



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE FES



Projet de Fin d'Etudes

Licence Sciences & Techniques
«BioProcédés, Hygiène & sécurité alimentaires»

**Comparaison des normes anciennes et actuelles
pour l'analyse du Lait et dérivés laitiers
dans la société Chergui**

Présenté par :

-M^{lle} LAZAR Sanae

Encadré par :

-Pr K. FIKRI BENBRAHIM (FST de Fès)

-Mr KAJJOUA Otman (Société CHERGUI)

Soutenu le 12juin2019 :

Devant le jury composé de :

- Pr BAHAFID Wifak
- Pr SQALLI H. Hakima

Année universitaire

2018/2019

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je remercie le bon Dieu de nous avoir accordé la santé, le courage et la force d'aller jusqu'au bout de mon travail.

Je remercie **Pr. FIKRI BENBRAHIM Kawtar** pour l'honneur qu'elle m'a fait de m'encadrer et de diriger ce travail ainsi que de m'avoir donné de précieux conseils

J'aimerais également exprimer mes remerciements au **Pr. BAHAFID Wifak et au Pr. SQALLI.H.HAKIMA** d'avoir accepté d'examiner et de juger ce travail.

J'adresse mes remerciements à Pr AARAB Lotfi le chef de filière BHSA

Je tiens à exprimer mes vifs remerciements au responsable de laboratoire CHERGUI Mr. KAJJOUA Otman et aussi au personnel du laboratoire de m'avoir bien accueillie et guidée tout au long de mon stage.

Enfin, mes remerciements s'adressent à toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Liste d'abréviation

L'ISO : l'organisation internationale de la normalisation.

La MG : la matière grasse.

La MST : la matière sèche totale.

FMAT : la flore mésophile aérobie totale.

YGC : milieu gélosé à l'extrait de levure et au chloramphenicol.

PCA : Plate-Count agar.

DL : milieu gélosé au lactose et au désoxycholate.

NM : la norme marocaine.

RESUME

Ce travail est réalisé au sein du laboratoire d'analyses de la société laitière CHERGUI du site Oued Nja, et a pour objectif de comparer les normes anciennes avec les normes actuelles qui sont achetées et appliquées par la société, et de faire la mise à jour de ces paramètres physico-chimiques et microbiologiques (la teneur en matière grasse (MG), la teneur en matière sèche (MST), la teneur en eau, l'acidité titrable, le dénombrement des microorganismes...) en se basant sur les normes actuelles.

Alors, après avoir comparé les normes anciennes avec les normes actuelles pour chaque paramètre, on a modifié les paramètres des anciennes normes par les paramètres des normes actuelles. Ainsi, il s'est avéré par exemple que la détermination de la MST du lait fermenté de la norme ancienne diffère totalement de la nouvelle norme au niveau du mode opératoire, comme pour la détermination de la teneur en MG du beurre qui a complètement changée au niveau du mode opératoire et même de la lecture des résultats (calcul).

De plus, si un paramètre dans la norme actuelle ne trouve pas dans les instructions du poste, on doit l'introduire dans une nouvelle instruction du poste comme le cas pour la détermination de la teneur en eau du beurre et de la poudre de lait.

Donc, on tient de recommander qu'après chaque période, le laboratoire doit avoir des nouvelles normes des différents paramètres pour mettre à jour les méthodes et les techniques de travail pour les analyses du lait et des produits laitiers.

Mots clés : paramètres physico-chimiques, paramètres microbiologiques, lait et produits laitiers (fromage, la crème, yaourt...).

SOMMAIRE

Introduction.....	1
Partie1 : Revue Bibliographique.....	2
I. Généralités sur le lait.....	2
1- Définition.....	2
2- Composition.....	2
3- Les produits laitiers.....	2
4- Les analyses physico-chimiques.....	3
5- Les analyses sensorielles.....	4
6- Les analyses microbiologiques.....	4
II. Présentation de la société.....	5
A. Domaine agricole.....	5
B. Domaine Douiet.....	5
C. Usine Oued Nja.....	6
Partie2 : Matériels et Méthodes.....	8
I. Les analyses physico-chimiques.....	8
1. La détermination de la teneur en MG.....	8
1.1 Le lait entier, lait partiellement écrémé, les yaourts.....	8
1.2 Les fromages.....	8
1.2 La crème fraiche.....	9
1.3 Le beurre.....	9
1.4 Le lait écrémé.....	10
2. La détermination de la teneur en MST.....	10
2.1 Le lait fermenté et crème glacée.....	10
2.2 Le beurre.....	11
3. L'acidité titrable.....	12
II. Les analyses microbiologiques.....	12
1- Le dénombrement des coliformes.....	12
2- Le dénombrement des FMAT.....	13
3- Le dénombrement des levures et moisissures.....	14
Partie 3 : Résultats et Discussions.....	15
I. Résultats des analyses physico-chimiques.....	15
1- La détermination de la teneur en MG.....	15
1.1 lait entier, lait partiellement écrémé, yaourts.....	15
1.2 fromages.....	15
1.3 crème fraiche.....	15
1.4 lait écrémé.....	16
1.5 beurre.....	17
2- La détermination de la teneur en eau.....	18
3- La détermination de la teneur en MST.....	19
3.1. Lait fermenté.....	19
3.2. Crème glacée et glace au lait.....	20
3.3. Beurre.....	21
4- L'acidité titrable.....	22
II. Résultats des analyses microbiologiques.....	23
1- Le dénombrement des coliformes.....	23
2- Le dénombrement des FMAT.....	23
3- Le dénombrement des levures et moisissures.....	23
Conclusion générale.....	24

INTRODUCTION

La normalisation est utilisée dans le domaine industriel, pour désigner le processus permettant d'élaborer une norme à partir des usages et meilleures pratiques, dans le domaine industriel.

La normalisation a pour objet de fournir des documents de référence comportant des solutions à des problèmes techniques concernant les produits.

Une norme est un texte établi par un organisme reconnu, qui fournit des règles, des lignes directrices ou des caractéristiques pour des produits ou des procédés, et dont le respect est obligatoire ou volontaire.

En principe, l'utilisation d'une norme est un acte facultatif, cependant pour des raisons de sécurité ou d'hygiène, de lutte contre la fraude et de rationalisation des échanges, certaines normes peuvent être rendues obligatoires par arrêté, au stade de la fabrication, de l'importation et de la mise sur le marché.

L'ISO est une norme internationale dont l'objet est de faciliter la coordination et l'unification internationales des normes industrielles. (*pratique des normes en microbiologie alimentaire*).

Les normes à chaque période ont eu une mise à jour par des nouvelles techniques et si nécessaire par nouveaux matériels pour avoir un travail parfait et des résultats exactes.

Les normes d'analyses sont établies pour la rédaction des réglementations techniques qui contient les caractéristiques d'un produit ou ses procédés de production, et pour des usages communs et répétés, des règles, des lignes directrices ou des caractéristiques, pour des activités (MG, MST, pH,...) et leurs résultats (*pratique des normes en microbiologie alimentaire*).

Dans le contexte, ce travail est conduit dans le but de vérifier les normes actuelles qui sont achetées par la société CHERGUI et les comparer avec les anciennes normes utilisés par la société, ainsi que de faire une mise à jour des instructions de poste (un registre qui contient les techniques d'analyses du lait et des produits laitiers des anciennes normes) pour des normes achetées actuellement par la société.

Dans la première partie du revue bibliographique compose des généralités sur le lait (composition, les types...) et les analyses (physico-chimiques, sensorielles, et microbiologiques) qui sont faites sur le lait et les dérivés laitiers.

Dans la deuxième partie du matériels et méthodes, contient les procédés des anciennes normes pour la détermination de la MG, la MST, l'acidité titrable et aussi pour les analyses microbiologiques (dénombrement des coliformes, FMAT, levures et moisissures).

Dans la troisième partie des résultats et discussion comporte la comparaison des normes anciennes et actuelles pour les mêmes analyses de la 2^{ème} partie et le procédé de travail dépend de la norme actuelle pour les paramètres qui ont un changement.

PRESENTATION DE LA SOCIETE

I. Les domaines agricoles

Les Domaines Agricoles, anciennement appelées Domaines Royaux, est une société privée, créée en 1960 et présente sur l'ensemble des régions agricoles du Maroc avec de nombreux sites de production. Les Domaines constituent un des principaux producteurs - exportateurs de fruits et légumes au Maroc.

II. Domaine Douiet

Ce site fournit la fameuse gamme des produits laitiers « Chergui ».

A. Secteurs d'activités

Le Domaine Douiet œuvre dans plusieurs activités, qui sont :

- ✚ **Activités agricoles** : qui regroupent la production laitière (élevage des bovins et caprins laitiers), la production d'aliments (fourrages et céréales) et la production horticole (maraîchage, arboriculture, vigne et floriculture).
- ✚ **Activités agro-industrielles** : il s'agit de la transformation laitière, la conservation des fruits et le conditionnement des fruits et légumes.
- ✚ **Activités commerciales** : le domaine commercialise ses produits laitiers et horticoles à travers le service de distributions directe et indirecte installé à Casablanca.
- ✚ **Secteur contrôle qualité \ recherche et développement (CQ\RD)** : a pour mission la contribution à l'amélioration continue de la qualité des produits du domaine.

B. Filières d'activités

✚ **Filière élevage et culture:**

Le secteur élevage a deux activités principales : l'élevage des bovins (jeunes bovins, vache laitière, génisses) et des caprins (chèvres).

✚ **Filière des produits laitiers**

La production se fait au niveau de deux usines :

- ✓ **Usine de Douiet** (créée en 1997) avec une unité de transformation du lait spécialisée dans la fabrication des fromages, beurres ;
- ✓ **Usine de Oued NJA** (créée en 2010) d'une capacité journalière de 100.000 L de lait; destinée à la production du lait, crème fraîche, yaourt et jus de fruits à base du lait.

✚ **Filière horticulture**

Le secteur a quatre activités principales

- ✓ Production maraîchère (divers légumes) ;
- ✓ Arboriculture (pêche, vigne,...) ;
- ✓ Floriculture, Céréalière ;
- ✓ Fourragère, Sériciculture.

III. Usine Oued Nja

Il est constituée de :

- ✚ **Service laboratoire** : composé d'un laboratoire d'autocontrôle microbiologique et physico-chimique pour le contrôle de qualité des produits tout au long de la chaîne de production.
- ✚ **Service maintenance** : chargé de toutes les réparations au sein de l'usine afin d'assurer le bon déroulement de la production ainsi que le bon fonctionnement des équipements,
- ✓ **Un magasin** : pour le stockage des matières premières : lait en poudre, arômes, fruits, cartons....
- ✓ **une salle d'extrusion** : pour la fabrication des bouteilles.
- ✓ **Une salle de reconstitutions** : pour la préparation des mix et l'ajout des additionneurs,
- ✓ **Une salle de process** : elle inclue les cuves de stockage, de maturation et tampon, les autoclaves et les écrémeuses,
- ✓ **une salle de conditionnement** : pour la transformation du lait, composée de trois lignes de production d'une capacité de 60.000 litres/jour :
 - **ligne carton** : Lait pasteurisé (entier et écrémé) et Leben (nature, raïb aromatisé et beldi),
 - **ligne yaourt** : Yaourt ferme : (nature, chèvre et aromatisé), Yaourt brassé fruité et Yaourt crémeux (aromatisé),
 - **ligne bouteille** : Jus de fruits lacté et yaourt à boire fruité (vanille, fraise, avocat, pêche et amande).
- ✓ **Des chambres chaudes** pour la maturation des produits,
- ✓ **Des chambres froides** pour le stockage des produits finis, ...

❖ Procédé de fabrication

a. Réception du lait :

Il est contrôlé par diverses analyses (la mesure de pH et test d'ébullition) afin d'en vérifier la qualité et la température du lait dans la réception.

b. Stockage du lait cru :

Le stock ne doit pas dépasser 48 heures pour éviter la protéolyse et la lipolyse.

c. Thermisation du lait :

La thermisation est un léger chauffage que subit le lait (à 45 °C pendant quelques minutes ou à 75 °C pendant 15 secondes). Le but est d'aseptiser en partie le lait et donc éventuellement détruire certains germes pathogènes.

d. Ecrémage et Standardisation :

La séparation de la matière grasse du lait permet d'obtenir la matière première pour fabriquer de la crème et du beurre.

e. Pasteurisation :

Le chauffage du lait à une température inférieure au point d'ébullition dans un échangeur de chaleur à plaques et pendant un laps de temps suffisant pour détruire tous les types banaux d'origine pathogène et une portion d'organismes non pathogènes, mais susceptibles de provoquer des altérations.

f. Homogénéisateur

Permet la disparition de la couche de crème qui couvrait la surface du lait

g. Ensemencement :

L'ensemencement du lait consiste à ajouter des ferments lactiques au lait pasteurisé et refroidi à la température de fermentation désirée.

h. Conditionnement :

C'est l'emballage a pour but de :

- Permettre une distribution efficace des produits alimentaires ;
- maintenir l'hygiène des produits ;
- protéger les substances nutritives et le goût ;
- réduire la détérioration et le déchet ;

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1- Lait

1-1 Définition

Le lait est le produit intégral de la traite d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée (*Les produits laitiers_MG*).

1-2 Composition

Le lait est un mélange complexe constitué de 90% d'eau (*federated.kb.wisc.edu*), il comporte ;

- Une solution vraie : mélange de sucre, de protéines solubles, de minéraux et de vitamines hydrosolubles (*Lupient, 1998; Vignola, 2002*).
- Une solution colloïdale : composée de protéines (la caséine).
- Une émulsion : constitue la matière grasse.

Ce tableau résume les différents constituants du lait ;

Tableau 1 : composition générale du lait de vache (*Martin, 2000*)

Constituants majeurs	Pourcentage (%)
Eau	87,5
Matière grasse	3,7
Protéines	3,2
Glucides	4,6
Minéraux	0,8

Il contient aussi les enzymes, les vitamines, pigments, gaz, cellules diverses qui sont des constituants mineurs.

1-3 les types du lait

- Le lait entier qui contient au moins 3,5% de matière grasse(MG)
- Lait demi-écrémé contenant au moins 1,5% et au plus 1,8% de MG
- Lait écrémé qui ne contient au maximum que 0,3% de MG (*economie.gouv.fr*)

2- Les produits laitiers

Ce sont des produits fabriqués à base du lait comme : le beurre, la crème, le fromage, la glace, la poudre de lait, et les yaourts dont le processus de fabrication est schématisé dans la figure1.

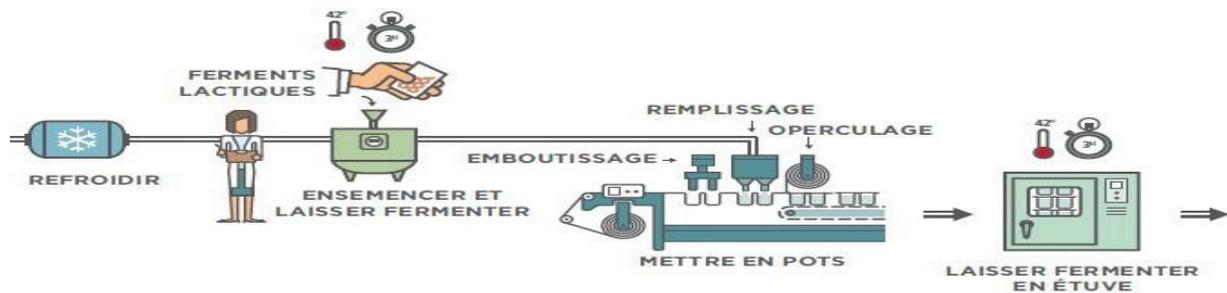


Figure 1 : Fabrication de yaourts fermentés à base du lait

3- Analyses physico-chimiques du lait

Ce sont des mesures obligatoires pour avoir une idée sur la qualité du lait et ses dérivés.

3-1 Mesure du pH

C'est la mesure de l'activité des ions H^+ contenus dans une solution. La mesure du pH renseigne sur l'acidité du lait ; qui est considéré frais si son pH est compris entre 6,4 et 6,8 (Amiot et al, 2002).

3-2 point de congélation

C'est une mesure faite pour vérifier si le lait contient de l'eau et de l'amidon. Il est mesuré par un appareil qui s'appelle « cryoscope », lorsque le point de congélation est inférieur ou supérieur à la valeur -540 mH on peut dire que le lait contient de l'eau.

3-3 Test d'ébullition

Un lait qui n'est pas frais présente une structure de caséines instables. Dès lors, un simple traitement thermique suffit à les précipiter par une coagulation du lait traité (Alais, 1984 et Labioui, 2014).

3-4 Acidité titrable du lait

Elle est basée sur le titrage de l'acide lactique par la soude ((NaOH) 1/9N) en présence de la phénolphthaléine (1%), comme indicateur coloré, qui indique la limite de la neutralisation par changement de couleur. Elle s'exprime soit en pourcentage (%) d'équivalents d'acide lactique, soit en degrés Dornic ($^{\circ}D$) ; $1^{\circ}D$ représente 0,1 g/l d'acide lactique. L'acidité du lait doit être comprise entre 14 et 18 $^{\circ}D$ (Vignola, 2002).

3-5 Teneur en MG

Le principe de détermination de la teneur en MG dans le lait et les dérivées laitières, est basé sur la dégradation des protéines du produit laitier par l'acide sulfurique, puis la séparation de La MG par centrifugation et par l'addition de l'alcool iso-amylque (NM ISO 3728/2011).

3-6 La teneur en matière sèche totale

La matière sèche du lait ou des produits laitiers est le résultat de la dessiccation (l'élimination d'eau) du lait dans les conditions décrites par une norme (Afnor, 1985).

3-7 Mesure de teneur en sucre (degré Brix)

Le degré brix correspond au pourcentage de saccharose d'une solution, mesuré par un réfractomètre qui utilise un faisceau de lumière qui dévie suivant la teneur en sucre du produit

3-8 Test d'amidon

Le test amidon renseigne sur la nature du lait (naturel ou additionné de l'amidon).

4- Analyses sensorielles (Les propriétés organoleptiques)

4-1 Couleur

Le lait est d'une couleur blanche matte porcelaine. Sa richesse en matières grasses lui confère une teinte un peu jaunâtre (Martin, 2000).

4-2 Odeur et saveur

Ces deux caractères sont difficiles à définir, leur appréciation varie généralement selon l'observateur. La saveur douce du lactose, la saveur salée du chlorure de sodium (Martin, 2000).

4-3 la texture

La texture du lait dépend essentiellement de sa teneur en MG. Ainsi plus un lait est riche en lipides et plus il a tendance à être crémeux.

5- Analyse microbiologiques

5-1 Dénombrements des coliformes

C'est une technique par comptage des coliformes qui sont des bactéries qui forment des colonies caractéristiques à 30°C et qui peuvent fermenter le lactose avec production de gaz.

Les coliformes induisent un risque de gonflement précoce dû à la synthèse de CO₂ et d'hydrogène, mais ils induisent également des problèmes d'égouttage (NM 08.0.124).

5-2 Dénombrement de la flore mésophile aérobie totale

L'ensemencement et le dénombrement de la FMAT est se fait sur un milieu solide « PCA », avec une incubation pendant 72h à 30°C (NM ISO/TS 19036).

5-3 Dénombrements des unités formant colonie de levures et moisissures

Ce sont des microorganismes formant des colonies à 25°C dans un milieu sélectif (NM 08.0.149). Les moisissures peuvent entraîner des défauts de flaveur (amertume), de texture.

L'origine de ces incidents n'est pas limitée à la matière première mais est également due à l'environnement de fabrication.

MATERIELS ET METHODES

I. ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

Ces analyses contiennent la MG, la MST, et l'acidité titrable

1. Détermination de la teneur en MG

C'est pour le lait, la crème, lait écrémé, beurre, et fromages

1.1.Principe

Séparation de la matière grasse, formant la phase organique, des autres constituants, formant la phase aqueuse. La séparation, étant favorisée par l'ajout de l'alcool isoamylique, est réalisée par l'acide sulfurique qui est non-miscible avec la phase organique dans un butyromètre.

1.2.Modes opératoires

➤ LAIT ENTIER, LAIT PARTIELLEMENT ÉCREMÉ ET YAOURTS

On homogénéise l'échantillon de lait pour essai et on le maintient à 20°C,

A l'aide d'une pipette, on mesure 10ml±0,2 d'acide sulfurique puis on l'introduit dans le butyromètre,

A l'aide de la seringue, on aspire le lait dans la pipette jusqu'à ce que le niveau du lait soit aligné avec le trait repère,

On met le bout de la pipette à l'intérieur du butyromètre et on laisse le lait s'écouler doucement,

Ensuite, on ajoute 1ml±0,05 de l'alcool amylique dans le butyromètre,

On bouche le butyromètre sans perturber son contenu,

On agite et on retourne le butyromètre doucement jusqu'à dissolution entière, c'est-à-dire jusqu'à ce qu'il n'y ait pas de particules blanches,

On place immédiatement le butyromètre dans la centrifugeuse pendant 5 min,

Après centrifugation, à l'aide du poussoir, on ajuste le bouchon pour amener la matière grasse dans la partie graduée, enfin, on lit directement.

➤ FROMAGES :

On enlève la croûte superficielle formée par les moisissures du fromage,

On fait un broyage pour l'échantillon, puis on le mélange,

On pèse environ 3g ± 0.005 g de l'échantillon et on l'introduit dans un godet de fromage,

On ferme le col inférieur du butyromètre par le godet contenant la prise d'essai,

On ajoute l'acide sulfurique par l'extrémité supérieure jusqu'à ce que le niveau d'acide atteigne une hauteur d'environ les 2/3 de la chambre du butyromètre,

On ferme l'ouverture supérieure du butyromètre,

On place le butyromètre pendant 5 min dans un bain d'eau à 65°C ±2°C,

On le retire du bain marie et on l'agite énergiquement pendant 10s,

On répète les opérations de chauffage et d'agitation jusqu'à dissolution complète des protéines,
Puis, on retire le butyromètre du bain d'eau,
On ajoute 1ml d'alcool iso- amylique,
On agite à nouveau au moins 3s,
On ajoute de l'acide sulfurique jusqu'au trait –repère 35% de l'échelle,
On agite énergiquement pendant 10s,
On place le butyromètre pendant 5 min dans le bain d'eau,
On le retire et on le met dans la centrifugeuse pendant 10min,
On replace le butyromètre pendant 5 min dans le bain d'eau,
On note le trait repère (A) coïncidant avec l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse,
On note le trait repère (B) coïncidant avec le point le plus bas du ménisque inférieur de la colonne de matière grasse.

➤ **CREME FRAICHE**

On place le flacon contenant la crème dans un bain d'eau réglé à 40°C,
On agite bien le pot de l'échantillon,
On pèse 5 g de l'échantillon dans un godet de la crème fraîche,
On ferme le col inférieur du butyromètre par le godet contenant prise d'essai,
Ensuite, on introduit 10ml d'acide sulfurique
Et, on ajoute 1 ml d'alcool iso amylique,
A l'aide d'une pipette, on ajoute 6,5ml d'eau et on bouche la partie supérieure du butyromètre,
On agite avec un retournement du butyromètre jusqu'à dissolution complète,
On place le butyromètre dans la centrifugeuse pendant 5min,
Finalement, on lit directement les résultats.

➤ **BEURRE**

On pèse 5 g de l'échantillon dans le godet,
Et, on introduit l'acide sulfurique ($d=1.52$), par l'ouverture supérieure du butyromètre jusqu'au dessus du bord du récipient,
Après l'avoir fermé, on agite le butyromètre énergiquement jusqu'à dissolution des protéines et on le place dans un bain marie 70°C,
On ajoute de l'acide sulfurique jusqu'au début de l'échelle,
Puis, on mesure 1 ml d'alcool iso amylique,
On agite le butyromètre fermé et on le met dans bain marie 70°C pendant 5min,
Puis, on le met dans la centrifugeuse pendant 5min,
On note le trait repère (A) coïncidant avec l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse,

On note le trait repère (B) coïncidant avec le point le plus bas du ménisque inférieur de la colonne de matière grasse.

➤ **LAIT ÉCREMÉ**

On homogénéise bien l'échantillon de lait pour essai et on le maintient à 20°C,
A l'aide d'une pipette, on mesure 10ml±0,2 de l'acide sulfurique et on l'introduit dans le butyromètre,
A l'aide de la seringue, on ajoute 11ml du lait,
On met le bout de la pipette à l'intérieur du butyromètre et on laisse le lait s'écouler doucement. Puis on ajoute 1ml d'alcool iso-amylque,
On bouche le butyromètre sans perturber son contenu,
On agite et on retourne le butyromètre doucement jusqu'à dissolution entière et on centrifuge,
On retire le butyromètre de la centrifugeuse et on ajuste, à l'aide du poussoir, le bouchon pour amener la colonne de matière grasse dans la partie graduée et on lit directement.

1.3.Lecture des résultats.

✓ **Lait, fromages, crème, et beurre**

La teneur en matière grasse, exprimée en g/100g du produit, correspond à la différence des graduations entre B et A dans le butyromètre :

B-A

B : est la valeur lue à l'extrémité supérieure de la colonne de matière grasse

A : est la valeur lue à l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse

✓ **Lait écrémé**

La teneur en matière grasse, exprimée en g/100g, du lait est calculée comme suit :

$$0,973(B-A) + 0,0665$$

2. Détermination de la teneur en MST

2.1. Principe :

LAIT FERMENTE ET LA CREME GLACEE

Dessiccation par évaporation de l'eau de la prise d'essai dans une étuve à la température de 103°C±2°, et pesée du résidu.

BEURRE

Séchage d'une masse connue de beurre à 140 ±2°C et détermination de la perte de masse par pesée.

2.2. Mode opératoire :

➤ LAIT FERMENTE ET LA CREME GLACEE

On tare la capsule sèche à 0,1mg,

A l'aide d'une balance, on mesure 5g de l'échantillon et on place dans la capsule.

On met la capsule contenant l'échantillon dans l'étuve réglée à $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 3h

On laisse refroidir la capsule dans l'étuve.

On effectue au moins deux déterminations sur le même échantillon préparé.

➤ BEURRE

On chauffe l'échantillon pour essai dans le récipient d'origine jusqu'à une température à laquelle il sera suffisamment ramolli pour devenir facilement homogène.

On sèche une capsule dans l'étuve, et on la maintient à 102°C , durant au moins 1H.

On laisse refroidir la capsule à température ambiante et on la pèse à 0,1mg.

On pèse à $\pm 1\text{mg}$ près, entre 5g et 10g d'échantillon pour essai et on l'introduit dans la capsule.

On chauffe la capsule et son contenu sous agitation continue, jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de mousse et que celle existante retombe, puis on poursuit jusqu'à l'obtention d'une coloration en brun clair ou ocre jaune de la matière sèche non grasse. La température de chauffage doit être comprise entre 140°C et 160°C pour garantir l'évaporation de toute humidité. En général le temps de chauffage ne doit pas excéder 20min.

On laisse refroidir la capsule à température ambiante ; 15min et on la pèse à 1mg.

2.3. Lecture des résultats.

LAIT FERMENTE ET LA CREME GLACEE

La matière sèche, exprimée en pourcentage de masse, est égale à :

$$[\frac{(M_2 - M_0)}{(M_1 - M_0)} * 100]:$$

M_0 : est la masse, en gramme, de la capsule vide,

M_1 : est la masse, en gramme, de la capsule et la prise d'essai avant séchage

M_2 : est la masse, en gramme, de la capsule et de la prise d'essai sèche.

BEURRE

Mode de calcul de la matière sèche :

$$[100 - \frac{(M_1 - M_2)}{(M_1 - M_0)}] * 100\%$$

M_0 : est la masse, en gramme, de la capsule vide.

M_1 : est la masse, en gramme, de la capsule et de la prise d'essai avant séchage.

M_2 : est la masse, en gramme, de la capsule et de la prise d'essai après séchage.

3. L'acidité titrable du lait fermenté

3.1. Principe :

On procède au titrage potentiométrique jusqu'à un pH de 8,30 à l'aide d'une solution normalisée d'hydroxyde de sodium.

3.2. Mode opératoire :

- On pèse, dans un bécher environ $10g \pm 10mg$ de l'échantillon,
- On ajoute environ 10ml d'eau et on le mélange bien,
- On plonge l'électrode du pH-mètre dans le bécher et on vérifie qu'il soit bien immergée,
- A l'aide d'une solution de NaOH 0,1N, on fait un titrage du contenu du bécher tout en mélangeant jusqu'au pH de 8,3,
- On note le volume de NaOH versé.

3.3. Lecture des résultats

L'acidité titrable, en gramme d'acide lactique par 100g de produit, est égale à :

$$a = (V \times 0,9) / m$$

- m : la masse, en gramme, de la prise d'essai,
- v : le volume, en millilitre, de NaOH versée,
- 0,9 : le facteur de conversion pour l'acide lactique,

II. ANALYSES MICROBIOLOGIQUES

1. Dénombrement des coliformes

1.1. Principe

Ensemencement en profondeur du milieu gélosé au lactose et au désoxycholate (DL), coulé dans une boîte de Pétri avec une quantité déterminée de l'échantillon pour essai si le produit à examiner est liquide, ou avec une quantité déterminée de la suspension-mère dans le cas d'autres produits. Recouvrement avec une couche du même milieu.

Incubation des boîtes à 30°C pour les coliformes totaux, et à 44°C pour les coliformes fécaux.

Dénombrement des colonies caractéristiques développées sur la boîte de Pétri.

1.2. Préparation des milieux de culture.

On pèse soigneusement 45g du milieu DL déshydraté et on l'ajoute progressivement à 1L d'eau déminéralisée.

On porte à l'ébullition le mélange tout en agitant d'une façon continue afin d'assurer la liquéfaction du milieu de culture.

Après refroidissement, on ajuste le pH du milieu de telle sorte qu'il soit $7,3 \pm 0,2$. L'ajustement peut être fait avec une solution de NaOH 1M ou avec une solution de HCl 1M.

On sépare le milieu dans des bouteilles appropriées, puis on les met dans un bain mari réglé à $85^\circ C \pm 1$ pendant 10min.

1.3. Mode opératoire

On prend les échantillons à analyser, si nécessaire, on prépare les dilutions décimales, à partir de ces échantillons,

A l'aide d'une pipette stérile, on transfère 1 ml de la suspension-mère et de ses dilutions, si nécessaire, dans des boîtes de Pétri.

On verse dans chacune des boîtes de Pétri 12 ml du milieu gélosé au désoxycholate, préalablement maintenu à 46°C, ou d'un autre milieu sélectif pour les coliformes.

On mélange soigneusement l'inoculum au milieu et on laisse se solidifier en posant les boîtes sur une surface froide et horizontale.

Après solidification complète on coule, à la surface du gel formé, environ 4 ml du même milieu afin de protéger la surface et éviter le développement d'autres germes puis on laisse se solidifier.

On retourne les boîtes et on les place à l'étuve à 30°C±1°C pour la recherche des coliformes totaux et à 44°C±1°C pour le dénombrement des coliformes fécaux. La durée d'incubation varie entre 18 et 24H pour les coliformes totaux et entre 24 et 48H pour les coliformes thermotolérants.

1.4. Lecture des résultats :

Les colonies relatives aux coliformes sont caractérisées par une coloration rougeâtre, On retient les boîtes de Pétri contenant un nombre de colonie compris entre 10 et 150, On procède au comptage des colonies caractéristiques des coliformes,

2. Dénombrement de la FMAT :

2.1. Principe

Dénombrement de la flore mésophile aérobie totale dans un milieu nutritif non sélectif (PCA) à 30°C pendant 72h et révélation des colonies de tailles et de formes différentes.

2.2. Préparation du milieu de culture

On pèse soigneusement 21,5g du milieu PCA déshydraté et on l'ajoute progressivement à 1L d'eau déminéralisée,

On chauffe le mélange tout en agitant d'une façon continue afin d'assurer la liquéfaction du milieu de culture,

On ajuste le pH du milieu de telle sorte qu'il soit 7,0±0,2. L'ajustement peut être fait avec une solution de NaOH 1M ou avec une solution de HCl 1M,

On sépare le mélange dans des bouteilles de 250ml, on les stérilise à l'autoclave (121°C pendant 15min),

2.3. Mode opératoire

A l'aide d'une pipette stérile, on transfère dans la boîte de Pétri 1ml de l'échantillon pour essai si le produit est liquide, ou 1ml de la suspension mère dans le cas d'autres produits,

On prend une autre boîte de Pétri stérile. A l'aide d'une nouvelle pipette stérile, on transfère dans la boîte 1ml de la première dilution, éventuellement préparée, de l'échantillon pour essai,

Et, on recommence, si nécessaire, ces opérations avec les autres dilutions.

Puis, on coule dans chacune des boîtes de Pétri de 12 à 15ml du milieu PCA préalablement maintenu à $47^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$,

On mélange soigneusement l'inoculum au milieu et on laisse se solidifier en posant les boîtes sur une surface horizontale,

Après solidification complète, on coule à la surface du milieuensemencé, environ 4 ml de gélose blanche, sinon on prend toutes les précautions pour ne pas avoir un envahissement par les espèces de *Proteus* à la surface. On laisse se solidifier,

On retourne les boîtes et on les place à l'étuve à $30^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, pendant $72\pm 3\text{h}$.

2.4. Lecture des résultats

On sélectionne les boîtes contenant moins de 300 colonies,

Et, on compte toutes les colonies qui ont poussé dans les boîtes,

3. Dénombrement des levures et des moisissures

3.1. Principe

Dénombrement des levures et moisissures qui sont des micro-organismes formants des colonies à 25°C dans un milieu sélectif (YGC).

3.2. Préparation des milieux de culture

On pèse soigneusement 40g du milieu YGC déshydraté et on l'ajoute progressivement à 1L d'eau déminéralisée.

On chauffe le mélange tout en agitant d'une façon continue afin d'assurer la liquéfaction du milieu de culture.

Puis, On ajuste le pH du milieu de telle sorte qu'il soit $6,6\pm 0,2$. L'ajustement peut être fait avec une solution de NaOH 1M ou avec une solution de HCl 1M.

Enfin, on sépare le mélange dans des bouteilles de 250ml, et on les stérilise à l'autoclave (121°C pendant 15min).

3.3. Mode opératoire

On prépare la suspension mère et les dilutions de 10^{-1} jusqu'à 10^{-3} selon le produit à analyser.

A l'aide des pipettes stériles, on transfère 1 ml de la suspension-mère et de ses dilutions dans les boîtes de Pétri.

On verse dans les boîtes de pétri environ 15 ml du milieu gélosé à l'extrait de levure et au chloramphénicol, préalablement fondu et maintenu entre 44°C et 47°C .

On mélange soigneusement l'inoculum au milieu et on laisse se solidifier en posant les boîtes sur une surface horizontale et froide.

Après solidification complète, on coule à la surface du milieuensemencé, environ 4 ml du même milieu puis on laisse se solidifier.

On place les boîtes préparées dans une étuve réglée à $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ pendant 5 Jours.

Si un envahissement rapide des boîtes est observé, on procède à une lecture avant 5 jours.

3.4. Lecture des résultats

On dénombre les colonies sur les boîtes en excluant les colonies bactériennes qui peuvent s'y être développées.

On ne retient que les boîtes contenant moins de 150 thalles ou levure au niveau de deux dilutions successives.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

I. Résultats des analyses physico-chimiques

1. Détermination de la teneur en MG

Les normes actuelles ont le même principe par rapport aux normes anciennes pour la détermination de la teneur en MG.

1.1. LAIT ENTIER, LAIT PARTIELLEMENT ÈCREMÈ ET LES YAOURTS (NM ISO 3728/2011)

❖ Comparaison de la nouvelle norme avec l'ancienne norme :

Le mode opératoire de la norme actuelle est presque le même que la norme ancienne, avec une petite modification, qui consiste au fait qu'après centrifugation, on met le butyromètre dans le bain d'eau durant 3min et pas plus de 10 min à 65°C, puis on lit directement.

❖ Lecture des résultats

L'expression de la teneur en MG est la même, il n'y a pas de différence.

1.2. FROMAGES (NM ISO 3433/2010)

Le mode opératoire et la lecture des résultats de la norme actuelle sont les mêmes que la norme ancienne, il n'y a pas de différence.

1.3. CREME FRAICHE (NM 08.4.048/2008)

Le mode opératoire pour l'analyse de la crème fraîche avec la nouvelle norme diffère de la norme ancienne juste dans quelques étapes, et pas dans tout le mode opératoire, c'est-à-dire que le flacon contenant l'échantillon après avoir placé dans le bain d'eau à 40°C et l'avoir agité, on a ajouté quatre étapes par rapport à l'ancienne norme qui sont :

- ✚ L'ouverture du flacon et le transvasement de la crème dans un bécher dont le volume est 2/3 supérieur à celui d'échantillon, et le placer dans un bain d'eau réglé entre 30°C et 40°C,
- ✚ Le transfert d'un peu de crème du bécher dans le flacon de réception,
- ✚ Le bouchage du flacon et le mélange du contenu, puis le transvasement de la crème dans le bécher et le homogénéiser,
- ✚ Le refroidissement du bécher de 20°C--à- 25°C

Et juste avant de lire le résultat, la nouvelle norme impose de placer le butyromètre dans le bain marie entre 30°C et 50°C pendant 5min.

La lecture des résultats est la même que celle de la norme qui mise à jour.

❖ Application

L'analyse de la MG pour la crème fraîche, en se basant sur la norme actuelle, a donné un bon résultat puisque qu'il y a une séparation claire de la MG dans le butyromètre (Figure 2).

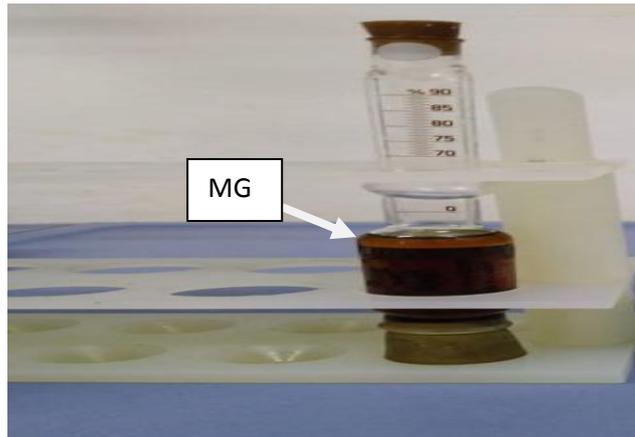


Figure2 : La séparation de la MG du crème fraîche dans le butyromètre.

1.4. LE LAIT ÉCREMÉ (NM 08.4.223/2008)

❖ Comparaison de la nouvelle norme avec l'ancienne norme

La différence existe dans la mesure des réactifs et des produits à analyser (les réactifs et les produits sont doublés) par exemple au lieu d'utiliser 10ml d'acide sulfurique, on utilise 20ml d'il et ainsi de suit pour les autres mesures, et après centrifugation, la nouvelle norme impose de placer le butyromètre dans le bain marie 65°C pendant 5min, puis on lit directement le résultat.

Et pour l'expression des résultats est la même sans changement, le même calcul.

❖ Application

Pour la pratique, on a utilisée un butyromètre du lait écrémé à double volume pour déterminer la MG, puisqu'elle est très faible dans le lait écrémé (0%, 0,1%), c'est pour ça qu'on applique un double mesurage.

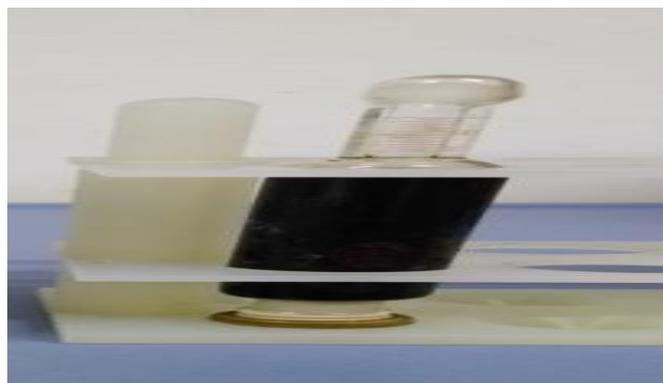


Figure 3: la séparation de la MG du lait écrémé dans le butyromètre à double volume (absence de MG).

1.5. LE BEURRE (NM ISO 8851-3/2007)

❖ Comparaison de la nouvelle norme avec la norme ancienne

Il existe deux méthodes la première est la même que la norme ancienne, et la deuxième correspond à la norme actuelle qui est basée sur deux nouvelles normes :

NM ISO 8851-1 Beurre _ détermination de la teneur en eau

NM ISO 8851-2 Beurre_ détermination de la teneur en matière sèche non grasse

❖ Lecture des résultats

Le calcul de la teneur en MG Wf dans la nouvelle norme, est exprimé en pourcentage ;

$$Wf = 100\% - (Wm + Ws) \%$$

D'où

Wf est la teneur en MG de l'échantillon pour essai,

Wm est la teneur en eau de l'échantillon pour essai,

Ws est la teneur en matière sèche non grasse de l'échantillon.

❖ Application

Cette analyse n'a pas été réalisée au cours de ce stage, car dans la norme de la détermination de la teneur en matière sèche non grasse du beurre est basée sur l'extraction de la MG par l'éther de pétrole, et le laboratoire manque de ce produit chimique.

2. Détermination de la teneur en eau du beurre (NM ISO 8851-1/2007)

La détermination de la teneur en eau du beurre est une norme actuelle, elle ne trouve pas dans les instructions de poste, et on la met dans une nouvelle instruction de poste dont leur principe, mode opératoire et lecture de résultats sont les suivants :

❖ Principe.

Chauffage d'une masse connue de beurre dans des conditions contrôlées dans un bécher ouvert pour faire évaporer les constituants volatiles.

❖ Mode opératoire.

On chauffe l'échantillon pour essai dans le récipient d'origine jusqu'à une température à laquelle il sera suffisamment ramolli pour devenir facilement homogène.

On refroidit l'échantillon et on le mélange jusqu'à refroidissement complet.

On sèche un bécher vide dans l'étuve, maintenue à 102°C, durant au moins 1H.

On laisse refroidir le bécher à température ambiante pendant 15min et on la pèse,

On pèse à ± 1 mg près, entre 5g et 10g d'échantillon pour essai et on l'introduit dans le bécher.

On chauffe le bécher et son contenu sous agitation continue, jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de mousse et que celle existante retombe, puis on poursuit jusqu'à l'obtention d'une coloration en brun clair ou ocre jaune de la matière sèche non grasse. La température de chauffage doit être comprise entre 140°C et 160°C pour garantir l'évaporation de toute humidité. En général le temps de chauffage ne doit pas excéder 20min.

On laisse refroidir le bécher sur la plaque et on la pèse à 1mg.

❖ Lecture des résultats

Mode de calcul de la teneur en eau de l'échantillon, exprimé en pourcentage en masse :

$$\frac{(M_1 - M_2)}{(M_1 - M_0)} \times 100\%$$

M_0 : est la masse, en gramme, du bécher vide.

M_1 : est la masse, en gramme, du bécher et de la prise d'essai avant chauffage.

M_2 : est la masse, en gramme, du bécher et de la prise d'essai après chauffage.

❖ Application

Le mode opératoire de la norme actuelle a donné de bons résultats (13%).

L'utilisation du beurre beldi avec une masse de 8,4g, la masse du bécher vide est de 46g, la masse du bécher et de la prise d'essai avant chauffage est égale à 54,4g, et la masse du bécher et de la prise d'essai après chauffage est égale à 61,5g.

Donc, après l'utilisation de la relation de la nouvelle norme, on trouve 13% de la teneur en eau du beurre. La figure ci-dessous montre la coloration du beurre avant et après chauffage.

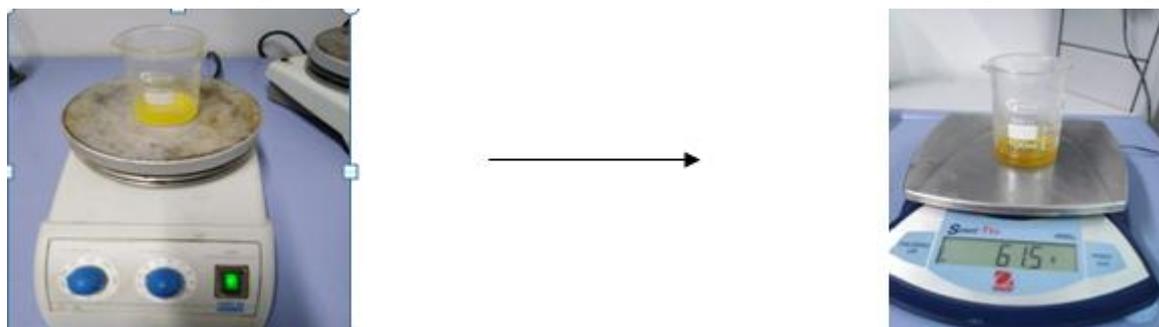


Figure 4 : coloration et pesée du beurre après chauffage

3. Détermination de la teneur en MST

3.1. LAIT FERMENTÉ (NM 08.4.228/2008)

La détermination de la teneur en MST du lait fermenté selon la norme actuelle diffère totalement de celle de la norme ancienne, même pour l'expression des résultats, donc on la modifie complètement dans l'instruction de poste.

❖ Principe

Evaporation de l'eau de la prise d'essai dans une étuve à une température de $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, en présence d'oxyde de fer.

Détermination de la teneur en acide lactique afin de compenser la perte d'eau provoquée par la neutralisation par l'oxyde de zinc.

❖ Mode opératoire

Préparation d'échantillon pour essai

le lait fermenté nature, aromatisé, et sucré ; est amené à une température de 20-25°C. puis mélangé, en effectuant un mouvement de rotation.

Le lait fermenté aux fruits ; est amené à 20-25°C, et on homogénéisé afin de le broyer et disperser les fruits.

Mode opératoire

On chauffe une capsule contenant 2g d'oxyde de zinc avec son couvercle et le bâtonnet en verre (il est posé sur le couvercle) pendant 1h.

On place le couvercle surmonté du bâtonnet sur la capsule, et on les met dans le dessiccateur. On la laisse refroidir à une température ambiante au moins 45min, puis on la pèse à 0.1mg,

On incline la capsule, et on place 1g de l'échantillon dans l'espace libre, on remet le couvercle sur la capsule, et on pose le bâtonnet sur le couvercle et on les pèse à 0.1mg

On ajoute à la prise d'essai 5ml d'eau, on mélange et on étalonne le mélange sur le fond de la capsule(on laisse le bâtonnet dans le mélange)

On chauffe la capsule sur le bain de vapeur pendant 30min, avec agitation pour avoir une évaporation maximale du liquide,

On sort la capsule du bain de vapeur et on doit essuyer sa base, et on place la capsule (avec le bâtonnet et le couvercle) dans l'étuve pendant 3h, puis on couvre la capsule de son couvercle et on la porte dans le dessiccateur,

On laisse refroidir la capsule et son contenu dans le dessiccateur à une température ambiante pendant au moins 45min puis on la pèse à 0.1mg

On chauffe la capsule et son contenu, avec le couvercle pendant 1h, puis on couvre la capsule de son couvercle et on la porte dans le dessiccateur. On laisse refroidir la capsule et son contenu dans le dessiccateur à une température ambiante pendant au moins 45min puis on pèse à 0.1mg

On répète l'étape précédente jusqu'à ce que la différence de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 1mg, et on note la masse la plus faible,

Finalement, on détermine l'acidité titrable de la prise d'essai, en se basant sur la NM ISO/TS 11869 pour avoir la teneur en acide lactique.

❖ Lecture des résultats

La matière sèche, exprimée en pourcentage de masse, est égale à :

$$[\frac{(M_2 - M_0)}{(M_1 - M_0)} * 100] + 0.1a$$

Où :

M_0 : masse, en gramme, de la capsule (contenant l'oxyde de zinc), du couvercle et du bâtonnet

M_1 : masse, en gramme, de la capsule (contenant l'oxyde de zinc), du couvercle et du bâtonnet et la prise d'essai avant séchage

M_2 : masse, en gramme, de la capsule (contenant l'oxyde de zinc), du couvercle et du bâtonnet et la prise d'essai sèche.

a : masse, en gramme, d'acide lactique en 0.01g/100g.

❖ Application

L'analyse n'a pas été faite parce qu'il n'y a pas d'oxyde de zinc ni d'oxyde de fer dans le laboratoire.

3.2. CREME GLACEE ET GLACE AU LAIT (NM ISO 3728/20010)

La détermination de la teneur en MST de la crème glacée est changée complètement par rapport à la norme ancienne, même pour la lecture des résultats.

❖ Principe

Séchage à 102°C, jusqu'à masse constante, d'une quantité connue de l'échantillon, diluée avec de l'eau puis mélangée avec du sable, suivi d'une pesée pour déterminer la masse du résidu.

❖ Mode opératoire

On introduit dans la capsule, 25g de sable,

On transfère la capsule, avec son couvercle contenant la baguette à côté de la capsule, dans l'étuve à 102°C durant 2h

Puis, on place le couvercle et la baguette sur la capsule, et on transfère dans le dessiccateur. On la laisse refroidir puis on retire du dessiccateur, et on la pèse à 1mg.

On incline la capsule, puis on introduit dans l'espace libre, 3g à 4g d'échantillon pour essai fondu et on mélange. On pèse à 1mg,

Ensuite, on ajoute 3ml d'eau distillée, on mélange avec la prise d'essai et le sable, on laisse la baguette dans le mélange, puis on dispose la capsule sur le bain d'eau bouillante durant 30min, en agitant dans la première période. et on place la baguette à plat dans la capsule,

On transfère la capsule, avec son couvercle dans l'étuve à 102°C durant 2h,

Et on remet le couvercle sur la capsule et on transfère dans le dessiccateur, on laisse refroidir, puis on la retire du dessiccateur, et on la pèse à 1mg,

On répète le chauffage durant les périodes d'une heure, en refroidissant, et en pesant, jusqu'à ce que la masse de la capsule et son couvercle diminue au plus de 2mg et on note la masse la plus faible.

❖ Lecture des résultats

La matière sèche, exprimée en pourcentage de masse, est égale à :

$$\frac{(M_2 - M_0)}{(M_1 - M_0)} * 100\%$$

M₀ : masse, en gramme, de la capsule (contenant le sable), du couvercle et de la baguette en verre

M₁ : masse, en gramme, de la capsule (contenant le sable), du couvercle et de la baguette et la prise d'essai

M₂ : masse, en gramme, de la capsule (contenant le sable), du couvercle et de la baguette et la prise d'essai après séchage.

❖ Application

Le laboratoire ne contient pas de sable, donc, on ne peut pas faire l'analyse.

3.3. **BEURRE** (NM ISO 8851-2/2007)

La détermination de la MST du beurre de l'ancienne norme est changée totalement lorsqu'on la compare avec la nouvelle norme (principe, mode opératoire et la lecture des résultats).

❖ Principe

Evaporation de l'eau contenue dans une masse connue de beurre. Extraction à l'éther de pétrole de la matière grasse et détermination de la masse des substances résiduelles.

❖ Mode opératoire

On se base sur l'ISO 8851-1 / FIL 191-1 Beurre_ détermination de la teneur en eau.

On enlève le bécher de l'appareil de chauffage, et on ajoute 30ml d'éther de pétrole,

On chauffe le bécher jusqu'à ébullition de l'éther de pétrole, et on le laisse refroidir sur la plaque,

Puis, on ajoute 60ml d'éther de pétrole et on mélange le contenu en faisant tourner le bécher,

On place le bécher sur le support incliné, et on laisse la matière sèche non grasse se décanter,

On transvase l'éther de pétrole pour l'éliminer. On doit essuyer l'extérieur du bécher, en utilisant un mouchoir en papier imprégné d'éther de pétrole propre pour éliminer les traces de la MG,

On répète l'extraction à l'éther de pétrole,

Et on chauffe le bécher et son contenu à une durée comprise entre 10min et 15min, jusqu'à élimination complète du solvant et de l'eau, et jusqu'à déshydratation complète de la matière sèche non grasse,

Ensuite, on ajoute 40ml d'éther de pétrole, et en éliminant les grumeaux de la tige de verre, on bien rince cette tige avec 20ml d'éther de pétrole. Et on mélange le bécher en le faisant tourner.

On place le bécher sur le support incliné, et on laisse la matière sèche non grasse se décanter,

On transvase l'éther de pétrole pour l'éliminer. On doit essuyer l'extérieur du bécher, en utilisant un mouchoir en papier imprégné d'éther de pétrole propre pour éliminer les traces de la MG

On chauffe le bécher et son contenu pendant 10min, jusqu'à déshydratation complète de la matière sèche non grasse,

On refroidie le bécher et son contenu dans un dessiccateur, et on le pèse à 1mg.

❖ Lecture des résultats

Mode de calcul de la matière sèche non grasse de l'échantillon, exprimé en pourcentage en masse par la relation suivante :

$$\frac{(M_1 - M_0)}{(M_2 - M_0)} \times 100\%$$

M_0 : est la masse, en gramme, du bécher vide,

M_1 : est la masse, en gramme, du bécher contenant la matière sèche non grasse.

M_2 : est la masse, en gramme, du bécher et de la prise d'essai.

4. L'acidité titrable

Pour l'acidité titrable, il n'y a pas de changement du mode opératoire entre la norme ancienne et la norme actuelle, il y a juste une petite précision concernant la préparation d'échantillon qui est ajoutée dans la nouvelle norme c'est la suivante :

❖ Préparation d'échantillon pour essai (NM ISO/TS 11869)

➤ Yaourt nature, yaourt aromatisé, yaourt à boire et autres laits fermentés

- l'échantillon est porté à une température de $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,
- puis, il est mélangé soigneusement

➤ Yaourt aux fruits et autres produits laitiers fermentés aux fruits

- l'échantillon est porté à une température de $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,
- ensuite, il est homogénéisé, afin de faciliter le broyage et la dispersion des fruits.

❖ Application

Lorsqu'on a fait l'analyse, on a trouvé des résultats normaux dont le volume versé de NaOH est de 2ml pour 10ml du lait, donc on le multiplie X 10 pour trouver le résultat en °dornic (20° dornic).



Figure 5 : Méthodologie de l'acidité titrable

II. Comparaison des analyses microbiologiques

1) Dénombrement des coliformes (NM ISO 5541-1/2000)

❖ Comparaison de la nouvelle norme avec l'ancienne norme

Dans la norme actuelle, elle n'y a pas d'incubation à 44°C , il existe juste l'incubation à 30°C pendant 24h.

A part ça, pas de changement concernant le milieu de culture et le mode opératoire.

2) Dénombrement de la FMAT (NM ISO 6610/2000)

❖ Comparaison de la nouvelle norme avec l'ancienne norme

La seule différence entre la norme actuelle et ancienne c'est le milieu de culture, Plate-Count agar(PCA) qui a été remplacé par le milieu PCA à la poudre de lait écrémé.

❖ Application

Dans le laboratoire, ce milieu a déjà été utilisé, et des résultats normaux ont été retrouvés entre 50 et 100 colonies.

3) Dénombrement des levures et moisissures (NM ISO 6611/2009)

❖ Comparaison de la nouvelle norme avec l'ancienne norme

Aucun changement entre la norme ancienne et la norme actuelle.

CONCLUSION

Au cours de ce stage, on a travaillé sur les paramètres des normes concernant le lait et les produits laitiers (la MG, la MST, la mesure de pH, la teneur en sucre...) et leur mise à jour.

Cette mise à jour est faite par la comparaison entre les normes anciennes et actuelles qui sont achetées par la société CHERGUI.

Premièrement, on a effectué une analyse des normes anciennes et actuelles, pour voir au niveau de quel paramètre il y a une modification ou bien un changement. Effectivement, on a trouvé des différences au niveau des analyses physico-chimiques. Concernant la MG ; il y a un changement dans le mode opératoire pour l'analyse de la crème fraîche, du lait écrémé, et du beurre. Il en est de même pour la MST, où il existe un changement complet du mode opératoire du lait fermenté, de la crème glacée, et du beurre. Alors que pour l'acidité titrable du lait fermenté, la nouvelle norme contient juste une petite modification, mais le mode opératoire reste le même. De plus, on a créé une nouvelle instruction de poste pour la détermination de la teneur en eau du beurre et de la poudre du lait. Enfin, au niveau des analyses microbiologiques, il n'y a pas de différence concernant le mode opératoire, il existe juste un changement de milieu de culture (PCA à la poudre du lait écrémé) pour le dénombrement des FMAT.

Deuxièmement, on a noté dans les instructions de poste toutes les modifications et les changements qui se trouvent dans les nouvelles normes soit au niveau du principe, du mode opératoire, ou de la lecture des résultats.

Finalement, on a fait la pratique de ces normes actuelles, comme l'application du mode opératoire du lait écrémé et de la crème fraîche pour la détermination de la teneur en MG, et la détermination de la teneur en eau du beurre, et aussi, pour l'acidité titrable du lait fermenté. Mais, pour certains paramètres qui sont modifiés comme la détermination de la MST du beurre, on n'a pas pu faire d'application pratique à cause du manque de certains produits chimiques (l'éther de pétrole, l'oxyde de zinc...) dans le laboratoire.

Ce stage est une expérience inoubliable, et c'est une chance pour découvrir le monde professionnel. Il m'a aidé pour savoir des méthodes et des techniques de travail dans une industrie laitière et aussi, de connaître les analyses qui sont faites pour le lait et les produits laitiers.

REFERENCES

Bibliographie

- Pratique des normes en microbiologie alimentaire, Joseph-Pierre Guiraud, Jean-Philippe Rosec.
- NM ISO 3433/2010 -Fromages-Détermination de la teneur en MG, Méthode Van Gulik.
- NM ISO 3728/ 2011 -Lait- Détermination de la teneur en MG.
- NM 08.4.048/2008 -Crème- détermination de la teneur en MG, méthode Acido butyrométrique.
- NM ISO 8851-3/2007 -Beurre- calcul de la teneur en MG
- NM 08.4.223/2008 -Lait écrémé-Détermination de la teneur en MG, Méthode Acido-butyrométrique.
- NM ISO 8851-2/2007-Beurre-Détermination de la teneur en matière sèche non grasse.
- NM ISO 3728/2010 -Crème glacée et glace au lait- détermination de la teneur en MST
- NM 08.4.228/2008 -Lait fermenté- Détermination de la MST.
- NM ISO 8851-1/2007 –Beurre- Détermination de la teneur en eau.
- NM ISO/TS 11869 –laits fermentés-Détermination de l'acidité titrable, Méthode potentiométrique
- NM ISO 5541-1/2000 –lait et produits laitiers- Dénombrement des coliformes, comptage des colonies à 30°C.
- NM ISO 6610/2000 –Lait et produits laitiers- Dénombrement des unités formant colonie de microorganismes
- NM ISO 6611/2009 – lait et produits laitiers- Dénombrement des unités formant colonie de levures et moisissures, comptage des colonies à 25°C.

Webographie

- <http://www.economie.gouv.fr>
- <http://federated.kb.wisc.edu>
- <http://www.minefe.gouv.fr>
- <http://www.aquaportail.com>