b>	0,325	2,529	0,128	0,904	<b>NS</b>
<b>AD</b>	-0,400	0,313	-1,278	0,270	<b>NS</b>
<b>texture</b>	0,007	0,013	0,556	0,608	<b>NS</b>
<b>LM</b>	0,021	0,035	0,592	0,585	<b>NS</b>

**Conclusion : p-value très petite < 5% le test est très significatif alors il existe un effet principal**

Les résultats sur les coefficients du modèle montrent que seul le variable p H (p-value < 0,05) a un effet significatif. On en déduit que ce dernier a un fort effet sur le leben beldi .

Alors le modèle va contenir seulement ce qui est significatif

$$\text{La viscosité} = 35.800 + (\text{p H} * 45.325)$$

### II.3.3. Réalisation de l'analyse en composantes principales pour yaourt à boire

#### a. Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales



Le modèle proposé ici après l'élimination de point aberrante explique 98,98% de la variabilité totale et prédit 96,74% de cette variabilité (modèle à deux composantes).

Tableau 27: Pourcentage de variabilité expliquée pour le yaourt à boire

Composantes principales	R <sup>2</sup>	Q <sup>2</sup>
PC_01	93.777	90.514
PC_02	98.982	96.743

### b. Matrice des corrélations

Généralement, les corrélations entre nos paramètres sont relativement fortes ( | Coefficient de corrélation  $r > 0.09$

Par ailleurs, on a noté certaines corrélations assez importantes (en jaune) :

Tableau 28: Matrice des corrélations pour le yaourt à boire

	Viscosité	Brix	pH	MG	Texture	LM
Viscosité	1.000	0.542	0.927	0.542	0.714	-0.675
Brix	0.542	1.000	0.347	1.000	0.666	-0.166
pH	0.927	0.347	1.000	0.347	0.505	-0.629
MG	0.542	1.000	0.347	1.000	0.666	-0.166
Texture	0.714	0.666	0.505	0.666	1.000	-0.562
LM	-0.675	-0.166	-0.629	-0.166	-0.562	1.000

### Graphe des « loadings »

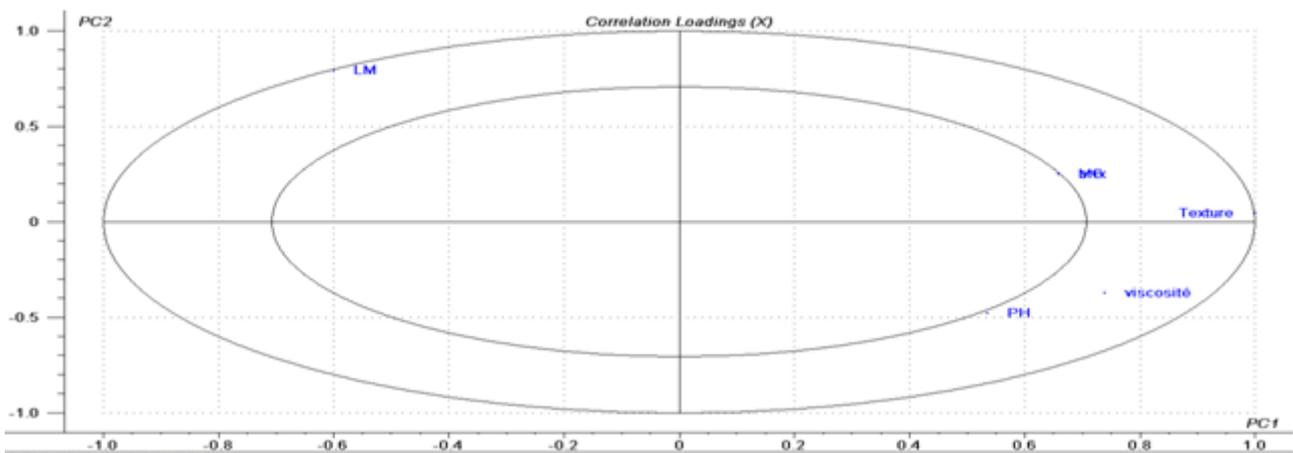


Figure 33 : graphe des « loadings » pour le yaourt à boire

D'après la matrice et le graphe de corrélation l'ensemble des variables bien expliquées dans ce modèle et proche du cercle de corrélation sont à tenir en compte et seront considérées comme variables influençant yaourt à boire frais. On aura donc 4 facteurs en plus de 'une réponse à savoir la viscosité

Les facteurs officiellement retenus pour l'étude de régression multiple sont donc : brix , la texture, le pH et LM .On en a donc en tout 4 facteurs en plus d'une réponse dont la viscosité

**d. Graphe des « X- loadings »**

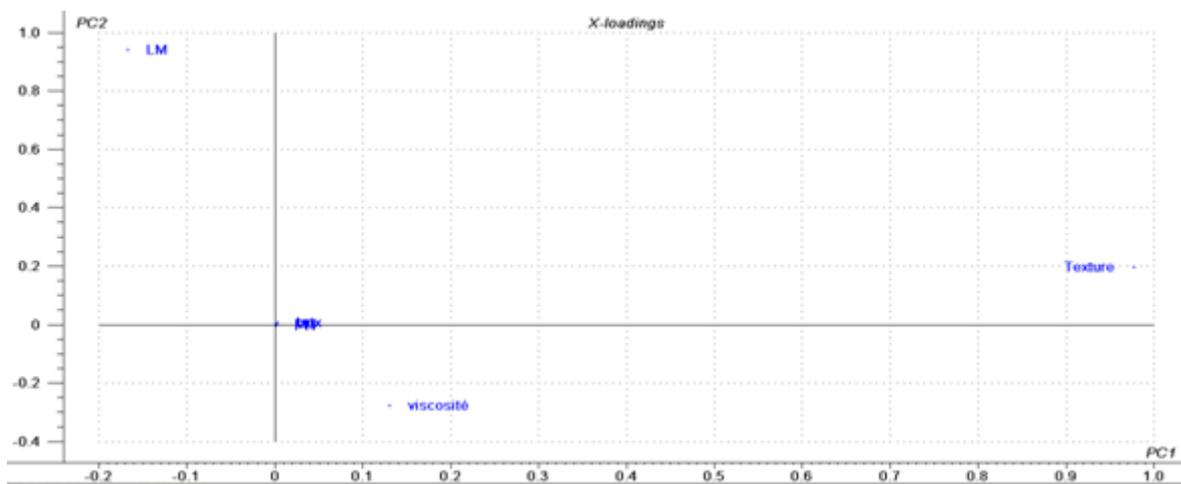


Figure 34 : Graph des « X- loadings » pour le yaourt à boire

On retiendra donc que seule la viscosité et la texture ont un forts poids dans la première composante. De même seule les LM à un fort poids dans la seconde composante.

**Graphe des « Bi- plot »**

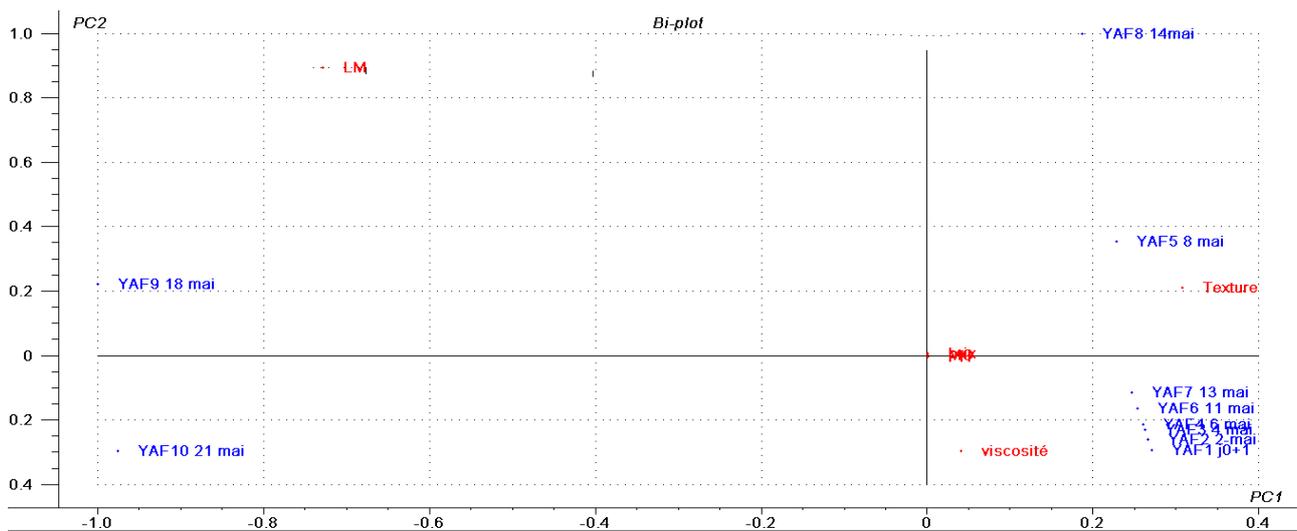


Figure 35: graph des « Bi- plot » pour le yaourt à boire

De même, pour une durée qui dépasse les 16 jours, le produit peut résister sans apparition d'aucune des composantes indésirables (ni moisissure ni levure),

### Conclusion générale :

Dans des conditions favorables s'il n'y a pas eu de rupture de la chaîne du froid, leben beldi et yaourt à boire peuvent rester conformes, et peuvent être utilisés même après 16 jours de la fin du DLC.

Le yaourt et le leben sont des produits acides, qui peut être consommés sans risque d'intoxication ou d'infection quelques jours après la date limite de consommation, dès lors qu'il a été conservé à la bonne température (entre 0 et + 4 °C). Au-delà, la richesse gustative s'altère et l'acidité augmente

### II.3.4. Réalisation d'une régression linéaire multiple pour yaourt à boire

➤ L'équation de régression obtenue est la suivante :

$$\text{La viscosité} = 38.2 + (\text{brix} * 4.496) + (\text{pH} * 73.78) + (\text{Texture} * 0.04) - (\text{LM} * 0.047)$$

#### a. Analyse de variance

Tableau 29: Analyse de variance pour le modèle de prédiction de viscosité pour le yaourt à boire

	Degré de liberté	Somme des carrés	Variance	F	P-value
Régression	5	241,11	48,22	24,13	0,004
Résidus	5	12,48	2,49		

---

<b>Total</b>	10	253,6
<b>Coefficient de détermination R<sup>2</sup></b>		95%
<b>Erreur-type</b>		1,580

Pour N=12, On a une variance de régression (du Modèle) assez supérieure à celle des résidus pour une probabilité inférieure à un risque de confiance de 5% fixé au préalable. Ceci montre qu'il existe une relation statistiquement significative entre les variables au niveau de confiance de 95 %. Il semblerait donc que le modèle proposé soit valide et explicatif pour un pourcentage de 95 %.

La figure montre une faible différence entre les réponses prédites et les réponses mesurées ce qui renforce la validité du modèle :

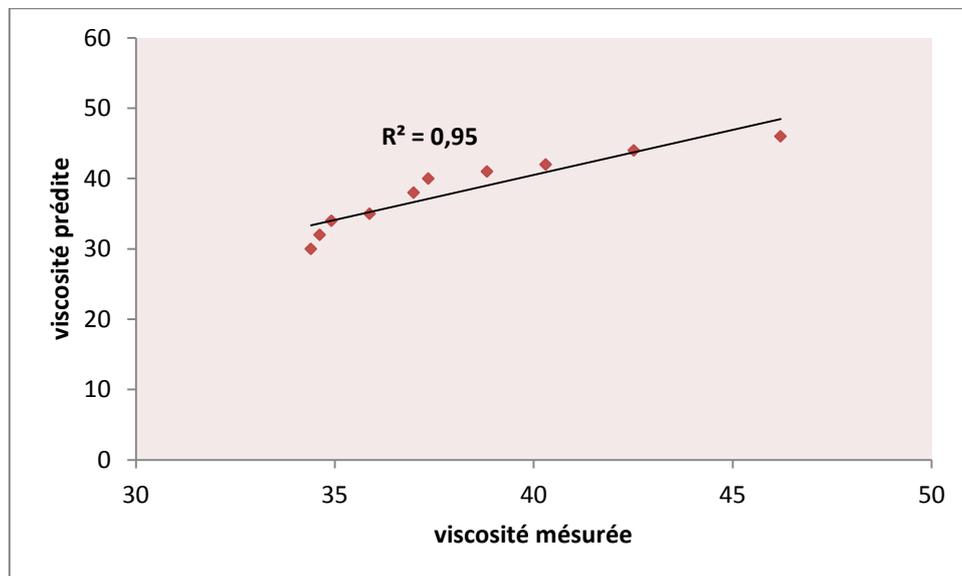


Figure 36: réponses prédites en fonction des réponses mesurées montrant les résidus de la viscosité pour le yaourt à boire



Tableau 30 : Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la viscosité pour le yaourt à boire

	Coefficients	Erreur-type	Statistique t	Probabilité	Signification
<b>Constante</b>	38,2	0,499	76,441	7,25E-09	<b>S</b>
<b>brix</b>	4,495	4,865	0,923	0,397	<b>NS</b>
<b>p H</b>	73,780	13,707	5,382	0,0029	<b>S</b>
<b>texture</b>	0,039	0,030	1,288	0,254	<b>NS</b>
<b>LM</b>	-0,046	0,093	-0,499	0,638	<b>NS</b>

**Conclusion : p-value très petite < 5% le test est très significatif alors il existe un effet principal**

Les résultats sur les coefficients du modèle montrent que seul le variable p H (p-value < 0,05) a un effet significatif. On en déduit que ce dernier a un fort effet sur le yaourt à boire .

Alors le modèle va contenir seulement ce qui est significatif

$$\text{La viscosité} = 38.2 + (\text{pH} * 73.78)$$



---

## Conclusion générale

Le stage que j'ai effectué à la société domaine royale de douiet dans le cadre du projet de fin d'études du Master Sciences et Technique : Chimiométrie et Analyse Chimique ; Application à la Gestion Industrielle de la Qualité (MST CAC AGIQ) était pour moi une occasion de me familiariser à la vie dans l'entreprise et aussi contribuer au développement de cette entreprise par mes connaissances scientifiques.

Au cours de ce travail ,nous nous sommes intéressés au suivi des produits laitiers dans le but, d'une part de vérifier jusqu'à quand un produit laitier peut rester conforme, après avoir dépassé son DLC proposé, et dans quelles conditions cela est bien vérifié et d'autre part de cibler les facteurs essentiels qui influencent directement sur ces produits laitiers.

D'après les résultats obtenus on a conclu que les produits sur lesquelles nous avons travaillé, ont montré une persistance à la chaleur et ont préservé leur caractéristiques gustatives et nutritionnelles conformes aux normes même après la date limite de consommation , donc peuvent être consommés mais de préférence, il ne faut pas consommer un produit périssable stocké à température ambiante, il peut être à l'origine des problèmes de santé (infection, toxi-infection et intoxication).

A l'égard de tout ce qui était vérifié dans cette étude par des analyses physicochimiques microbiologiques et sensorielles, les dates limites de consommation proposées par les producteurs sont conformes aux normes et à la réglementation et les deux produits stockés au froid restent conformes en ce qui concerne la qualité microbiologique, nutritionnelle et sensorielle même après 16 jours de la date limite de consommation.

Notre étude s'est portée sur un traitement statistique de données récoltées du ce laboratoire. En effet, nous avons choisi les paramètres de contrôle susceptibles d'être utiles dans notre étude. Dans un premier temps nous avons fait une étude par ACP (Analyse en composantes principales) afin de définir les paramètres qui sont pertinents et permet la classification de nos produits selon la température. Cette étude a donné de résultats satisfaisants.

Nous avons ensuite opté par la RLM. Dans ce sens, six modèles relatifs à une caractéristique de ces produits (viscosité) ont été établis et validés statistiquement..



---

## Références

- [1] : CODEX STAN (1-1985)
- [2] : (Règlement (UE) n°1169/2011, dit règlement INCO)
- [3] : NS DGAL/SDSSA/N2010-8062 du 09/03/10
- [4] : NF V 01-003/1998
- [5] : Chatfield, C.; Collins, A.J. Introduction to Multivariate Analysis, Chapman ET Hall, 1980.
- [6] : Manly, B.F.J. Multivariate Statistical Methods A Primer, Chapman ET Hall, 1986
- [7] : Cours de master CAC agiq régression linéaire 2013
- [8] : [Wikipédia Date limite de consommation \(DLC\) et d'utilisation optimales \(DLUO\)](#)
- [9] : P.Bessele. L. Ferre, cross Validation, (2007), p 71-72
- [10] : Snedecor, G.W.; Cochran, W.G. Statistical Methods, the Iowa State University Press,
- [11] : [www.produitslaitieres.com](http://www.produitslaitieres.com)



Les normes de la validation de la date limite de consommation proposé par la société pour chaque produit et qui sont les suivantes

Produit	p H	Acidité dornic	Brix	MG %	Viscosité à 10 °c ( sec)	DLC max en jour
leben beldi	4,3±0,2	75±5		2±0,1	25 s±5	j+21
leben nature 900 g	4,3±0,2	75±5		1,7±0,2	45 s±10	j+21
leben nature 450 g	4,3±0,2	75±5		1,4±0,1	18 s±3	j+21
raibi aromatisé	4,3±0,2		15±1	1,7±0,2	60 s±10	j+30
Y à boire DAYA 330 g	4,35±0,2		16±1	1,2±0,2	30 s±5	j+30
Y à boire DAYA 450 g	4,35±0,2		15±1	1,2±0,2	30 s±5	j+30
Raibi 170 g	4,1±0,15		16±1	1,8±0,1	40 s±10	j+30
Raibi 250	4,1±0,15		16±1	1,8±0,1	40 s±10	j+30
Lassi	4±0,10		17±1		40 s±5	j+30
JFL 900 g carton	4±0,10		13±1	0±0,5	14 s±2	j+30
JFL 250 g	4±0,10		13±1	0±0,5	14 s±2	j+30
Y.nature sucré 90 g	4,40±0,2		15±1	3,1±0,1	14 s±2	j+30
Y.nature sucré sans sucre	4,40±0,2			3,1±0,1		j+30
Y.Jnane sucré	4,40±0,2		15±1	3,1±0,1		j+30
Y.jnane sucré aromatisé	4,40±0,2		15±1	3,1±0,1		j+30
Y.crème aromatisé sucré	4,40±0,2		16±1	3,5±0,1		j+30
Y.brassé nature	4,40±0,2			3,4±0,1		j+30
Y.crème nature	4,40±0,3			4±0,1		j+30
Y.Bicouche ( masse blanche )	4,40±0,2		16±1	3,9±0,1		j+30
Y.brassé 0 aux fruits	4,40±0,2					j+30
Y.brassé entier aux fruits	4,40±0,2		18±1			j+30
Y.bifidus entiers nature	4,40±0,2		16±1	3±0,1		j+30
Y.bifidus entiers fruités	4,40±0,2		18±1			j+30
Y.de chèvre sucré	4,40±0,2		17±1	2,6±0,2		j+30
Y.de chèvre sans sucre	4,40±0,2			2,6±0,2		j+30