

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Biologiques
Spécialité : Sciences Alimentaires
Option : Production et Transformation Laitière



Réf:.....

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

MASTER

Thème

**Recherche de fraudes dans quelques
échantillons du lait en vrac**

Présenté par :

MAAMERI KENZA ET MAGNANA LILIA

Soutenu le : 01 Juillet 2019

Devant le jury composé de :

Mme BOUALI N.	MAA	Président
Mme TOUATI N.	MAA	Examineur
Mme MERZOUK H.	MAA	Encadreur

Année universitaire : 2018 / 2019

REMERCIEMENTS

Avant tout, nous remercions notre créateur Allah, le tout puissant pour la santé et le courage qu'il nous a donné pour mener ce travail jusqu'au bout.

Nous tenons à remercier notre promotrice M^{me} Marzouk qui a accepté de nous encadrer et qui nous a guidé dans la réalisation de ce travail et d'avoir consacré autant d'heures pour les corrections de ce manuscrit.

Nous tenons à remercier les membres de jurys : M^{me} BOUALI, M^{lle} TOUATI pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant de juger le travail.

Nos vifs remerciements à M^{me} Kherfella Soraya et M^{me} Dendoune Drifa responsable de laboratoire Prévolab d'El-kseur, pour leurs simplicités, leurs collaborations, leurs disponibilités ainsi que leurs précieux conseils et pour nous avoir donnés les moyens et l'assistance nécessaire à la réalisation de notre travail.

Nos vifs remerciements s'adressent également à toute l'équipe de laboratoire Prévolab (Lydia, Nouria et Nassima)

Que tous ceux qui nous ont aidé, de près ou de loin, à mener à bout ce travail, trouvent ici l'expression de notre reconnaissance et notre profonde gratitude.

Merci à tous

DÉDICACES

Je dédie ce travail, avant tout, à « vous » mes très chers parents, merci d'être là pour moi.

*A mes très adorables frères : **Idir**, **Mokrane** et **Redouane**.*

A toute ma grande famille sans exception, oncles, tantes, cousins et cousines ...etc.

A mes chers amis sans exception et toutes personnes qui m'a aidé pour faire ce modeste travail.

*A surtout ma très chère binôme **Lilia** et sa famille.*

kenza



DÉDICACES

Je dédie ce modeste mémoire à :

Mes chers parents qui m'ont soutenue au cours de mes études, en témoignage d'affection et de profonde reconnaissance envers eux ;

*Ma sœur **HOUNA** ; Mon frère **Djalal**; et mon fiancé **fuycal**.*

A toute ma grande famille sans exception, oncles, tantes, cousins et cousines ...etc.

A mes chers amis sans exception et toutes personnes qui m'ont aidé pour faire ce modeste travail.

*A surtout ma chère binôme **kensa** et sa famille.*

Lilia

Liste des abréviations

Abs : Absence

Ac : Acidité

AFNOR : Association Française de Normalisation

ATB : Antibiotique

EST: Extrait Sec Total

JORA : Journal Officiel de la République Algérienne

MG: Matière Grasse

NA : Norme Algérienne

ORLAC: Office Régional du Lait du Centre

Liste des figures

Figure 1 : Organigramme du laboratoire PREVOLAB	15
Figure 2 : Photographie d'un cryoscope.....	20

Liste des tableaux

Tableau I : Composition chimique du lait de vache	4
Tableau II : Composition lipidique du lait	5
Tableau III : Influence de l'alimentation sur la production laitière	7
Tableau IV : Caractéristiques physico-chimiques d'un lait cru.	11
Tableau V : Date et lieu de prélèvement.	16
Tableau VI : Résultats des analyses physicochimiques du lait.	23
Tableau VII : Les autres fraudes recherchées.....	28

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Partie théorique

I. Généralités sur le lait

1. Valeur nutritionnelle et composition chimique	3
2. Facteurs de variation de la composition du lait de vache	6
2.1. Facteurs de variation d'ordre génétique	6
2.2. Facteurs de variation d'ordre physiologique	7
2.3. Facteurs de variation d'ordre zootechnique	7
3. Caractéristiques organoleptiques du lait.....	8
3.1. Couleur	8
3.2. Odeur.....	8
3.3. Saveur.....	8
4. Spécification du lait.....	9
5. Caractéristiques physico-chimiques du lait	9
5.1. Densité.....	9
5.2. Viscosité.....	10
5.3. Acidité titrable ou acidité Dornic	10
5.4. pH.....	10
5.5. Point de congélation	11
5.6. Point d'ébullition.....	11
6. Composants indésirables du lait.....	11
6.1. Antibiotiques	12
6.2. Pesticides.....	12
6.3. Radio-éléments.....	12
6.4. Polychlorobidryphényles.....	12
6.5. Métaux.....	12

II . Les fraudes dans le lait

1. Types de fraudes.....	13
1.1. Mouillage	13
1.2. Ecrémage.....	13
2. Conséquences des fraudes	14
2.1. Sur le plan hygiénique.....	14
2. 2. Sur le plan nutritionnel.....	14
2. 3. Sur le Plan commercial.....	14

Partie pratique

Matériel et méthodes

1. Présentation de l'organisme d'accueil.....	15
2. Echantillonnage et prélèvement	16
3.1. Analyses physico-chimiques	16
3.1.1. Détermination du pH.....	16
3.1.2. Détermination de l'acidité titrable	17
3.1.3. Détermination de l'extrait sec total (EST).....	17
3.1.4. Détermination de la matière grasse par la méthode acido butyrométrique	18
3.1.5. Détermination de la densité	18
3.1.6. Détermination de point de congélation.....	19
3.2.1. Recherche du formol dans le lait	20
3.2.2. Recherche de l'eau de javel.....	20
3.2.3. Recherche de l'eau oxygénée	21
3.2.4. Recherche de l'urine	21
3.2.5. Recherche de l'amidon.....	21
3.2.6. Recherche d'antibiotiques	22

Résultats et discussion

1. Résultats des analyses physicochimiques de lait cru.....	23
1.1. Détermination du pH.....	23
1.2. Détermination de l'acidité titrable	24

1.3. Détermination de la matière grasse	25
1.4. Détermination de la densité.....	26
1.5. Détermination de l'extrait sec total	26
1.6. Détermination du point de congélation	27
Conclusion.....	30
Références bibliographiques	

Introduction

L'Algérie est le premier consommateur laitier du Maghreb avec une consommation de près de 3 milliards de litres par an .La production du lait en Algérie, reste très insuffisante malgré tous les efforts déployés par l'état pour subvenir à une demande qui ne cesse d'accroître d'une année à l'autre (**Kirat, 2007**) .

Le lait représente l'un des plus importants marchés de l'univers alimentaire. Le corps humain a toujours besoin d'un apport calorique pour le bien être, en raison de ce besoin, le lait est un partenaire important de notre alimentation quotidienne, et il joue un grand rôle dans le régime alimentaire des pays consommateurs et représente une source importante d'éléments minéraux, glucides, protéines et lipides (**Mathieu et al., 1986**).

Plusieurs facteurs interviennent dans la détermination de la composition chimique du lait. Ces facteurs sont soit liés à l'animal (facteurs génétiques, stade physiologique, état sanitaire, ...), soit au milieu (alimentation, saison, traite,...) (**Abdellaoui et Guezlane, 2010**).

La qualité physico-chimique et bactériologique du lait reste toujours irrégulière à cause de plusieurs facteurs, tels que l'alimentation des bovins, le manque d'hygiène, la race et la saison qui constituent des facteurs prépondérants de la mauvaise qualité du lait. La connaissance de ces propriétés est donc essentielle pour son identification et le contrôle efficace de sa qualité. Dans de nombreux cas, les propriétés physico-chimiques peuvent être modifiées en fonction de la nature du lait en fins de fabrication pour donner lieu à un produit final avec des propriétés et caractéristiques souhaitables (**Lederer, 1983**).

Cependant, la forte demande en lait exprimée par les consommateurs, en même temps qu'un circuit de distribution défectueux est à l'origine de fortes pénuries et de la création même, dans certaines régions, d'un marché parallèle où le produit est cédé au double du prix officiel (**Lederer, 1983**).

Le prix du lait cru payé par les offices laitiers aux producteurs est jugé peu incitatif par les éleveurs, d'où leur désintérêt pour l'activité laitière (**Amellal, 2000**), ce qui pousse certains fraudeurs avides d'argent à adultérer le lait avec des produits chimiques tels que le peroxyde d'hydrogène et le formol et vendre un lait synthétique qui n'a pas de contenu nutritionnel. De plus, ces produits chimiques nocifs sont également dangereux pour la santé.

La filière lait en Algérie : entre l'objectif de la sécurité alimentaire et la réalité de la dépendance.

Bien que les formes de fraudes soient multiples, elles peuvent être classées en deux catégories : La fraude par addition de substances étrangères au lait comme l'eau : mouillage, ou par soustraction de substances propre au lait qui consiste à enlever une partie de la matière grasse: écrémage (**Aggad et al., 2009**).

C'est dans ce contexte que s'inscrit l'objectif de cette étude qui sera réalisée au sein du laboratoire d'El kseur PREVOLAB la qualité globale de dix échantillons de lait cru provenant de diverses fermes.

Ce travail est scindé en deux parties : bibliographique et expérimentale. La première partie, la bibliographie, englobe quelques généralités et falsification du lait. Quant à la deuxième partie, elle décrit le matériel, les techniques utilisées pour l'appréciation de la qualité physico-chimique du lait cru, la recherche de certaines fraudes et enfin les résultats obtenus sont discutés.

Le lait destiné à l'alimentation humaine a été défini en 1908 au cours du congrès international de la répression des fraudes à Genève comme étant : « le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum (**Pougheonet Goursaud, 2001**).

Selon le **Codex Alimentarius en 1999**, le lait est la sécrétion mammaire normale d'animaux de traite obtenue à partir d'une ou plusieurs traites, sans rien y ajouter ou en soustraire, destiné à la consommation comme lait liquide ou après un traitement ultérieur.

Le lait doit être conservé au réfrigérateur et consommé dans les 24h. Il doit être collecté dans de bonnes conditions hygiéniques et présenter toutes les garanties sanitaires. Il peut être commercialisé en l'état mais le plus souvent après avoir subi des traitements de standardisation lipidique et traitement thermique pour éliminer les germes pathogènes et assurer une plus longue conservation(**Fredot, 2006 ; Jeanteet *al.*, 2008**).

Le lait cru est un liquide blanc, opaque plus au moins jaunâtre selon la teneur de la matière grasse en β -carotène, de saveur légèrement sucrée, constituant un aliment complet et équilibré, il n'a subi aucun traitement de conservation sauf la réfrigération à la ferme. La date limite de vente correspond au lendemain du jour de la traite. Le lait cru doit être porté à ébullition avant consommation (peut contenir des germes pathogènes) (**Goursaud, 1985**).

1. Valeur nutritionnelle et Composition chimique

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

La haute qualité nutritionnelle des protéines du lait repose sur leur forte digestibilité et leurs compositions particulièrement bien équilibrée en acides aminés indispensables. Pour les nouveau-nés, les protéines du lait constituent une source protéique adaptée aux besoins de leur croissance durant la période néonatale (**Derby, 2001**). Il est néanmoins pauvre en fer et en cuivre et il est dépourvu de fibres (**Cheftel et Cheftel, 1996**).

La composition du lait est variable, elle dépend bien entendu du génotype de la femelle laitière (race, espèce) mais l'âge, la saison, le stade de lactation et l'alimentation sont des

facteurs qui peuvent également avoir des effets sur la composition du lait (**Pougheon et Goursaud, 2001**).

Les principaux constituants du lait sont représentés dans le tableau I : l'eau, la matière grasse, des protéines, le lactose (sucre du lait) et les sels minéraux. Le lait contient également des traces d'autres substances, telles que les enzymes, les vitamines, les phospholipides (substances avec des propriétés lipoides) et les gaz dissous (**Abdenouri et al., 2008**).

Tableau I : Composition chimique du lait de vache (**Goursaud et Cuvekkier, 1999**).

Constituant	Masse moyenne g/L	Pourcentage(%)
Eau	905	87.5
Matière sèche totale	130	12.6
Glucides	49	4.75
Matière grasse	39	3.78
Matière protéique	33	3.2
Matière minérale	9	0.87
Constituants divers (vitamines, enzymes, gaz dissous)	Trace	/

L'eau : C'est le composant le plus abondant (905g/L) dans lequel sont dispersés tous les autres constituants du lait qui forment la matière sèche (**Luquet, 1985**).

Les glucides : Le principal glucide du lait est le lactose, un disaccharide composé de α -D-glucose et de β -D-galactose, c'est un sucre réducteur pouvant réagir avec une protéine (la β -lactoglobuline) lors de la réaction de Maillard. Il est utilisé comme substrat lors de la fermentation du lait par les bactéries lactiques, phénomène à la base de produits fermentés tels que le fromage et le yaourt (**Filion, 2006**).

La matière grasse : la matière grasse est présente dans le lait sous forme de globules gras de 0,1 à 10 μ m de diamètre, elle est essentiellement constituée de triglycérides (98%) (Tableau II). La matière grasse du lait de vache représente à elle seule la moitié de l'apport énergétique du lait. Elle est constituée de 65% d'acides gras saturés et de 35% d'acides gras insaturés (**Janet et al., 2008**).

Tableau II : Composition lipidique du lait (Grappin et Pochet, 1999).

Constituants	Proportions de lipides du lait(%)
Triglycérides	98
Phospholipides	01
Fraction insaponifiable	01

Les protéines : Les protéines du lait représentent 33 à 36 g/L, elles sont réparties en deux catégories : les caséines (80%) et les protéines du lactosérum (20%).

-Les caséines qui sont en suspension colloïdale, se regroupent sous forme de micelles qui sont constituées de 92% de protéines et de 8% de minéraux, elles précipitent sous l'action de la présure ou lors de l'acidification à un pH=4. Lors de cette réaction, les micelles sont formées de sous micelles reliées ensemble par des ponts phosphates de calcium (Vignola, 2002).

-Les protéines du sérum qui représentent 20% de protéines totales, se retrouvent sous forme de solution colloïdale, les principales lactoglobulines sont la β -lactoglobuline et l' α -lactalbumine qui précipitent sous l'action de la chaleur (Vignola, 2002).

Les minéraux : Le lait contient des quantités importantes de différents minéraux. Les principaux minéraux sont : le calcium, le magnésium, le sodium et le potassium pour les cations et phosphate, chlorure et citrate pour les anions (Gaucheron, 2004). Ces derniers sont très nombreux et variables avec l'alimentation des animaux, notamment l'aluminium, le bronze, le zinc, le manganèse et surtout le fer et le cuivre.

Les vitamines : En plus des protéines, glucides, lipides et minéraux, le lait contient des vitamines et des enzymes. Il existe deux grands groupes de vitamines dans le lait :

-Les vitamines liposolubles (A, D, E et K) qui sont solubles dans les matières grasses (crème et beurre)

-Les vitamines hydrosolubles (groupe B et Vitamine C) qui sont solubles dans les phases aqueuses (lait écrémé et lactosérum) (Debry, 2001).

Les enzymes : Ce sont des substances organiques de nature protidique, produites par des cellules ou des organismes vivants, agissant comme catalyseurs dans les réactions biochimiques. Plus de 60 enzymes principales ont pu être isolées du lait dont l'activité a été déterminée. La moitié d'entre elles sont des hydrolases (**Blanc, 1982; Pougheon, 2001**). Une grande partie se retrouve dans la membrane des globules gras mais le lait contient de nombreuses cellules (leucocytes, bactéries) qui élaborent des enzymes : la distinction entre éléments natifs et éléments extérieurs n'est donc pas facile. Ces enzymes peuvent jouer un rôle très important en fonction de leurs propriétés (**Gotr, 1997, Linden, 1987**) :

- Certaines sont des facteurs de dégradation (lipases, protéases) avec des conséquences importantes sur le plan technologique et organoleptiques, la mesure de leur activité peut être un indicateur hygiénique du lait.
- Certaines ont une action bactéricide ou bactériostatique qui peut apporter aussi une protection au lait (lactoperoxydase et lysozyme).
- La thermo-stabilité de la phosphatase alcaline et de la peroxydase permet le contrôle des traitements techniques industriels du lait.
- Comme les laits ne présentent pas les mêmes concentrations pour certaines enzymes, les laits de différentes espèces peuvent être distingués (**Debry, 2001**).

2. Facteurs de variation de la composition du lait de vache

La composition des différents laits d'animaux varie considérablement d'une espèce à l'autre, mais aussi à l'intérieur d'une même espèce, voir à l'intérieur des types de races et d'espèces identiques. Le lait de vache proposé à la consommation est souvent un mélange, obtenu de la traite de plusieurs animaux, mais aussi des fluctuations notables subsistent qui sont sous la dépendance de facteurs d'ordre génétique, physique et zootechnique (**Mercier, 1997**).

2.1. Facteurs de variation d'ordre génétique

La race de l'animal influence la composition du lait. La variation inter-race est intermédiaire pour les protéines mais faible pour le lactose. Les taux de calcium, phosphore et sodium sont fortement héréditaires (**Mercier, 1997**).

2.2. Facteurs de variation d'ordre physiologique

- **Le colostrum** : qui est un liquide jaune visqueux, à réaction acide présent dans la mamelle quelques jours après le vêlage (mise-bas). Son taux de protéines est très élevé du fait de la concentration élevée en immunoglobuline. La proportion de caséines est faible bien que leur quantité soit supérieure à celle du lait (**Mercier, 1997**).
- **Stades de lactation** : la quantité de matière grasse diminue jusqu'au pic de lactation puis augmente à raison de 0.05 % par mois. La plupart des études rapportent une diminution du taux de protéines au cours des premiers jours de lactation. Les protéines sériques et les caséines présentent une évolution parallèle (**Mercier, 1997**).
- **La rétention du lait** : les modifications de la composition du lait dépendront de l'importance de la rétention. On observe une diminution du lactose avec passage dans les urines, une diminution des matières grasses, des matières minérales et azotées et une augmentation du chlorure de sodium (**Mercier, 1997**).
- **La mammite** : d'une manière générale, plus la mammite est grave, plus la composition du lait se rapproche de celle du plasma sanguin (**Mercier, 1997**).

2.3. Facteurs de variation d'ordre zootechnique

Ils concernent l'alimentation, la traite et la saison. L'influence de l'alimentation sur les aspects qualitatifs et quantitatifs de production laitière est résumée dans le tableau III

Tableau III : Influence de l'alimentation sur la production laitière (**Mercier, 1997**).

Ration de base	Production	Taux protéique
Ensilage d'herbes et foin	+++	+
Ensilage de maïs et peu de foin	++	+++
Herbe sèche	+++	+++
Concentrés	++	+++

+++ : Favorable. ++ : Moyennement favorable. + : Peu favorable.

La traite a un effet sur la composition du lait. En effet, le lait du début de la traite tend à être plus riche en protéines que le lait de la fin de traite. Ce dernier est ainsi 4 à 5 fois plus riche en matière grasse que celui du début de la traite (**Hanzan, 2000**).

Concernant le facteur saison, les laits d'été sont plus pauvres en protéines et surtout en lipides que les productions hivernales. Le lactose suit également une évolution inverse (**Adrian et al., 1973**).

3. Caractéristiques organoleptiques du lait

Vierling, (2003) rapportent que l'aspect, l'odeur, la saveur, la texture ne peuvent être précisés qu'en comparaison avec un lait frais.

3.1. Couleur

Le lait est de couleur blanche mat, qui est due en grande partie à la matière grasse, aux pigments de carotène qui provient de β -carotène (**Fredot, 2005**). **Reumont, (2005)** explique que dans le lait, deux composants essentiels, les lipides sous forme de globules de matière grasse et les protéines sous forme de micelles de caséines diffractent la lumière. Ces agrégats dispersent les rayons lumineux sans les absorber et le rayonnement qu'ils renvoient, est identique en composition au rayonnement solaire, à savoir la lumière blanche.

3.2. Odeur

La présence de la matière grasse dans le lait lui confère une odeur caractéristique. Au cours de la conservation, le lait est caractérisé par une odeur aigre due à la production de l'acide lactique (**Vierling, 1998**).

3.3. Saveur

La saveur du lait frais est agréable. Celle du lait acidifié est fraîche et un peu piquante. Les laits chauffés (pasteurisés, bouillis ou stérilisés) ont un goût légèrement différent. Les laits de rétention et de mammites ont une saveur salée plus ou moins accentuée. L'alimentation des vaches laitières à l'aide de certaines plantes de fourrages ensilés etc, peut transmettre au lait des saveurs anormales en particulier un goût amer. La saveur amère peut aussi apparaître dans le lait par contamination avec certains germes d'origine extra-mammaire (**Thieulin et Vuillaume, 1967**).

4. Spécification du lait

Le lait ne doit pas :

- Etre coloré, malpropre ou malodorant ;
- Provenir d'une traite opérée moins de 7 jours ;
- Provenir d'animaux atteints de maladies contagieuses ou de mammites ;
- Contenir notamment des résidus antiseptiques, antibiotiques et pesticides ;
- Coaguler à ébullition ;
- Provenir d'une traite incomplète ;
- Subir un écrémage même partiel.

En outre le lait ne doit pas subir :

- De soustraction ou de substitution de ses composants nutritifs ;
- De traitement, autre que le filtrage ou les procédés thermiques d'assainissement susceptibles de modifier la composition physique ou chimique, sauf lorsque ses traitements sont autorisés (J.O.R.A, 1993).

5. Caractéristiques physico-chimiques du lait

5.1. Densité

Elle oscille entre 1,028 et 1,034, elle doit être supérieure ou égale à 1,028 à 20°C. La densité des laits de grands mélanges des laiteries est de 1,032 à 20°C. La densité des laits écrémés est supérieure à 1,035. Un lait à la fois écrémé et mouillé peut avoir une densité normale (Vierling, 2008).

Chacun des constituants du lait agit sur sa densité, la matière grasse est le seul constituant qui possède une densité inférieure à 1, donc plus un lait est gras plus sa densité diminue (Amiot et al., 2002).

5.2. Viscosité

Rheotest, (2010) a montré que la viscosité du lait est une propriété complexe qui est particulièrement affectée par les particules colloïdes, émulsifiées et dissoutes. La teneur en graisse et en caséines possède l'influence la plus importante sur la viscosité du lait. Elle dépend également des paramètres technologiques. La viscosité est une caractéristique importante de la qualité du lait, étant donné qu'une relation intime existe entre les propriétés rhéologiques et la perception de la qualité par le consommateur. Ainsi, un consommateur d'Europe centrale évalue de manière très positive le lait concentré à forte consistance (filandreux). Il associe la teneur élevée des composants du lait à la viscosité élevée.

5.3. Acidité titrable ou acidité Dornic

Dès sa sortie du pis de la vache, le lait a une certaine acidité. Cette acidité est due principalement à la présence de protéines, surtout les caséines et les lactalbumines, de substances minérales (les phosphates), de gaz carbonique, ainsi que des acides organiques, le plus souvent l'acide citrique (**Amariglio, 1986**). Un lait frais a une acidité titrable de 16 à 18° Dornic c'est à dire 16 à 18 décigrammes d'acide lactique par litre. Selon **Veisseyre (1975)**, l'acidité Dornic est une mesure indirecte de sa richesse en caséine et en phosphates.

Dans les laits en voie d'altération, cette acidité titrable augmente (en raison de la dégradation du lactose en d'autres acides en plus de l'acide lactique et des liquides (**Amariglio, 1986**).

5.4. pH

A la traite, le pH du lait est compris entre 6,6 et 6,8 et reste longtemps à ce niveau. Toutes valeurs situées en dehors de ces limites indiquent un cas anormal (ex : mammites) (**Amariglio, 1986**).

Le pH renseigne précisément sur l'état de fraîcheur du lait. S'il y a une action de bactéries lactiques, une partie du lactose du lait sera dégradée en acide lactique, ce qui entraîne une augmentation de la concentration du lait en ions hydronium (H_3O^+) et donc une diminution du pH. A la différence avec l'acidité titrable, le pH mesure tous les ions H^+ disponibles dans le milieu, dissociés ou non (acidité naturelle + acidité développée), reflétant ainsi les composés acides du lait (**CIPC lait, 2011**).

5.5. Point de congélation

Neville et Jensen, (1995) ont pu montrer que le point de congélation du lait est légèrement inférieur à celui de l'eau pure, puisque la présence de solides solubilisés abaisse le point de congélation. Cette propriété physique est mesurée pour déterminer s'il y a addition d'eau au lait. Sa valeur moyenne se situe entre $-0,54$ et $-0,55^{\circ}\text{C}$.

Le mouillage élève le point de congélation vers 0°C , puisque le nombre de molécules, autres que celles de l'eau, et d'ions par litre diminue. D'une manière générale, tous les traitements du lait ou les modifications de sa composition qui font varier leurs quantités entraînent un changement du point de congélation (Mathieu, 1999).

5.6. Point d'ébullition

D'après Amiot *et al.*, (2002), le point d'ébullition est la température atteinte lorsque la pression de vapeur de la substance ou de la solution est égale à la pression appliquée. Comme pour le point de congélation, le point d'ébullition subit l'influence de la présence des solides solubilisés (tableau IV). Il est légèrement supérieur au point d'ébullition de l'eau, soit $100,5^{\circ}\text{C}$.

Tableau III : Caractéristiques physico-chimiques d'un lait cru (Mathieu, 1998).

Caractéristiques	Valeurs
Densité	1,028 -1,034
Acidité titrable en degré Dornic ($^{\circ}\text{D}$)	15 – 18
Point de congélation	-0,5- 0,55
Point d'ébullition	100,5 $^{\circ}\text{C}$
pH (20 $^{\circ}\text{C}$)	6,5-6,7

6. Composants indésirables du lait

La mamelle est un émonctoire et le lait peut contenir des substances ingérées ou inhalées par l'animal, sous la forme soit du constituant original, soit de composés dérivés métabolisés. Les substances étrangères peuvent provenir des aliments (engrais et produits phytosanitaires), de l'environnement (pesticides), de traitements prescrits à l'animal (produits pharmaceutiques, antibiotiques, hormones) (Mahieu *et al.*, 1977).

6.1. Antibiotiques

Les résidus d'antibiotiques, surtout si ces substances sont appliquées localement pour le traitement des mammites (**Jacquet, 1969**) peuvent provoquer un double inconvénient pour le consommateur, puisqu'ils sont responsables de phénomènes d'allergie et de cancer (**Mitchell, 2005**). Chez des sujets sensibles, il peut contribuer à l'installation d'une flore endogène antibio-résistante (**Morel, 1962 ; Lemaitre, 1963**).

6.2. Pesticides

Les résidus de pesticides sont des substances polychlorées, liposolubles, et s'accumulent donc dans les graisses de réserve. Lors de la fonte des graisses, les substances emmagasinées sont brusquement remises en circulation, et des manifestations d'intoxication peuvent apparaître (**Beroza et Bowman, 1996**).

6.3. Radio-éléments

Les radio-éléments, provenant surtout des retombées consécutives aux explosions atomiques mais aussi à l'emploi de plus en plus fréquent de ces isotopes (**Madelmont et Michon, 1964**). Certains, comme l'iode, ont une durée de vie suffisamment courte pour ne pas constituer un danger grave pour le consommateur (**Laug et al., 1963**). Certains sont indiscutablement dangereux en raison de la longue durée de vie et des possibilités de stockage dans le corps tel le Strontium (**Michon, 1963**).

6.4. Polychlorobidryphényles

Certains produits chimiques, comme les phtalates, les esters de l'acide sébacique et certains polychlorobiphényles (PCB), présentent un certain degré de toxicité pour l'Homme, d'autant plus que ces substances sont stables dans l'organisme où elles s'accumulent dans le tissu adipeux (**Murata, Zabik et Zabik, 1977; Luquet et al., 1979**). Ces contaminations posent des problèmes particuliers, parce qu'il est souvent difficile d'en apprécier les conséquences à long terme sur la santé (**Vanier, 2005**).

6.5. Métaux

Parmi les métaux susceptibles de contaminer le lait à des taux inquiétants pour la santé, on peut citer le sélénium, l'arsenic, le plomb, le mercure et le cadmium (**Vanier, 2005**).

Les fraudes ont existé de tout temps. Les hommes dépourvus de loyauté ont toujours constaté qu'en livrant des produits de qualité inférieure ou en quantité moindre que ceux qu'ils devaient normalement livrer, ils réalisaient un bénéfice illicite appréciable (**Combaldieu Raoul, 1974**).

1. Types de fraudes

1.1. Mouillage

Le mouillage consiste à ajouter au lait des liquides ou des substances diverses (eau, lactosérum, conservateur) dans le but d'augmenter le volume du lait mis en vente ou d'améliorer sa qualité microbiologique. Le mouillage le plus fréquent est l'addition d'une substance sans valeur comme l'eau qui modifie la composition originelle du lait. Il abaisse naturellement la teneur du lait en ses divers constituants. La densité, la matière sèche dégraissée diminuent ainsi que le point de congélation qui se rapproche de celui de l'eau pure (**Echkoutte, 1997**).

Toutefois, c'est la détermination de la constante moléculaire simplifiée (CMS), traduisant l'abaissement de la teneur du lait ou ses composants, qui semble apporter l'élément de jugement le plus intéressant. Cette constante concrétise l'équilibre osmotique qui existe toujours chez l'animal, entre le lait et le sérum sanguin. Parmi les molécules dissoutes dans la phase aqueuse du lait, ce sont le lactose et les chlorures qui conditionnent essentiellement la pression osmotique (**Echkoutte, 1997**).

1.2. Ecrémage

L'écémage est considéré comme une fraude, consistant à retrancher une partie de la matière grasse. Il se pratique soit en enlevant avec une cuillère la crème qui surnage le lait en repos dans un endroit frais (lait écrémé), soit par la centrifugation à l'aide d'une écrémeuse (lait centrifugé). Il est très difficile de le caractériser sur les laits individuels car le taux de matière grasse est très variable. L'écémage ne s'identifie donc que sur les laits de mélange, et le lait de la consommation est généralement le mélange de la traite de plusieurs vaches. L'addition d'eau peut être combinée à l'écémage partiel pour masquer la diminution de la densité due au mouillage. Cette tromperie est mise en évidence par la diminution de la CMS et de l'extrait sec dégraissé (ESD) de la matière grasse.

Autres adultérations du lait qu'on peut citer sont : Formol, eau de javel, l'amidon, l'urine et eau oxygénée (Echkoutte, 1997).

2. Conséquences des fraudes (Echkoutte, 1997).

2.1. Sur le plan hygiénique

L'ingestion de lait mouillé avec de l'eau de mauvaise qualité peut être une source de contaminations dangereuses.

En effet, le lait sous sa forme liquide présente une grande réceptivité aux germes extérieurs et est un excellent milieu de culture pour les salmonelles, les staphylocoques, etc... En outre, la technique d'écémage avec le matériel (cuillère ou écèmeuse) peut renfermer des germes de contamination.

L'addition des antibiotiques dans le lait dans le but d'améliorer la conservation constitue un danger pour la santé publique et des risques d'accidents allergiques sont possibles avec certaines substances comme la pénicilline .

2. 2. Sur le plan nutritionnel

Le lait joue un rôle important dans l'alimentation surtout chez le jeune et les groupes vulnérables. Si ce produit est falsifié (mouillé ou écémé), la teneur en ses divers constituants (protéines, chlorures, lactose, matière grasse) baisse et n'apporte pas les qualités nutritives ou organoleptiques que le consommateur peut légitimement attendre.

2. 3. Sur le Plan commercial

Les fraudes du lait (le mouillage et l'écémage) peuvent paraître difficilement décelables par le consommateur et ceci constitue un obstacle au commerce national.

Ainsi, les fabricants honnêtes subissent la concurrence déloyale étant donné que le prix du lait au niveau de la vente est le même.

1. Présentation de l'organisme d'accueil

Ce travail a été effectué au niveau du « SNC PREVOLAB » à Elkseur.

Le laboratoire de contrôle de qualité et de conformité (Figure 1) a été créé en 2009 avec comme objectif, offrir un service complet et des prix raisonnables et étudiés dans le domaine du contrôle de qualité des produits agro- alimentaires, cosmétiques, produits d'entretien et des eaux.

Leurs principales tâches : analyses microbiologiques, physico-chimiques des produits agroalimentaires, cosmétiques d'hygiène corporelle et d'entretien.

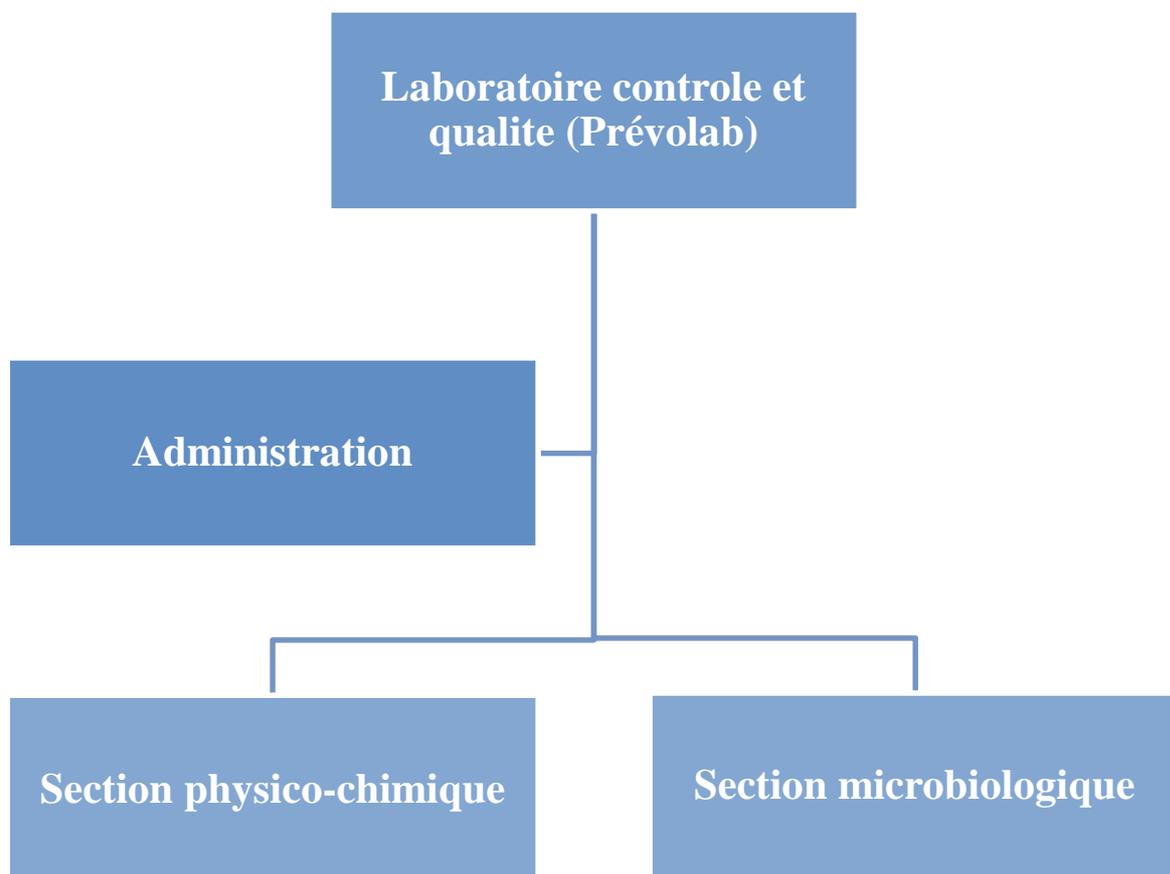


Figure 1 : Organigramme du laboratoire

2. Echantillonnage et prélèvement

L'étude porte sur les analyses physico-chimiques du lait cru de vache en vrac. Elle s'est déroulée pendant la période du 14-04-2019 au 14-05-2019 au cours de laquelle 9 prélèvements d'un litre sont effectués de la wilaya de Bejaia et 1 échantillon de Tizi ousou. Les échantillons destinés aux analyses sont prélevés sur des laits de mélange réceptionnés de différentes régions.

Le tableau Tableau V montre l'ordre chronologique de prélèvement des échantillons.

Tableau IV : Date et lieu de prélèvement.

Echantillons	Date	Région
1	14/04/2019	Akbou
2	16/04/2019	Adekar
3	18/04/2019	Elkseur
4	21/04/2019	Sidi aich
5	23/04/2019	Fenaia
6	28/04/2019	Amizour
7	02/05/2019	Amizour (lait de sachet)
8	05/05/2019	Souk el tenine
9	09/05/2019	Akfadou
10	13/05/2019	Azzefoun

3. 1. Analyses physico-chimiques

Les méthodes adoptées pour la détermination de ces paramètres sont celles appliquées par le laboratoire d'analyses physico-chimiques PREVOLAB.

L'analyse physico-chimique du lait cru consiste en la mesure du volume, de l'acidité titrable, du pH, de l'extrait sec total (EST), du taux d'humidité, de la teneur en matière grasse et de la densité.

3.1.1. Détermination du pH

Le pH est déterminé par la méthode potentiométrique à l'aide d'un pH-mètre; appareil qui mesure la différence potentiométrique entre deux électrodes à la température de 20°C (Audgie et al., 2002).

➤ **Mode opératoire**

- Etalonner le pH-mètre à l'aide de deux solutions tampons (pH4 et pH7) ;
- Plonger l'électrode dans le produit à analyser et lire la valeur directement sur le pH-mètre.
- Retirer l'électrode et la rincer avec de l'eau distillée (**Mathieu, 1998**).

3.1.2. Détermination de l'acidité titrable

Elle est basé sur un titrage de l'hydroxyde de sodium (NaOH) en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré (**NF V04-305, 1985**).

➤ **Mode opératoire**

- Transvaser 20ml de lait dans un Becher ;
- Ajouter 04 à 05 gouttes de phénolphtaléine ;
- Titrer avec la soude 0.1 N jusqu'au virage du milieu au rose pale (**Luquet, 1985**).

➤ **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés en degré Dornic en appliquant la formule suivante :

$$\text{Acidité} = (N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times M/V_e) \times 10$$

V_{NaOH} : volume (en ml) de la chute de la burette.

N : normalité.

M : masse molaire l'acide lactique (g/l)

V_e : volume d'échantillon.

3.1.3. Détermination de l'extrait sec total (EST)

La détermination de l'extrait sec total (EST) permet d'évaluer la qualité des échantillons de lait cru. La matière sèche du lait est le produit résultant de la dessiccation du lait par évaporation d'une certaine quantité d'eau de lait et la pesée du résidu (**NF V04.207, 1970**).

➤ **Mode opératoire**

- Peser la capsule vide ;
- Tarer la balance et mettre 10ml de lait dans la capsule ;

- Placer la capsule dans l'étuve à 103°C/ 2heures ;
- A la sortie de l'étuve, peser à nouveau la capsule.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés en grammes par litres (g/L) comme suit :

$$EST = \frac{P - P_0}{P'} \times 100$$

EST : extrait sec total.

P₀ : le poids de la capsule vide.

P : le poids du produit avant étuvage (sans la capsule).

P' : le poids de la capsule avec le produit après séchage.

3.1.4. Détermination de la matière grasse par la méthode acido butyrométrique (norme AFNOR, 1980)

Cette méthode est basée sur la dissolution de la matière grasse à doser par l'acide sulfurique. Sous l'influence d'une force centrifuge et grâce à l'adjonction d'une faible quantité d'alcool isoamylique, la matière grasse se sépare en couche claire dont les graduations du butyromètre révèlent le taux.

➤ **Mode opératoire**

- Introduire 10ml d'acide sulfurique dans un butyromètre de GERBER ;
- Ajouter 11ml de l'échantillon en évitant de mélanger les liquides ;
- Ajouter 1ml d'alcool isoamylique ;
- On ferme le butyromètre à l'aide d'un bouchon, puis on mélange jusqu'à la dissolution totale du mélange ;
- Centrifuger à 1200 tours pendant 10 minutes.

➤ **Expression des résultats**

Le résultat est exprimé en g/l et la lecture se fait directement sur le butyromètre.

3.1.5. Détermination de la densité : (NF V 04-350, 1985)

C'est le rapport de masse à 20°C d'un même volume d'eau et de lait, elle se mesure par un lactodensimètre : appareil destiné à la mesure de la densité des liquides, constitué par un cylindre lesté, surmonté d'une tige cylindrique graduée plongé dans un liquide.

➤ **Mode opératoire**

- Rincer l'éprouvette avec du lait à analyser ;
- Verser le lait dans l'éprouvette; tenue inclinée afin d'éviter la formation de mousse ou de bulles d'air ;
- L'introduction du lactodensimètre dans l'éprouvette pleine de lait doit provoquer un débordement de liquide. Ce débordement est nécessaire, il débarrasse la surface du lait des traces de mousse qui gêneraient la lecture ;
- Plonger doucement le lactodensimètre dans le lait en le maintenant dans l'axe de l'éprouvette et en le retenant dans sa descente jusqu'au voisinage de sa position d'équilibre.

➤ **Expression des résultats**

A 20°C, la densité de l'échantillon correspond directement à la valeur lue sur le lactodensimètre, cette valeur est la masse volumique, et la densité est déduite à partir d'une table de conversion.

3.1. 6. Détermination du point de congélation

Le point de congélation peut être utilisé pour estimer la proportion d'eau indiquant une f1raud010e20. 0.0.(mouillage) dans le lait, on la mesure à l'aide d'un appareil appelé cryoscope (AFNOR, 1999).

➤ **Mode d'utilisation du cryoscope**

- Après mise en marche et refroidissement de l'appareil ;
- Peser environ 2,5g de lait dans les tubes du cryoscope ;
- Placer les tubes en dessous de la sonde et appuyer sur START ;
- Le dispositif descend et le refroidissement commence ;
- Le résultat s'affiche directement sur l'écran du cryoscope en °C.



Figure 2 : Photographie d'un cryscope.

3.2.1. Recherche du formol dans le lait (Puigserver 2004).

Le formol réagit avec l'acide sulfurique et le chlorure ferrique pour donner un anneau jaune, indiquant ainsi la présence de formol adultérée dans le lait.

➤ Mode opératoire

- Introduire 10ml d'échantillon de lait à examiner dans un tube a essai.
- Chauffer jusqu'à ébullition.
- Ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (1N).

En présence de formol, on observe l'apparition d'une coloration jaune.

3.2.2. Recherche de l'eau de javel. (Leghari et al., 2016).

La coloration grisâtre résulte de l'oxydation des ions iodure, par les ions hypochlorite, en ions triiodure.

De plus, ce produit a un impact sur l'environnement car il libère du chlore tout au long de son existence (lors de sa production, de son utilisation puis de son rejet avec les eaux domestiques). Une fois libéré, le chlore peut alors s'associer avec d'autres molécules organiques et se convertir en organochlorés, particulièrement toxiques et persistants. Enfin, en perturbant l'équilibre bactérien des habitations, l'usage excessif de javel peut au contraire favoriser le développement et la résistance de certains germes pathogènes (Leghari et al., 2016).

➤ **Mode opératoire**

- Dans un tube à essai, introduire 2ml de lait à examiner.
- Ajouter 1ml d'iodure de potassium à 1%.
- Ajouter 1ml d'empois d'amidon à 1%.

Si le lait est falsifié, il y aurait apparition d'une coloration grisâtre.

Si la couleur ne change pas, le lait est donc normal.

3.2 3. Recherche d l'eau oxygénée (Jean, 1954)

La réaction d'oxydoréduction $\text{HCl-H}_2\text{O}_2$ va donner lieu à un dégagement d'oxygène et du gaz chlore.

➤ **Mode opératoire**

- Dans un tube à essai, introduire 2ml de lait à examiner.
- Ajouter 2ml d'acide chlorhydrique titré à 0,27N.
- Ajouter 2 ml d'iodure de potassium à 10%.
- Porter a ébullition pendant 1 minute et laisser refroidir a l'air ambiant.
- Ajouter 2ml d'empois d'amidon à 1%

En présence de l'eau oxygénée, on observe l'apparition d'une coloration bleue.

3.2.4. Recherche de l'urine (Lascar Buruiana, 1936)

➤ **Mode opératoire**

- Introduire dans un tube a essai 1 à 2 ml H_2SO_4 ;
- Ajouter 10gouttes de sulfate ferrique à 5% et mélanger doucement ;
- Recouvrir de 10 ml du lait suspect ;

Si le lait contient de l'urine, un anneau rose se forme à la séparation des 2 liquides. Cette teinte rose n'apparait parfois qu'après un léger chauffage.

3.2.5. Recherche d'amidon

L'amidon est un épaississant, il est ajouté au lait mouillé pour camoufler sa fluidité.

➤ **Mode opératoire**

- Introduire 5ml de lait suspect dans un tube à essai ;
- Porter à ébullition, puis laisser l'échantillon refroidir à l'air ambiant ;
- Ajouter 5 gouttes d'eau iodée ou Lugol ;

L'apparition d'une coloration jaune, indique l'absence d'amidon ;

L'apparition d'une coloration bleue, indique la présence d'amidon.

3.2.6. Recherche d'antibiotiques

Pour rechercher la présence éventuelle d'antibiotiques dans le lait, on effectue un ensemencement en surface sur la gélose Muller Hinton. Des disques pré-imprégnés de lait sont déposés à la surface de la gélose. La présence d'une zone d'inhibition indique la présence d'antibiotiques.

Mode opératoire

On utilise une gélose Muller Hinton spécifique pour l'antibiogramme.

- Couler la gélose et laisser refroidir.
- Ensemencer avec une souche sensible (*Staphylococcus aureus*).
- Plongez les disques stériles dans le lait à tester, laisser quelques mn.
- Déposer 4 à 5 disques imprégnés sur la boîte ensemencée.
- Incubation à 37° C pendant 24H.

L'apparition d'une zone d'inhibition de plus de 1 cm de diamètre autour des disques, est considérée comme un résultat positif

1. Analyses physicochimiques

Les résultats d'analyses physicochimiques effectuées sur le lait cru sont résumés dans le tableau VI.

Tableau V : Résultats des analyses physicochimiques du lait.

Paramètres	pH	Acidité (D°)	EST (g/l)	MG (g/l)	Densité	Point de congélation °C
Échantillons						
Akbou	6.3	18.9	89.74	25	1.025	-0.49
Adekar	6.3	20.02	89.03	22	1.029	-0.49
El-kseur	6.8	12.15	85.67	46	1.028	-0.47
Sidi Aich	6.5	15.52	88.07	42	1.027	-0.48
Fénaia	6.7	12.82	86.60	41	1.027	-0.49
Amizour	6.5	16.42	89.00	28	1.025	-0.50
Amizour(l'unité)	6.6	17.32	89.13	31	1.025	-0.51
Souk Eltnine	6.3	15.30	84.54	47	1.029	-0.46
Akfadou	6.5	17.55	85.51	47	1.028	-0.46
Temzrith	6.2	19.80	88.10	30	1.030	-0.49
Normes JORA (1998)	6.6-6.8	≤ 18	110-120	≥ 34	1.030-1.034	-0.51 -0.50

Pour détecter une falsification dans le lait, le pourcentage des principaux constituants est pris en compte avec un témoin (lait de mélange non frelaté) ou bien en le comparant aux normes légales.

1.1.Détermination du pH

Le pH des différents échantillons analysés varie entre 6,2 et 6,8. Dans les régions Akbou, Adekar, Sidi aich, Fenaia, Souk eltnine et Azzefoun, les valeurs de pH sont inférieures aux normes de journal officiel de 1998. Par contre, le pH des régions Akfadou, El kseur et Amizour (lait cru et lait de sachet) sont conformes aux normes en vigueur, qui tolèrent des valeurs se situant entre 6,6 et 6,8.

En revanche, les valeurs de pH inférieures à la norme indiquent une acidification du lait cru qui peut être due à un stockage inadéquat (Diao, 2000). La variation du pH d'un lait frais est due en grande partie aux groupements basiques ionisables et acides dissociables des

protéines, aux groupements esters phosphoriques des caséines et aux acides phosphoriques (Jaques, 1998).

1.2. Détermination de l'acidité titrable

L'acidité est un paramètre très important puisqu'il nous donne une indication sur l'état de fraîcheur du lait.

Les résultats de l'acidité Dornic du lait des régions (Sidi aich, Amizour (lait cru et lait de sachet), Souk el tenine, Akfadou,) sont conformes aux normes publiées dans le Journal officiel de 1998 sur l'acidité du lait cru frais fixée entre 15 et 17°D.

L'acidité du lait de la région d'Akbou est légèrement plus élevée que la norme exigée mais reste conforme aux normes **d'AFNOR(1999)** qui fixent des valeurs entre 16 et 18°D. Par contre, l'acidité du lait des régions Adekar (20.02°D) et Azzefoun(19.80°D) est supérieure aux deux normes cités ci-dessus. L'élévation de cette mesure est un signe d'un début d'acidification provoquée par une multiplication de microorganismes.

L'acidité des régions (El kseur, Fenaia) est inférieure aux normes du **JORA(1998)** cela est peut être due à une adultération par addition d'eau, puisque l'acidité de l'eau est généralement neutre.

L'étude réalisée par **Aggad et al. (2009)** a donné lieu à des acidités titrables des laits de mélange du même ordre de grandeur. Selon ces mêmes auteurs, ces similarités peuvent être liées au climat, au stade de lactation, à la saison et à la conduite d'élevage notamment l'alimentation et l'apport hydrique.

Selon **Mathieu (1998)**, le lait de vache en début de lactation présente une acidité titrable de 19- 20°D.

L'acidité du lait peut être un indicateur de la qualité du lait au moment de la livraison, car elle permet d'apprécier la quantité d'acide produite par les bactéries ou les éventuelles fraudes (**Joffin et Joffin, 1999**). La variation de l'acidité est due à l'apparition de divers acides dont le plus abondant, l'acide lactique qui provient de la dégradation du lactose en acide lactique par des micro-organismes (**Jaques, 1998**).

Le pH et l'acidité dépendent de la teneur en caséine, en sels minéraux et en ions, des conditions hygiéniques lors de la traite, de la flore microbienne totale et son activité métabolique et de la manutention du lait (**Labioui, 2009**).

1.3. Détermination de la matière grasse

Les taux de la matière grasse du lait cru des régions El kseur, Sidi aich, Fenaia, Souk el tenine et Akfadou sont supérieurs aux normes du **JORA (1998)** qui fixe des taux de 35 à 37g de matière grasse par litre de lait entier. Ce sont des laits riches en matière grasse. Le taux de matière grasse dépend essentiellement de l'alimentation, de la race des bovins et de l'âge des vaches. Par conséquent, ces échantillons de lait n'ont pas subi d'écémage.

Par contre, le taux de matière grasse du lait des régions Akbou, Adekar, Amizour (lait cru), est inférieur aux normes du **JORA (1998)**. Ce qui ne pourrait s'expliquer par un sévère écémage du lait.

Quant au lait collecté à Azzefoun, il semble avoir subi une légère soustraction de la matière grasse puisqu'il s'agit d'un lait de mélange. La matière grasse du lait de sachet de la laiterie Amizour est également faible et qui est peut être due à une standardisation du produit ou bien à une légère soustraction.

Le taux butyreux (matière grasse) semble le plus variable des caractères physicochimiques du lait par sa forte corrélation à la teneur en fourrages et à la nature des fibres des concentrés utilisés dans les rations pour les vaches laitières (**Srairi et Hamama., 2006**).

Une alimentation riche en cellulose à l'origine d'acide acétique favorise le taux butyreux (**Cauty et Perreau, 2009**).

Selon **Jaques, 1998**, la variation de la composition du lait en matière grasse est en fonction de nombreux facteurs :

- Stade de lactation: le taux de matière grasse diminue pendant les semaines qui suivent le vêlage, se stabilise pendant un à deux mois, remonte lentement puis plus rapidement à partir du 5^{ème} et 6^{ème} mois.
- Les animaux sous-alimentés donnent un lait moins riche que les vaches ayant une alimentation normale.

1.4. Détermination de la densité

D'après la figure 6, il ressort que la densité mesurée par le lactodensimètre des laits des différentes régions est inférieure à la norme exigée par la réglementation algérienne à l'exception du lait d'Azzefoun (1.030).

La densité du lait varie entre 1,030 et 1,034 selon la norme du **JORA (1998)**, ce paramètre est fortement lié au taux butyreux. Plus un lait contient un pourcentage élevé en matière grasse, plus sa densité sera basse, alors qu'un lait écrémé a une densité élevée (**Vignola, 2002**).

L'addition de l'eau au lait (mouillage) diminue la densité, donc une densité trop faible ou trop élevée laisse soupçonner une fraude ; soit addition de l'eau (diminution de la densité); soit écrémage (élévation de la densité).

Donc la prise de la densité est une opération très importante dans les analyses du lait à la réception, mais le laitier peut pratiquer simultanément le mouillage et l'écrémage, cette opération convenablement pratiquée, ne modifie pas la densité car les deux opérations ont sur elle des effets inverses de sorte que le lait écrémé et mouillé accuse une densité normale (**Financier, 1997**).

La détection de la plupart de ces fraudes est délicate et exige beaucoup de soin lors des analyses. En particulier, l'interprétation des résultats peut prêter à confusion. Il s'agit en effet, de comparer des chiffres d'analyses à des teneurs considérées comme normales (**Cerf, 1932**).

Lorsqu'il s'agit de lait de grand mélange (lait de collecte), la composition moyenne varie peu et il est plus aisé en général de mettre en évidence les falsifications. Enfin, il faut souligner toute l'importance que revêt le prélèvement de l'échantillon en particulier dans le cas de la recherche du mouillage (**Cerf, 1932**).

1.5. Détermination de l'extrait sec total

Les teneurs en extrait sec total des dix échantillons sont très faibles, elles varient entre 84 et 89.74 g/l. Les résultats de l'extrait sec total sont inférieurs au taux moyen rapporté par **Paul et Southgate (1978)** (≥ 129 g/l) et le journal officiel de la république algérienne (**JORA**) fixe un seuil en extrait sec total entre 110 et 120g/l, ce qui confirme que le lait de toutes les régions est mouillé y compris Azzefoun, même s'il a enregistré une densité normale.

Selon **Preston (1988)**, un déséquilibre dans l'alimentation des vaches, peut être responsable d'une baisse de l'ES, puisque les éléments qui composent le lait y proviennent. La diminution de l'ES peut être également expliquée par l'action des bactéries du lait sur les différents éléments notamment sur le lactose.

Il existe une réaction inversement proportionnelle entre l'extrait sec total et la matière grasse du lait.

1.6. Détermination du point de congélation

Le point de congélation du lait est le seul paramètre fiable couramment utilisée pour contrôler l'absence de mouillage lors de la traite, de la conservation ou de la collecte pour vérifier un mouillage (**Parciel, 1994**).

Les valeurs du point de congélation de la région Amizour (lait cru et lait de sachet) sont conformes aux normes de **JORA(1998)** (-0,520 et -0,510°C), mais les valeurs des régions Akbou, Adekar, El kseur, Sidi aich, Fenaia, Souk el tenine, Akfadou, Azzefoun sont supérieures aux normes, ce qui conforte l'hypothèse de l'ajout de l'eau (mouillage). Selon **Henzen(2010)**, peut évoluer en cas de mal nutrition, d'une forte absorption d'eau par l'animal.

Selon **Alais(1984)** l'acidification du lait ou l'addition de sels minéraux abaisse le point de congélation.

Selon **Amariglio (1986)**, le point de congélation n'est pas une valeur constante, la moyenne se situe à - 0,55°C, mais il faut tenir compte des légères fluctuations dues aux variations saisonnières, à la race de la vache, à la région de production, etc. Toutefois, le mouillage par addition de lactosérum ne le modifie pas.

Le point de congélation du lait dépend de la température de l'échantillon analysé, et cette température peut être modifiée au cours du transport, et peut être due au temps qui sépare le moment de l'arrivée du lait et les manipulations réalisées plus tard.

Comme elle peut diminuer en cours de lactation ou avec l'âge de la vache **Amariglio (1986)**.

Les résultats des fraudes recherchés dans le lait sont présentés dans le tableau VII.

Tableau VI : Les fraudes recherchées

Fraudes	Formol	Eau de javel	Eau oxygénée	Urine	Amidon	Antibiotiques
Echantillons de 1 à 10	Absence					

Les conservateurs, les neutralisants et les adultérants sont souvent ajoutés dans le lait avec plusieurs objectifs différents. Toutefois, il faut souligner que l'addition de ces composants est strictement interdite en vertu de la loi sur les additifs. Cette loi ne permet l'ajout d'aucun agent externe au lait, et est punissable en vertu de la loi. Les conservateurs sont également interdits dans le lait, sauf pendant l'échantillonnage et l'analyse ultérieure.

D'après les résultats de la recherche d'autres fraudes (y compris les épaississants), nous constatons que les échantillons analysés sont non adultérés puisque aucun composé indésirable n'a été détecté.

Selon l'agent adultérant ajouté, les effets sur la santé peuvent variés et provoquer de graves problèmes de santé.

Le formol est un agent de conservation et peut conserver le lait pendant une longue période, en raison de la diminution de sa valeur nutritive on considère qu'il est cancérigène et cause des dommages au foie et aux reins (**Bhatti, 2010; Afzal et al., 2011**).

Le formol est utilisé pour ses propriétés antimicrobiennes. La toxicité par voie orale du formol chez l'Homme, évaluée à partir d'intoxications accidentelles, est relativement faible. Il est observé avec une solution à 40 p 100 (**ICPS, 1989**) une irritation de la bouche, de la gorge et de l'estomac, avec des nausées et des vomissements et, dans les cas extrêmes, des convulsions et un état comateux. Une dose orale de 10 à 100 mL de formol est considérée comme fatale chez l'homme (**Puigserver 2004**).

L'eau de javel est un détergent artificiel ajouté au lait pour augmenter son aspect mousseux (**Leghari et al., 2016**).

L'eau de javel est une solution aqueuse d'hypochlorite de sodium et de potassium. Il s'agit d'un produit toxique qui provoque des brûlures sur la peau, les yeux et dont les émanations peuvent susciter des maux de tête et nausées

Chez l'humain, l'eau oxygénée est faiblement toxique grâce aux peroxydases qui la décomposent naturellement. Elle peut quand même induire des effets irritants ou caustiques sur la peau et les yeux. Elle peut aussi engendrer des eczémas et des réactions phototoxiques. Le peroxyde d'hydrogène est en revanche génotoxique pour certaines bactéries (notamment *E. coli*) et de nombreux microorganismes (d'où son action désinfectante) (**Jean , 1954**).

La présence d'urine dans le lait, surtout en petite quantité, révèle une impureté. Une traite ou une conservation défectueuse, une manipulation ultérieure marquée par la négligence, une étable insalubre ou mal construite sont autant de causes qui favorisent les souillures du lait (**Lascar Buruiana, 1936**).

Tandis que l'amidon dans le lait était utilisé pour augmenter sa viscosité ou sa marge bénéficiaire (**Tariq, 2001; Afzal et al., 2011**). **Rideout et al., 2008** ont signalé qu'une quantité élevée d'amidon peut causer des diarrhées en raison des effets de l'amidon non digéré dans le côlon, et que son accumulation dans le corps peut être fatale chez les patients diabétiques.

C'est dans l'alimentation que l'amidon apporte sa contribution, notamment au niveau de l'intestin grêle. En effet, l'amidon est non absorbé par l'intestin grêle, ce qui réduit automatiquement la faim et introduit une réponse hormonale spécifique. Il participe aussi à la régularisation du taux de glucose dans le sang. Ce qui apporte un effet temporaire positif sur l'énergie développée et un effet à long terme sur le cœur et les vaisseaux. L'amidon est le responsable de la stimulation de la flore intestinale saprophyte. Il se fermente dans le gros intestin pour produire des acides gras bénéfiques, dont le butyrate. Et finalement, il pourrait avoir un effet anticancéreux sur le colon.

Ces substances de falsifications comme l'urée, le formol, le peroxyde d'hydrogène, l'amidon, etc dans le lait peuvent causer des intoxications alimentaires, des vomissements, des nausées, une hypertension, le vieillissement ainsi que des maladies cardiaques, hépatiques et rénales.

Conclusion

Le lait est un aliment complet pour le nouveau-né au début de son existence, et un excellent aliment pour l'adulte de la même espèce ou d'autres espèces. Pour l'homme, le lait de vache est un aliment de grande valeur. Il fournit plus de substances alimentaires essentielles que tout autre aliment naturel. Considéré comme un aliment de base, le lait doit être accessible au plus grand nombre de consommateurs.

Dans le souci de garantir le plus fidèlement la qualité du lait cru commercialisé, la protection des consommateurs et des fabricants honnêtes de la concurrence déloyale, il est indispensable de rechercher les fraudes. La connaissance des propriétés physico-chimiques du lait est donc essentielle pour son identification et le contrôle efficace de sa qualité.

Le présent travail a été conçu pour étudier les falsifications pratiquées sur le marché du lait à l'échelle nationale, ainsi que l'influence de ces adultérations sur les caractéristiques physico-chimiques du lait.

Les résultats montrent que les principaux réseaux de ramassage des échantillons étudiés sont concernés par le lait trafiqué. Les fraudes par des substances étrangères (formol, urée, eau oxygénée, eau de javel, amidon et antibiotiques) n'ont pas été détectées. L'écémage et le mouillage sont les pratiques dominantes qui ont été enregistrées dans les dix échantillons analysés des différentes régions. Les deux paramètres ayant confirmé la falsification sont le taux de matière grasse et le point de congélation.

Afin d'améliorer les conditions de collecte et répondre aux besoins du consommateur, il serait utile de:

- Favoriser et encourager la vente sur le site de production pour augmenter le prix de revient du litre de lait et des produits dérivés directement chez le fermier.
- Contribuer à l'augmentation de la production par un encadrement plus rapproché des producteurs laitiers permettant l'amélioration du potentiel génétique et des conditions d'élevage.

- Contribuer à l'amélioration de la qualité du lait collecté, grâce à une formation des éleveurs en matière d'hygiène du lait et grâce à un raccourcissement de l'intervalle de temps entre la traite au niveau du producteur et le refroidissement du lait au centre de collecte
- Mettre en place un système de contrôle et de détection des fraudes.
- Mieux équiper les laboratoires des coopératives, ou à défaut équiper un laboratoire central indépendant, afin de mieux contrôler la qualité des laits collectés.
- Sur le plan recherche, il serait utile d'entreprendre une étude plus élargie sur tout le territoire national afin d'en dégager les causes et les facteurs contributifs de ce fléau et proposer des solutions adéquates.

A

Abdellaoui L et Guezlane L.,(2010). Impact de l'alimentation sur la qualité physicochimique du lait de vache au niveau d'une exploitation de la région du centre : ITELV. Ecole nationale supérieure vétérinaire d'Algérie. p50.

Abdenouri N ; Idlimen A ; Kouhila M ;(2008). Etude hygroscopique du lait en poudre p.35-44.

Aboutayeb R ;(2009). Technologie du lait et dérivés laitiers <http://www.azaquar.com>.

Adrian J, Potus J et Fragne R .(1995). La science alimentaire de A à Z .Edition : la maison Rustique.Paris ,pp.244-245.

Afzal A, MS Mahmood, I Hussain, M Akhtar (2011). Adulteration and microbiological quality of milk (A Review). Pak. J. Nut. 10 (12): 1195-1202. <https://doi.org/10.3923/pjn.2011.1195.1202>

Aggad H, Mahouz F, Ahmed Ammar Y. et Kihal M., (2009). Evaluation de la qualité

Alais C, Linden G et Miclo L. (2008). Biochimie alimentaire, Dunod 6ème édition. Paris.

Alais C., (1984). Science du lait : principes et techniques laitiers.4ème éd, Paris: édition SEPAIC, 814 p.

Amariglio S., (1986). Contrôle de la qualité des produits laitiers : analyses physiques et chimiques.- 3ème éd.- Paris : ITSV. 1030p.

Amiot J, Fournier S, Lebeuf Y, Paquin P et Simpson R., (2002). Composition, propriétés physicochimiques, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyse du lait: transformation du lait/ Ecole polytechnique de Montreal. pp : 1-74. hygiénique du lait dans l'ouest algérien. Revue Med. Vet., 160, 12. pp : 590-595.

Amellal R. in Allaya M. (2000) (ed.). Les agricultures maghrébines à l'aube de l'an Montpellier : CIHEAM Options Méditerranéennes : Série B. Etudes et Recherches; n. 14 1995 pages 229-238

B

Beroza M, Bowman MC., (1996). Correlation of pesticide polarities with efficiency of milk extraction procedures. J. assos, off .agric. chem., 49, pp : 7-12.

Bhatti MY (2010). Formalin in milk consultancy report of Lahore High court. Free News alerts sms PT to 9900.

Blanc B. (1982). Les protéines du lait à activité enzymatique et hormonale. International dairy journal, 62. Pp : 350-395.

C

Carole L. (2002). Science et technologie du lait : transformation du lait. Québec : presse internationale polytechnique, p : 600. ISBN : 2-553-01.29-X.

Cauty I et Perreau JM. (2009). Conduite des troupeaux bovins laitiers. Production, qualité rentabilité. 2^{ème} édition France Agricole.

Cheftel JC et Cheftel H., (1996). Introduction à la biochimie, à la technologie des aliments. Vol 1. Ed. Tec & Doc : Lavoisier, Paris. Pp: 43.

Cerf, J. (1932). Étude comparative des principales constantes utilisées pour la détermination du mouillage du lait. Le Lait, 12(114), 300-317.

Combaldieu R. (1974) La fraude en matière alimentaire. In: Revue internationale de droit comparé. Vol. 26 N°3, Juillet-septembre. pp. 515-527.

D

Derby., (2001). Lait, nutrition et santé, Ed : Tec et doc, Lavoisier, Paris.

Diao M. (2000). La qualité du lait et produit laitiers. Institut sénégalais de recherches Agricoles. Édition GRET/ENDA-GRAF. Dakar. PP 1-7.

E

Echkoutte,(1997). Technologie et Inspection du lait et des produits laitiers ENV Toulouse - Chaire d'HIDAOA 184 P.

F

Financier ET (1997) Etude des fraudes du lait : mouillage et écrémage.

Fredot E., (2005). Connaissance des aliments base alimentaire et nutritionnelle de diététique, Tec et Doc, Lavoisier : 10-14PP397.

Fredot E (2006). Connaissance des aliments base alimentaire et nutritionnelle de diététique, Tec et Doc, Lavoisier : 25(397p).

G

Gaucheron F ;(2004). Minéraux et produits laitiers ; Tec et Doc ; Lavoisier ; 783(922p).

GOT R. (1997).Les enzymes du lait. *Ann Nutr Alim*, , **25** : A291-A311.

Goursaud J.,(1985). Composition et propriétés physico-chimiques. Dans Laits et produits laitiers vache, brebis, chèvre. Edition Tec et Doc Lavoisier, Paris.

H

Hanzen C. (2000). Propedeutique et pathologique male et femelle. Biotechnologie de la reproduction, pathologie de la glande mammaire.3^{ème} partie, 4^{ème} édition, pp.459-464.

Henzen C. (2010). Lait et produits laitiers. http://www.Theioruminant.Ulg.ac.be/notes/200910/R20_Glde_mamm_production_2010.pdf.

J

Jacquet J., (1969). Les antibiotiques dans le lait et les produits laitiers. *Econ, méd, anim.* 10, 13-17

Janet R, Croguennec T,Schuckm P., Brule G.(2008).Science des aliments : Tome 2 , technologie des produits alimentaires.Paris : Tec et Doc, lavoisier,PP58-59.

Joffin C et Joffin JN., (1999). Microbiologie alimentaire. Collection biologie et technique. 5^{ème} édition, p 11.

Jacques M. (1998). Initiation à la physicochimie du lait. Guides technologiques des **IAA**. Ed Tech & Doc Lavoisier. Paris. PP (13-199).

Jean Pien, J. Désirant, Mlle D. Lafontaine, (1954). La Recherche de l'eau oxygénée dans le lait. Le Lait, INRA Editions, , 34 (333_334), pp.133-145. hal-00928109.

L

Labioui H, Laarousi E, Benzakour A, El Yachioui M, Berny E et Ouhssine M. (2009). Étude physico-chimique et Microbiologique de laits crus. Bull. Soc. Pharm. Bordeaux, 148. Pp: 7-16.

Lascar Buruiana (1936). La recherche et le dosage de l'urine dans le lait. Le Lait, INRAEdition, 16(1557), pp.698-705. hal-00895244

Laug E et Mikalis A., (1963). Total diet study: strontium-90 and caesium-137 content. Off. Agric. Chem. 46, pp : 749-67.

Lederer J., (1983). Le lait ; Encyclopedie de l'hygiene alimentaire.tom 2, 2^{ème} édition. Paris, p132.

Leghari A, Kamboh AA, Dewani P, Abro SH, Umrani AP, Malhi KK, Rajput ZI, Lakho SA, Bano I, Shah JM (2016). Isolation of Mycobacterium bovis from milk and nasal discharge samples of cattle from Hyderabad and Tando Allahyar districts. J. Anim. HealthProd. 4(4): 105-110.

Linden, G (1987). Les enzymes. In : CEPIL. Le lait matière première de l'industrie laitière. CEPIL-INRA, Paris, 121-127.

Luquet FM, (1985). Laits et produits laitiers ; vache, brebis, chèvre. Tome 1 : Les laits, De la mamelle à la laiterie. Société Scientifique d'hygiène Alimentaire. Edition : Technologie et documentation- Lavoisier. Paris, 139p.

M

Mathieu J., (1998). Ecole nationale des industries du lait et des viandes de la Roche-Sur-Foron. Initiation à la physico-chimie du lait. Ed. Tec & Doc : Lavoisier, Paris. pp : 12-210.

Mathieu J., (1999). Initiation a la physicochimie du lait Tec & Doc : Lavoisier, Paris : 3-190(220 pages).

Mathieu, H, Le Jaouen JC, Luquet GM et Mouillet L., (1977). Etude comparative de la composition et de la contamination des laits des espèces laitières bovines, ovines et caprines. Le lait, 57, pp : 565-568.

Mercier JC.(1997).Transgénèses et modification quantitative et/ou qualitative de la composition du à de fins nutritionnelles. In :Frend G.(Eds.),Intérêts nutritionnels et diététique du lait de vache.Ed.INRA.Paris ,pp.169-177.

Michon G., (1963). Organisation d'un contrôle de la pollution radioactive du lait. Bull,acad, vét, 36, pp : 283-285.

Morel I., (1962). Enquêtes sur la présence d'antibiotiques dans le lait de trois zones de production. Lait, 42, pp : 593-601.

Murata, T., Zabik, M.E et Zabik, M. (1977). Polybrominated biphenyls in raw milk and processed dairy products. J. Dairy Sci, 60, p516.

N

Neville M.C et Jensen R. G ; (1995) the physical properties of humain and bovine milks In Jensen R ;Handbook of milk composition- General description of milks, Academic press; Inc 82(919pages).

P

Paul AA et Southgate DAT., (1978). Mc cance et Widdowson's the composition of foods. Elsevier/north holland Biomedical Press. Ed. Amsterdam, 23. 194p.

Puigserver A. (2004). Evaluation des risques liés à l'utilisation du formaldéhyde en alimentation animale. Agence française de sécurité sanitaire des aliment sp.25

Pougheon S. (2001). Contribution à l'étude des variations de la composition du lait et ses conséquences en technologie laitière. Thèse doctorat d'état en médecine vétérinaire, université Paul Sabatier de Toulouse, France.

Pougheon S et Goursaude.(2001).Contribution a l'étude des variations de la composition du lait et ses conséquences en technologie laitière.Thèse doctorat d'etat en médecine vétérinaire,Unversité Paul Sabatier de Toulouse, France.

R

Rheotest M (2010) Rhéomètre RHEOTEST ® RN et viscosimètre a capillaire RHEOTEST ® LK- Produit alimentaire et aromatisants <http://www.rheoest.de/download/nahrengs.fr.pdf>

S

Srairi MT et Hamama A., (2006). Qualité globale du lait cru de vache au Maroc, concepts, état des lieux et perspectives d'amélioration. Transfert de technologie en agriculture, 137. pp : 1-4.

T

Thapon J.L., (2005). Science et technologie du lait. Ed. Agrocampus, Rennes. pp : 6-38.

Thieulin G et Vuillaume R (1967).Éléments pratique d'analyse et d'inspection du lait de produits laitiers et des œufs –revue générale des questions laitières 48 avenue.Président Wilson.Pris :71-73 PP 388.

V

Vanier P., (2005). Le lait au fil du temps, Usages culinaires, Conservation, Écologie et environnement .p 65.

Varnam AH et Sutherland P., (2001). Milk and Milk Products: Technology, Chemistry, and Microbiology. Volume 1 Food products series. An Aspen Publication. New York. pp:35-37.

Veisseyre R., (1975). Technologie du lait: Principes des techniques laitières 3ème éd, Paris,SEPAIC, 714 p.

Vierling E.(2003).Aliments Aliments et boisson filière et produits. 2^{ème} édition, Editeur, centre régionale de la documentation pédagogique d'Aquitaine :11 PP :270

Vierling E. (2008).Aliments et boisson filières et produits. 3^{ème} édition Bioscience et technique. Paris PP15-16.

Vignola C L. (2002). Science et technologie du lait : Transformation du lait – Montréal presse internationale polytechnique 600p.

Normes et textes réglementaires :

AFNOR., (1985). Contrôle de la qualité des produits laitiers –Analyses physiques et chimiques, 3ème édition.

AFNOR., (1980). Recueil des normes françaises. Lait et produits laitiers.

AFNOR. (1999). Lait et produit laitiers. Volume 1. 5ème Ed. Paris. PP; 117-341.

Codex Alimentarius.,(1999). Norme générale pour l'utilisation de termes de laiterie

CODEX STAN 206. Pp : 1-4.

CIPC Lait Commission Interprofessionnelle des Pratiques Contractuelles., 2011. Avis relatif à la définition et aux méthodes d'analyse de l'acidité du lait n°2011-02.

J.O.R.A.n°69, (1993). Arrêté interministériel du 29 Safar 1414 correspondant au 18 août 1993 relatif aux spécifications et à la représentation de certains laits de consommation. P. 17.

NF V 04. 207 ., (1970). Lait : Détermination de l'extrait sec total.

NF V04-305., (1985). Détermination de l'acidité titrable du lait et produit laitiers.

Résumé :

Le lait de vache est un aliment complet, il contient la plupart des éléments nécessaires au développement et au maintien des fonctions de l'organisme : riche en minéraux, protéines, vitamines et matières grasses. Notre travail est porté sur la recherche de fraudes dans quelques échantillons de lait cru de la willaya de Bejaia. Le contrôle de la qualité physicochimique selon les normes de la réglementation nationale montre que les échantillons de lait cru sont pour la plupart frelatés.

Les échantillons les plus falsifiés sont provenant d'Adkar, 22g/l en matière grasse et la région Souk eltenine avec une valeur de 84.54g/l en extrait sec totale.

Mots clés : lait cru, analyse physicochimique, recherche de fraudes.

Abstract:

Cow's milk is a complete food, it contains most of the elements necessary for the development and maintenance of the body's functions: rich in minerals, proteins, vitamins and fats. our work is focused on detecting fraud in a few samples of raw milk from Bejaia's willaya. Physico-chemical quality control in accordance with the standards of national regulations shows that raw milk samples are mostly adulterated.

The most falsified samples are Adkar , 22g/l in fat and Souk eltenine regions with a value of 84.54g/l extracts its total.

Keywords: raw milk, physico-chemical analysis, fraud detection.