

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 de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



Réf:.....

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

MASTER

Thème

**Suivi de la stabilité de la vitamine D3 dans le lait UHT
demi écrémé de type VIVA**

Présenté par :
BEDHOUCHE MASSIVA & BENSIDHOUM SASSA

Soutenu le : 29/06/2024

Devant le jury composé de :

Mme. BOULEKBACHE.	Professeur	Président
Mme.KAANIN.GH	MAB	Encadreur
Mme. BRAHMI. F	Professeur	Examineur

Année universitaire : 2023 / 2024

Remerciements

Tout d'abord, nous remercions sincèrement nos parents pour leur soutien financier et moral sans faille, qui a été indispensable tout au long de ce projet

Nous tenons à exprimer notre gratitude particulière à notre encadrante Mme KAANIN-BOUDRAA G. pour son accompagnement, sa patience et ses conseils précieux.

Un grand merci à BACHIR BEY pour son orientation précieuse et ses conseils avisés, qui ont guidé mes pas et enrichi ce travail.

Nous tenons également à exprimer notre reconnaissance à Mr BOUCHENWA et Mr ATHMANI pour leur aide et leur encouragement tout au long de cette aventure.

Nous remercions chaleureusement l'équipe de Candia pour leur collaboration et leur soutien.

Un remerciement spécial à Madame OMARI pour son accompagnement et son soutien continu.

Enfin, nous rendons grâce à Dieu pour sa bénédiction et son soutien, qui nous ont donné la force et la persévérance nécessaires pour mener à bien ce mémoire.

Sassa et Massiva

Dédicaces

Je dédie ce mémoire à mes parents pour leur amour, leur soutien et leur encouragement constants tout au long de mon parcours.

À mes sœurs Insaf et Amal, pour leur complicité et leur soutien indéfectible.

À mes oncles Ali, Majid, Rabie et surtout Ilyam, pour leur présence et leurs conseils précieux

À mes amies Hanane, Warda et Khawla, Sassa pour leur amitié et leur soutien tout au long de cette aventure

.À mes grands-parents qui nous ont quittés, leur souvenir continue de m'inspirer chaque jour

Je remercie Dieu pour Ses bénédictions et Sa guidance tout au long de ce parcours.

Massiva

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A mes très chers parents Pour leurs patiences, leurs sacrifices, leurs douceurs et leur intérêt constant ma réussite académique. Que dieu leurs procure bonne santé et longue vie

A mes adorables frères RIAD, LAMINE et AIMAD pour leurs amour et compréhension.

A toute ma grande famille sans exception : mes oncles, tantes, cousins, cousines et particulièrement à ma petite cousine LINA.

A mon fiancé MASSI. Merci pour tes conseils et tes encouragements

A ma binôme MASSIVA Merci pour ton sérieux, ta rigueur, et ton soutien.

A tous mes très chers amis Particulièrement Najdet.

A toute promotion QPSA 2023/2024 et les personnes qui me connaissent et qui m'aiment.

Sassa

Table de matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Chapitre I Généralités sur le lait UHT demi écrémé –VIVA

I.1 Définition du lait 2

I.2 Lait stérilisé uht..... 2

I.3 Lait stérilisé de type VIVA 2

I.4 Composition chimique et valeurs nutritionnelles du lait UHT VIVA : 3

I.5 Matières premières utilisée..... 3

 I.5.1 Poudre 3

 I.5.2 Eau 4

I.5.3 Vitamines d'enrichissement 4

I.6 Processus de fabrication 4

 I.6.1 Reconstitution..... 4

 I.6.2 Traitement thermique 5

I.7 Avantages et inconvénients du traitement thermique UHT 7

I.8 Nouveau procédé combinant la microfiltration et l'homogénéisation 9

Chapitre II Généralités sur la vitamine D3

II.1 Définition 9

II.2 Voies de synthèse..... 9

 II .2.1 Synthèse cutanée de la vitamine D3..... 9

 II.2.2 Sources alimentaires de la vitamine D3 9

II.3 Rôle physiologique 10

 II.3.1 Le mécanisme phosphocalcique..... 10

II.3.2 Système immunitaire.....	10
II.4 Apports nutritionnels recommandés	10
II.5 Hypovitaminose D	11

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.1 Échantillonnage	12
III.2 Analyses physicochimiques de l'eau.....	12
III.2.1 Potentiel d'hydrogène pH	12
III.2.2 Conductivité.....	13
III.2.3 Dureté totale ou titre hydrotimétrique	13
III.2.4 Titre alcalimétrique(TA) et titre alcalimétrique complet(TAC)	14
III.2.4.1 Détermination du TA (titre alcalimétrique)	14
III.2.4.2 Titre Alcalimétrique Complexe (TAC).....	14
III.3 Analyses physico-chimiques de la poudre :	15
III.3.1 Reconstitution	15
III.3.2 Taux d'humidité :.....	15
III.3.3 Détermination du potentiel d'hydrogène (pH)	15
III.3.4 Acidité :.....	15
III.3.5 Détermination de MG et PT.....	16
III.3.6 Teste RAMESDELL.....	16
III.3.7 Test bain d'huile	16
III.4 Analyses physicochimiques du produit fini.....	16
III.4.1 Extrait sec total	17
III.4.2 Extrait sec dégraissé.....	17
III.4.3 Détermination de la teneur en matière grasse	17
III.4.4 Test de peroxyde	18
III.4.5 Test NIZO	18
III.4.6 Test de densité	18
III.5 Appréciation sensorielle	19

III.6 Analyses microbiologiques des eaux.....	19
III.6.1 Recherche des coliformes	19
III.6.2 Entérocoques.....	20
III.6.3 Recherche des sulfito-réducteurs	20
III.7 Cytométrie :	20
III.8 Epreuves de stabilité lait UHT VIVA	21
III.9 Dosage de la vitamine D3.....	22
III.9.1 Méthode du dosage	23
III.9.1.1 Principe de HPLC :	23
III.9.1.2 Méthodologie	23

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1 Eau de process	25
IV.1.1 Analyses physicochimiques.....	25
IV.1.2 Analyses microbiologique de l'eau	26
IV.2 Analyses physicochimiques de la poudre du lait	26
IV.2.1 Analyses sensorielles de la poudre	26
IV.2.2 Analyses physicochimiques de la poudre	27
IV.3 Produit fini.....	30
IV.4 Cytométrie	32
IV.5 Epreuve de stabilité	32
IV.6 Dosage de la vitamine D	33
Conclusion.....	36

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des abréviations

ADE : Société Algérienne des Eaux.

ANC : Apports Nutritionnels Conseillés.

BCPL : Bromo-Cresol Pourpre Lactose.

EST : Extrait Sec total.

ESD : Extrait Sec Dégraissé.

EDTA : Ethylène Diamine Tétra Acétique.

E. coli: Escherichia coli.

FAO: Food and Agriculture Organization of the united nations.

HPLC : Chromatographie Liquide à Haute Performance.

INRA : Institut National de la Recherche d'Algérie.

JORA : Journal Officiel de la République Algérienne.

MG : Matière Grasse.

NET : Noir Erichrome T.

PAE : Prélèvement Automatique d'échantillons.

PT : Protéines total.

PH : Potentiel d'hydrogène.

PCA : Plant Count Agar.

TA : Titre Alcalimétrique.

TAC : Titre Alcalimétrique Complet.

TH : Titre d hydrotimétrique.

UHT : Ultra Haute Température.

VF : Vionde Foie.

Liste des tableaux

Tableaux	Titres	Pages
I	Valeurs nutritionnelles du lait uht VIVA	3
II	Avantages et inconvénients du traitement thermique UHT	8
III	Apports nutritionnels conseillés en vitamine D3 pour la population	11
IV	Analyses physicochimiques du produit fini	17
V	Résultats des analyses physicochimiques de l'eau	25
VI	Résultats des analyses microbiologiques de l'eau	26
VII	Résultats des analyses sensorielles de la poudre de lait	27
VIII	Résultats physicochimiques de la poudre de lait	27
IX	Résultats des analyses du taux d'humidité	28
X	Résultats des analyses du test RAMESDELL	29
XI	Résultats des analyses du test au bain d'huile	30
XII	Résultats physicochimiques du produit fini	31
XIII	Résultats microbiologiques de lait uht VIVA par cytométrie	32
XIV	Résultats de l'épreuve de stabilité du lait uht VIVA	33

Liste des figures

Figures	Titres	Pages
01	Effet de l'homogénéisation sur la taille des globules gras	6
02	Organisation général de procédé de pasteurisation du lait	6
03	Structure chimique de la vitamine D2 et D3	9
04	Schéma représentant notre approche méthodologique pour évaluer la stabilité de la vitamine D3	22
05	Résultats des analyses du taux d'humidité de la poudre de lait	28
06	Résultats des analyses du test RAMESDELL de la poudre de lait	29
07	Résultats des analyses du test au bain d'huile de la poudre de lait	30
08	Résultats des analyses du test NIZO sur le produit fini	31
09	Résultats du dosage de la vitamine D3 par HPLC	35
10	Chromatogramme du dosage de la vitamine D3 par HPLC (4°C/21 jours)	36
11	Chromatogramme du dosage de la vitamine D3 par HPLC (25°C/21 jours)	37
12	Chromatogramme du dosage de la vitamine D3 par HPLC (55°C/7jours)	38
13	Chromatogramme du dosage de la vitamine D3 par HPLC (55°C/14jours)	39
14	Formation et activation de la vitamine D3	Annexe III
15	Milko Scan	Annexe III

Introduction

Introduction

L'importance de la consommation de lait en Algérie est à la fois nutritionnelle et culturelle. Les Algériens consomment principalement du lait et des produits laitiers dans leur alimentation quotidienne, et le pays figure parmi les plus grands consommateurs de lait au monde. Cette situation témoigne de la reconnaissance de la valeur nutritive du lait. Le lait est un aliment complet sur le plan nutritionnel, il s'agit d'un complexe biologique composé de graisses, de protéines, de minéraux, de vitamines, d'enzymes et d'hydrates de carbone (Board July, September 2017).

Le lait est l'objet optimal pour l'enrichissement vital en vitamine D, et par conséquent l'obtention d'un produit alimentaire fonctionnel dont la fabrication permettra de combler le déficit en calciférol dans le régime alimentaire de la population et dans les régions où cela est nécessaire (Petrova, Lapteva et al, 2020).

Le lait UHT VIVA est un lait demi écrémé stérilisé à ultra haute température, enrichi en vitamine D3, cette dernière est un bioactif liposoluble sensible à la lumière, à la chaleur et à l'oxygène. Elle est utilisée dans le métabolisme minéral, notamment associé au calcium et au phosphore, et prévient le diabète sucré, et l'hypertension. La vitamine D est synthétisée dans la peau par la lumière du soleil ou apportée par l'alimentation. Les sources alimentaires de vitamine D sont très limitées et sa carence a été signalée dans de nombreux pays (Hasanvand, Fathi et al. ,2015).

La non-conformité de l'enrichissement du lait en vitamine D est un problème récurrent et peu d'informations sont disponibles sur la situation actuelle, la stabilité de la vitamine D au cours du stockage peut donner des indications pour fortifier les aliments avec une concentration ciblée (Liu, 2013).

C'est dans cette optique que s'inscrit notre étude, dont l'objectif est de suivre la stabilité de la vitamine D3 dans le lait UHT demi écrémé type VIVA et cela par le dosage de cette vitamine par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) au niveau de laboratoire privé de contrôle de qualité et de conformité de Blida, et cela après avoir étuvé les briques de lait UHT VIVA produit par l'unité Tchén-lait/ Candia à température 4°C, à température ambiante pendant 21 jours, à 55°C/7jours et à 55°C/14 jours.

Partie théorique
Synthèse Bibliographie

Chapitre I
Généralités sur le lait UHT demi
écrémé -VIVA

I.1 Définition du lait

Le lait est le produit de sécrétion des glandes mammaires des mammifères destinés à l'alimentation du jeune animal naissant. Au-delà de cette fonction, le lait peut être transformé en plusieurs produits alimentaires. Au préalable, la connaissance approfondie de la composition et des propriétés physiques et chimiques du lait est indispensable afin de bien comprendre l'évolution de ses constituants au cours des procédés de fabrication des produits laitiers (Vuillemand, J. 2018).

I.2 Lait stérilisé UHT

C'est un lait soumis à un traitement thermique aboutissant à la destruction ou à l'inhibition totale des enzymes, des microorganismes notamment les spores et de leurs toxines, dont la présence ou la prolifération pourrait altérer le lait ou le rendre impropre à la consommation.

Le procédé d'ultra haute température implique l'utilisation successive des deux techniques suivants traitements par chauffage direct ou indirect en flux continu, appliqué en une seule fois de façon ininterrompue pendant un temps très court 1 à 3 secondes à une température environ 140°C. Suivi d'un conditionnement aseptique dans un contenant stérile clos, étanche aux liquides et aux microorganismes et permettant de soustraire le lait à toute influence défavorable de la lumière (J.O.R.A N°69, 1993).

I.3 Lait stérilisé de type VIVA

C'est un lait enrichi, demi écrémé et stérilisé à ultra haute température, dont il additionné d'un mix vitaminé y compris de la vitamine D3 sous forme d'une poudre et qui sont solubles dans l'eau. Le lait UHT de type VIVA a une date limitée de consommation jusqu'à trois mois après la date indiquée sur l'emballage.

En effet, une fois ouvert il faut le conserver à froid à 6°C et le consommer dans les quatre jours. Lors la réfrigération, les microorganismes psychotropes peuvent se développer à des températures très basses, certains d'entre eux produisant des enzymes résistantes à la chaleur. La durée de conservation du lait traité à ultra haute température est largement influencée par la présence des protéases thermostables (Mottar, 1984).

I.4 Composition chimique et valeurs nutritionnelles du lait UHT VIVA

Ci-dessous se trouve la composition et les valeurs nutritionnelles détaillées du lait demi écrémé mettant en évidence la qualité nutritionnelle

Tableau I : Valeurs nutritionnelles du lait UHT VIVA

Les composants du lait UHT VIVA	Valeurs nutritionnelles moyennes pour 100 ml
Eau %	90
Matière grasse g/l	16
Glucides (g)	4,5
Protéines (g)	3
Calcium (mg)	120
Vitamine D 3 (µg)	0,75
Vitamines pour 100 ml	
B1 :0,17mg	B2 :0,21mg
B3 :2,4mg	B5 :0,9mg
B6 :0,21ug	B8 :7,5ug
B9 :30ug	B12 :0,38ug
E:1,8mg	

I.5 Matières premières utilisées

I.5.1 Poudre

Elle se présente sous forme de poudre blanche ou légèrement blanc cassé, elle est homogène et exempte d'impuretés, d'agglomérats et de particules colorées. La poudre est essentiellement constituée de matières sèches du lait et d'une petite quantité d'eau. Le lait en poudre est défini dans le Code standard 207-1999 comme « un produit laitier obtenu par déshydratation du lait » (Veisseyre, R. 1979).

Les poudres utilisées pour la fabrication du lait UHT VIVA sont :

La poudre 26% : le (26%) désigne que le lait contient au moins 26 % de matière grasse laitière en poids.

La poudre 0% : le (0%) désigne que le lait contient 0 % de matière grasse laitière en poids (J.O.R.A n°35 ,1998).

I.5.2 Eau

L'eau doit être traitée, facile à boire et répondre aux critères standards fixés par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS). Microbiologiquement, il doit être exempt de pathogènes, pour plants physiques et chimiques, elle doit être exempt de pesticides et de nitrates, avoir une dureté totale de 0 à 15 °F et un pH proche du neutre (FAO, 1995).

I.5.3 Les vitamines d'enrichissement

Un kit vitaminé, comprenant un mélange de vitamines fourni par le service recherche et développement et de la vitamine D3 en dosette est intégré dans le processus de fabrication du lait UHT de type VIVA garantissant ainsi un apport optimal en vitamines dans le produit fini.

I.6 Processus de fabrication**I.6.1 Reconstitution****➤ Lait reconstitué**

La reconstitution d'un lait demi écrémé se fait en mélangeant l'eau de process dont la température varie entre 20 à 25 °C avec la poudre du lait pour obtenir un produit fini ayant une teneur en matière grasse de 16g /l et 109 g/l d'extrait sec total. Deux types de poudre sont utilisées, l'une contenant 0% de la matière grasse et l'autre 26%, ou simplement utiliser une poudre avec 14,5% de matière grasse selon la disponibilité et le type de la matière première. Pour enrichir le lait VIVA demi-écrémé, on ajoute un mélange de vitamines ainsi que la vitamine D3 afin d'améliorer sa valeur nutritionnelle.

Le mélange se fait par un système de préparation appelé Almix. Cette technologie vise à obtenir un mélange bien homogène pour la libération du produit semi fini, elle est conçue d'une cuve et une turbine qui agissent comme un mixeur. L'injection de la poudre se fait par aspiration à l'aide d'un système sous vide, tout en faisant circuler l'eau de process en boucle fermée depuis le tank de préparation vers la cuve Almix puis récupérer vers le tank de préparation, ce circuit fermé reste maintenu jusqu'à la fin du poudrage (Méthode interne).

➤ Filtration et refroidissement

La filtration vise à éliminer les impuretés physiques du lait en le passant à travers un filtre pressé, puis il est acheminé vers des échangeurs de chaleurs à plaques où il est

refroidi à 4° C à l'aide de l'eau glacée ce qui permet de préserver le lait en évitant toute détérioration microbiologique (Viesseyre, 1979).

I.6.2 Traitement thermique

➤ Préchauffage

Une fois la reconstitution terminée, le lait est pompé vers un échangeur à plaques puis il est préchauffé à une température de 68°C afin d'éviter tout choc thermique du lait (Moller, 2000)

➤ Dégazage

Après le préchauffage, le lait demi écrémé à 68°C est introduit de manière tangentielle dans une cuve équipée d'un dégazeur sous vide, les gaz transportés par la vapeur remontent vers le haut de la chambre où ils sont aspirés par une pompe sous vide située en haut, tandis que les vapeurs se condensent dans le condenseur en spirale et retombent dans le produit cette étape vise à éliminer les odeurs caractéristiques du lait reconstitué ainsi que les bulles d'air dispersées dans le produit (Oukil, 2017) .

➤ Homogénéisation

L'homogénéisation consiste à réduire la taille des globules gras du lait, empêchant ainsi la formation d'une couche crémeuse. Ce processus se déroule sous une pression élevée de 200bar, où le lait est poussé à travers une valve d'homogénéisation (orifice) dont le diamètre est inférieur à celui des globules gras. (Kilara, 2011).

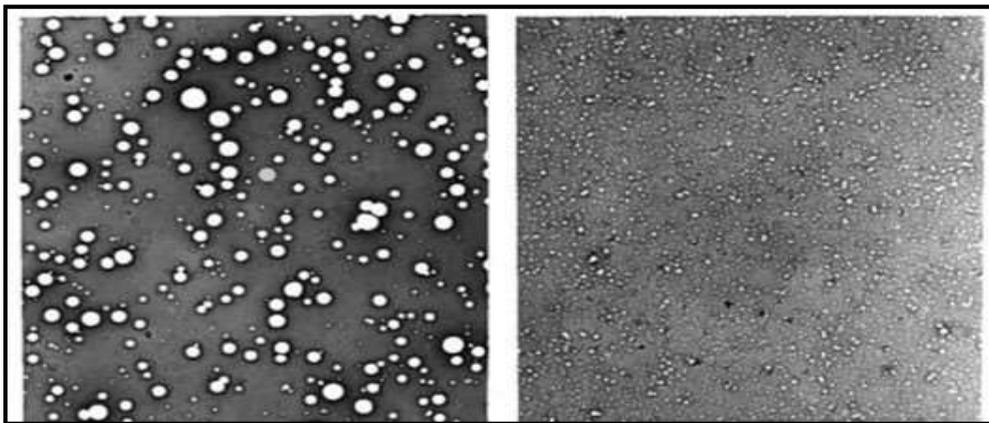


Figure 01 : Effet de l'homogénéisation sur la taille des globules gras.

➤ Pasteurisation

La pasteurisation est un traitement thermique utilisé pour détruire la flore pathogène non sporulée et la majorité de la flore non pathogène d'altération d'aliments (Chillet, 2011).

D'après JORA n°69(1993), la pasteurisation dans les laits UHT est considérée comme une étape de stérilisation des protéines afin de passer à une température de 100 °C sans dénaturer la constitution physicochimique du lait.

Le lait homogénéisé est acheminé vers un échangeur à plaques afin d'être chauffé à 95°C pendant 60 secondes. L'objectif de la pasteurisation est d'améliorer la qualité microbiologique du lait en réduisant le nombre des microorganismes nuisibles et pathogènes présents dans le lait jusqu'à ce qu'ils ne présentent aucun risque sanitaire pour la santé humaine. De plus, elle permet de prolonger la durée de conservation du lait en minimisant les modifications chimiques, physiques et organoleptiques (Deeth, 2009).

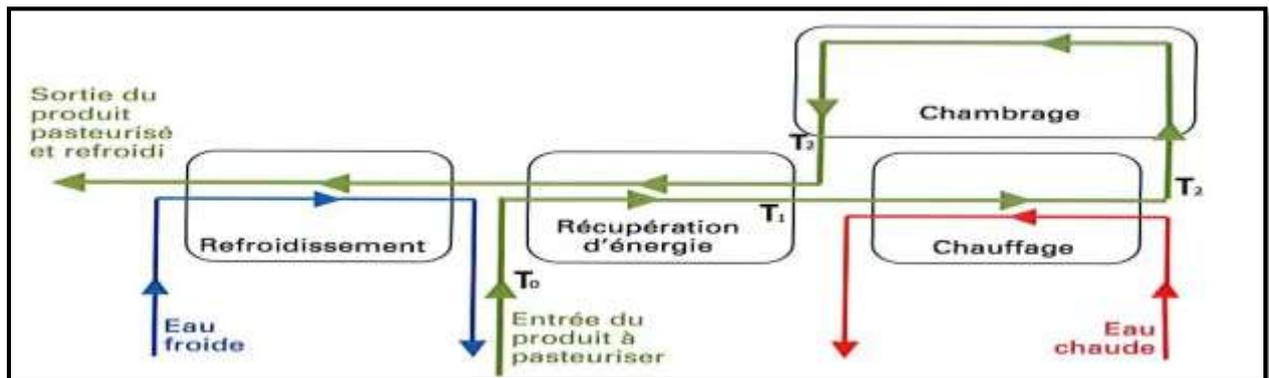


Figure 02 : Organisation générale du procédé de pasteurisation du lait

➤ Stérilisation

L'objectif de la stérilisation est de détruire la totalité des microorganismes présents dans le lait y compris les spores et inhiber la totalité des enzymes. Après avoir obtenu le lait pasteurisé, il est ensuite transféré à la section de chauffage (échangeur tubulaire) où il sera chauffé à une température de 140°C pendant trois à quatre secondes dans le chambreur (Méthode interne). La stérilisation n'est garantie que si elle est accompagnée d'un conditionnement aseptique et uniquement dans ce cas. Les procédés UHT utilisent :

Le chauffage indirect dans des échangeurs tubulaires ou à plaques.

Le chauffage direct par contact du lait et de la vapeur d'eau sous pression

➤ **Refroidissement**

Après le traitement UHT, le lait est refroidi en utilisant de la glace et de l'eau froide jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante 20°C. Ensuite, il est transféré vers une cuve aseptique pour un stockage intermédiaire très court avant d'être acheminé vers la conditionneuse aseptique (Gösta Bylund, 1995).

➤ **Conditionnement aseptique**

L'objectif du conditionnement aseptique consiste à remplir un récipient préalablement stérilisé et à le refermer avec un système stérile afin d'éviter toute contamination microbienne du produit conditionné (Odet G. 1985).

Les briques qui seront utilisées pour recevoir le lait UHT sont fabriquées à partir de tétra brik aseptique, ces structures sont constituées de quatre couches de matériaux : du polyéthylène, du plastique, de l'aluminium et du papier, elles ont une résistance aux gaz, à l'eau, et à la lumière. Ces briques sont stérilisées au moyen d'un jet de peroxyde d'hydrogène (Muthwill F, 1998).

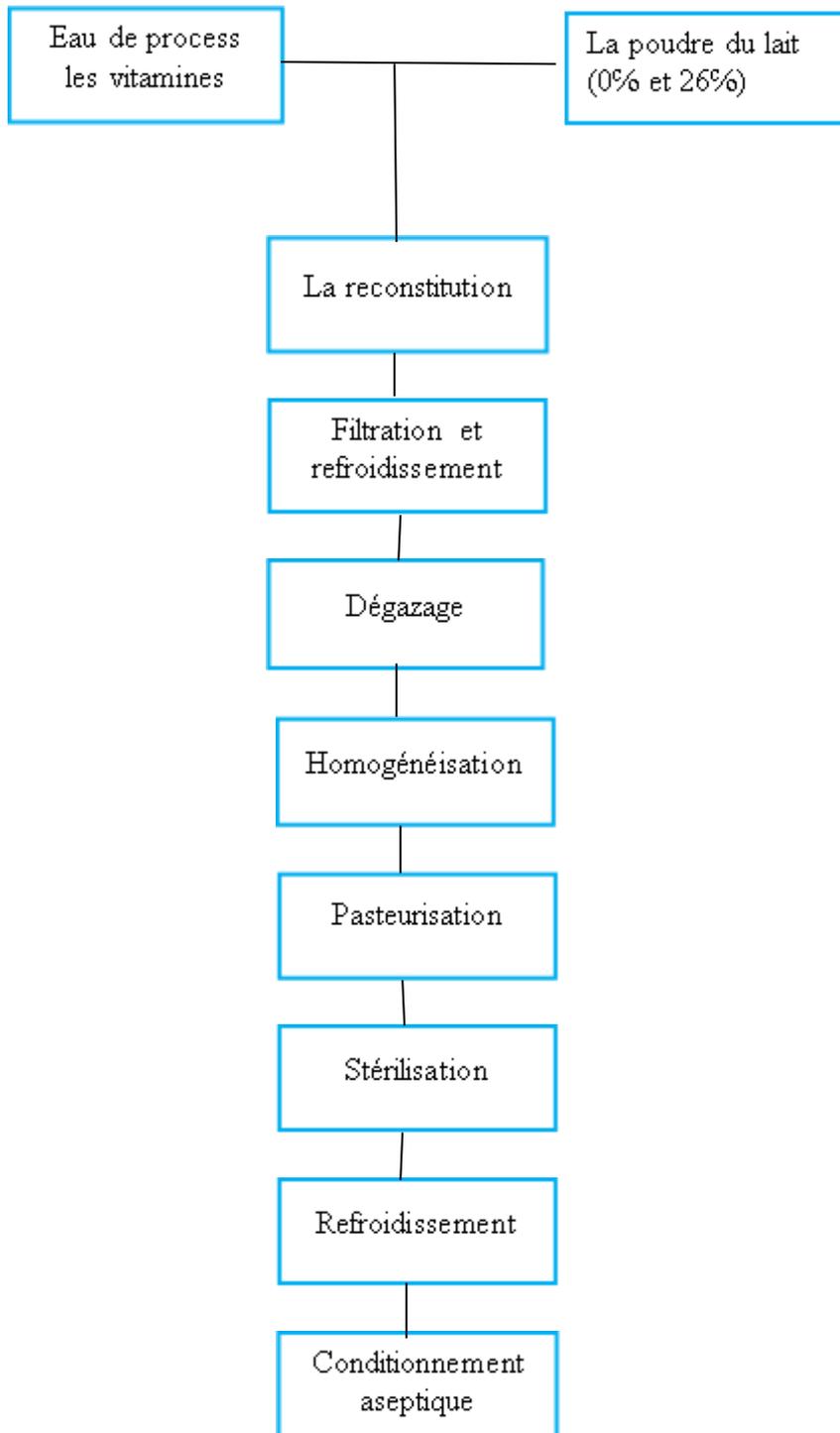


Diagramme de fabrication du lait UHT demi écrémé de type VIVA

I.7 Avantages et inconvénients du traitement thermique UHT

Le traitement thermique présente de nombreux inconvénients et avantages, dont certains sont mentionnés dans le tableau II.

Tableau II : Avantages et inconvénients du traitement thermique UHT

Les avantages	Les inconvénients
Permettre au lait d'être conservé durant une longue période sans réfrigération tant que l'emballage n'est pas ouvert (Lamontagne, M et al... 2002).	Les hautes températures du traitement UHT peuvent entraîner une légère dégradation de certaines vitamines thermosensibles
Détruit rapidement les micro-organismes tout en minimisant les modifications des composants du lait (Odet et al, 1985). De plus bactéries et les spores sont détruites et de enzymes sont inactivées (Ryckaert, 2003).	-L'augmentation de sa viscosité au cours du temps jusqu'à la formation éventuelle d'un gel (Cayot et Lorient, 1998).
Le traitement UHT assure une meilleure préservation de la valeur nutritionnelle grâce à une moindre dégradation des vitamines thermosensibles.	Un chauffage accéléré peut provoquer la réaction de Maillard en formant un complexe entre la lysine et le lactose, qui peut affecter le goût du lait

I.8 Nouveau procédé combinant la microfiltration et l'homogénéisation

La microfiltration est une alternative aux traitements thermiques, elle permet de préserver la qualité nutritionnelle et gustative du lait contrairement au procédé d'ultra haute température qui entraîne des modifications irréversibles de la qualité nutritionnelle et organoleptique. Pour cela un nouveau procédé a été mis par l'INRA : faire passer la matière grasse à travers la membrane de la microfiltration pour obtenir un lait demi écrémé a long durée de conservation.

Cette technologie consiste à réaliser deux homogénéisations successives de la matière grasse en réduisant la taille des globules gras de 4 à 0,3µm suivie de la microfiltration tangentielle sur une membrane de 0,8µm pour éliminer la flore microbienne (Lopez and Fauquant, 2016).

Chapitre II :
Généralités sur la vitamine D3

II.1 Définition

La vitamine D3 est un composé liposoluble sécostéroïde qui joue un rôle crucial dans le corps humain une fois hydroxylée (Mahmoodani, Perera et al. 2017). La vitamine D se divise généralement en deux formes principales la vitamine D3 également appelée cholécalciférol qui provient à la fois de sources humaines et animales et la vitamine D2 ou ergocalciférol d'origine végétale. La vitamine D3 a une efficacité d'au moins trois fois supérieure à celle de la vitamine D2 même si les deux peuvent avoir un effet biologique (Souberbielle 2014).

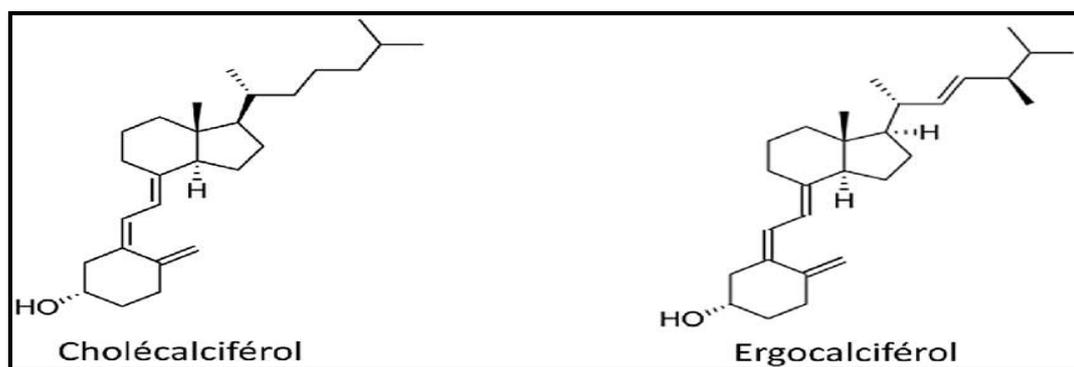


Figure 03: Structure chimique de la vitamine D2 et D3

La vitamine D2 se distingue de la vitamine D3 par l'ajout d'un groupement méthyle 28 sur le carbone 24 et par la présence d'une double liaison entre les carbones 22 et 23.

II.2 Voies de synthèse

II .2.1 Synthèse cutanée de la vitamine D3

La principale source de vitamine D3 est la synthèse endogène qui se produit dans l'épiderme sous l'effet des rayons ultraviolets B (UVB) provenant de l'ensoleillement. Ce processus débute avec le 7-déhydrocholestérol, un intermédiaire de la synthèse du cholestérol, présent dans les membranes des cellules du derme et de l'épiderme. L'énergie des rayons UVB transforme le 7-déhydrocholestérol en pré-vitamine D3, qui est ensuite rapidement convertie en vitamine D3 sous l'effet de la chaleur, puis libérée dans la circulation sanguine (Jean-François, 2014).

II.2.2 Sources alimentaires de la vitamine D3

Il existe peu d'aliments contenant la vitamine D3, elle est principalement présente dans les huiles de foie de poissons, dans certains poissons gras (saumons, sardines, harengs, maquereaux), dans le jaune d'œuf ou encore dans le foie. Le lait, le jus d'orange, le pain ou les céréales contiennent aussi une petite quantité de vitamine D3 naturellement et une

grande quantité lorsque ces aliments sont enrichis (dans la limite de 1,25ug / 100g) (Jean-François, 2014).

II.3 Rôle physiologique

II.3.1 Le mécanisme phosphocalcique

Lecacitriol (1,25 (OH)₂ D3) est la forme active de la vitamine D3 son rôle principal est de maintenir les niveaux de calcium dans le sang, elle permet une absorption efficace du calcium provenant de l'alimentation au niveau de l'intestin, et favorise la réabsorption du calcium au niveau du rein, réduisant ainsi les pertes urinaires (calciurie). La (1,25 (OH)₂ D3) influence aussi le métabolisme du phosphate en induisant l'expression de l'hormone FGF23, qui augmente la phosphaturie en diminuant la réabsorption du phosphate par le rein permettant ainsi une minéralisation efficace de l'os (Jehan and Voloc, 2014).

II.3.2 Système immunitaire

Des résultats importants concernant le rôle de la vitamine D dans l'immunité, la plupart des cellules immunitaires contiennent des récepteurs à la vitamine D comme les macrophages et les cellules dendritiques de type B et T. Agissant à la fois sur l'immunité innée et acquise La vitamine D a pour effet d'accroître l'activité anti microbienne en lien avec les macrophages et les monocytes.

II.4 Apports nutritionnels recommandés

Selon les directives nationales concernant les Apports Nutritionnels Conseillés (ANC) en vitamine D, il est recommandé que la population s'expose régulièrement au soleil, étant donné que la production endogène couvre en moyenne 50 à 80% des besoins quotidiens en vitamine D (DE, 2011).

Ces recommandations soulèvent des difficultés car la vitamine D provient de deux sources (cutanée et alimentaire) et si la synthèse cutanée est insuffisante, les antioxydants naturels seront très limités.

Tableau III : Apports Nutritionnels Conseillés en vitamine D pour la population.

Groupes de population	UI/jour	µg/jour
Nourrissons	800-1000	20-25
De 1 à 3 ans	400	10
De 4 à 12 ans	200	5

De 13 à 19 ans	200	5
Homme	200	5
Femme	200	5
Femme enceinte, allaitant	400	10

II.5 Hypovitaminose D

L'évaluation du statut vitaminique D est basée sur la mesure de la 25OH sérique. Sa concentration dans le sang correspond à la quantité de la vitamine D synthétisée par l'organisme après une exposition cutanée et à l'apport nutritionnel. (Bosomworth NJ, 2011).

Un accord est établi concernant l'utilisation des points de repère suivants :

Carence : moins de 25 nmol/l ; cause des maladies à courte latence comme le rachitisme chez l'enfant et l'ostéomalacie chez l'adulte.

Insuffisance : 25 à 75 nmol/l; cause des problèmes à longue latence comme l'ostéoporose, les fractures et les chutes.

Niveau optimal : 80 nmol/l.

Partie pratique

Chapitre III :
Matériel et méthodes

Présentation de l'entreprise : (Annexe I)**III.1 Échantillonnage**

Avant d'exécuter une analyse, il faut effectuer un certain nombre d'opérations très importantes qui affectent grandement la qualité des résultats de l'analyse. Après avoir sélectionné les échantillons ou déterminé la localisation et les conditions des échantillons, ces échantillons doivent être collectés et soumis en bon état à un laboratoire d'analyse (Guiraud et Galzy, 1980).

➤ Eau

Les eaux de process sont prélevées dans des flacons de 250 ml pré-stérilisés et étiquetés à la station d'eau de l'unité de production. La technique consiste à ouvrir le robinet et laisser couler l'eau pendant 1 à 2 minutes pour éviter une éventuelle contamination, et remplir le flacon d'échantillon. (Rodier, 1996).

➤ Poudre de lait

L'unité Tchén-Lait ramène la poudre de lait dans des palettes, chaque palette possède 25 sacs de 25 kg de la poudre de lait soit à 26% ou 0% de MG. Prélever l'échantillon au fond du sac à l'aide d'une spatule métallique stérile, (1 échantillon pour chaque lot).

➤ Produit fini

Prélèvement d'une brique au début, au milieu et à la fin du conditionnement de chaque lot.

➤ Cytométrie

Le prélèvement des échantillons se fait automatiquement par le système PAE, (Prélèvement Automatique d'Échantillons) permet de prélever automatiquement une brique d'une chaîne de 499 briques, soit 60 unités sur un total de 30000.

Les échantillons ont été étiquetés et transférés à la salle d'étuvage à Température de 30 °C pendant 24 heures.

III.2 Analyses physicochimiques de l'eau**III.2.1 Potentiel d'hydrogène pH****➤ Mode opératoire**

Étalonner le pH mètre avec deux solutions tampons à pH =4 et pH=7, introduire la sonde du pH et celle de la température dans la solution mettre la solution à analyser à température de 25°C, Si la température de l'eau est inférieure à 25°C, on place le bécher dans l'eau chaude, si elle est supérieure à 25°C, on le place dans l'eau glacée.(Méthode interne).

➤ **Expression des résultats**

La mesure du pH est lue directement sur l'appareil une fois qu'il est stabilisé.

III.2.2 La conductivité

➤ **Mode opératoire**

L'électrode est immergée dans un récipient contenant de l'eau à analyser, qui doit être agitée pour éliminer les bulles d'air présentes sur l'électrode. La température de l'échantillon doit être de 25°C (Méthode interne).

➤ **Expression des résultats**

Le résultat est directement affiché sur l'écran du conductimètre, l'unité de la conductivité est le micro Siemens par centimètre ($\mu\text{S}/\text{cm}$).

III.2.3 Dureté totale ou titre hydrotimétrique

Dureté totale par titrimétrie à l'EDTA

➤ **Mode opératoire**

- Verser 50 ml de l'eau à analyser dans un bécher - Ajouter quelques grammes de l'indicateur coloré Noir Eriochrome T (NET). - Ajouter 2 ml du tampon ammoniacal à pH=10.

-titrer avec l'EDTA en utilisant une burette de 25 ml jusqu'à virage de couleur au bleu (Méthode interne).

➤ **Expression des résultats**

1^{er} cas : Coloration bleue, pas de titrage ce qui implique TH = 0 °f.

2^{ème} cas : Coloration rouge brique, il y a titrage avec EDTA 0.02 N jusqu'à coloration bleu foncé dans ce cas

$$\text{TH (°f)} = \text{chute de burette}$$

La dureté totale est exprimée en degrés français (°f) : 1°f = 4 mg/l de calcium ou 2,4 mg/l de magnésium, ou encore 10 mg/l de CaCO₃ (carbonate de calcium ou plus communément "le artre").

III.2.4 Titre alcalimétrique(TA) et titre alcalimétrique complet(TAC)

III.2.4.1 Détermination du TA (titre alcalimétrique)

On verse un échantillon d'eau de 50 ml dans une fiole conique et on ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine. Si aucune indication de couleur n'apparaît, cela indique que le TA =0 et si une couleur rose apparaît, cela indique que (TA>0). Un titrage avec l'acide sulfurique est nécessaire jusqu'à décoloration. Le pH est alors de l'ordre de 8,3.

III.2.4.2 Titre Alcalimétrique Complexe (TAC)

En utilisant l'échantillon traité précédemment, on ajoute deux gouttes de la solution rouge de méthyl, puis on procède à un titrage avec 0,02N d'acide sulfurique jusqu'à ce que la couleur rose disparaisse. Le pH est donc de 4,5. (Rodier J, 2009).

Le TA et le TAC sont donnés par les équations suivantes :

$$TA=V \times 10$$

$$TAC=V' \times 10$$

Avec :

V : chute de burette.

V' : volume d'acide sulfurique (0,02N) versé

III.2.5 Le chlorure

➤ Mode opératoire

- Prendre un échantillon d'eau de 50 ml pour l'analyse. - Ajouter 2 ml de l'indicateur coloré de chromate de potassium K₂CrO₄.

-Titrer avec la solution de nitrates d'argent AgNO₃ jusqu'à apparition d'une couleur rouge brique.

Les résultats sont exprimés par cette formule :

$$[Cl^-] = 5 \times \text{chute de burette (mg/l)}$$

III.3 Analyses physico-chimique de la poudre :

III.3.1 La reconstitution

➤ **Mode opératoire**

Une prise de 25g de poudre de lait est introduite dans un bêcher de 500 ml qui contient un barreau magnétique puis additionnée de l'eau jusqu'à l'obtention d'un volume de 250 ml. Agiter de 5 à 10 min.

Dans le but de faire les analyses organoleptiques et d'autres analyses qu'il faut (Méthode interne).

III.3.2 Taux d'humidité :

➤ **Mode opératoire**

- Peser une coupelle dans un dessiccateur et tarer son poids. - Ajouter 5 g de poudre (0% ou 26% de matière grasse) et doit être bien étaler sur la coupelle. - fermer le couvercle de l'appareil. - La fin du séchage se reflète dans la stabilité du poids de la poudre.

Le dessiccateur indique directement en pourcentage le taux d'humidité sur l'écran (Méthode interne).

III.3.3 Détermination du potentiel d'hydrogène (pH)

Le même mode opératoire est suivi pour la mesure du pH de l'eau, sauf que ce test utilise du lait reconstitué à la place de l'eau et nécessite une température de 20 °C.

III.3.4 Acidité :

➤ **Mode opératoire**

-A l'aide d'une pipette graduée, introduire 10 ml du lait reconstitué (20°C) à analyser dans un bécher. Ajouter 03 à 04 gouttes de phénolphaléine. Introduire l'électrode du pH-mètre dans le bécher et titrer avec NaOH (1,02 N). Arrêter le titrage dès que le pH atteint 8.3 à 8,4. - Noter le volume de NaOH utilisé pour le titrage (Méthode interne).

L'acidité est exprimée en degré Dornic (D°) :

$$\text{Acidité (D}^\circ\text{)} = V \times 10 \times \text{Facteur de correction}$$

V : volume (ml) de NaOH utilisé (chute de la burette)

Facteur de correction : 1,02

III.3.5 Détermination de MG et PT

➤ Mode opératoire

Avant de démarrer l'appareil, il est nécessaire de chauffer l'échantillon du lait reconstitué. Ensuite, il doit être placé sous la pipette préalablement rincée et séchée.

Les résultats obtenus sont affichés directement sur le cadran de l'appareil après environ deux minutes, en pourcentage volumique (g/100 ml) (Méthode inerne).

III.3.6 Teste RAMESDELL

➤ Mode opératoire

Une série de 04 tubes est préparée contenant des quantités croissantes de solution phosphate mono potassique (KH_2PO_4) les volumes sont de 1,4 – 1,5- 1,6- 1,7. Ajoutez ensuite 10 ml du lait à analyser dans chaque tube. Après agitation placer les tubes dans un bain-marie (100°C) bouillant pendant 5 minutes (Méthode interne).

Expression des résultats

On remarque le début de coagulation du lait reconstitué, on note la quantité de la solution de KH_2PO_4 prélevée exprimée en ml.

III.3.7 Test bain d'huile

➤ Mode opératoire

On introduit dans un tube à essai 4 ml du lait à examiner. Placer le tube dans un bain d'huile à une température de 140°C . Dès que le lait commence à coaguler, le tube est retiré et le temps écoulé jusqu'au début de la coagulation est enregistré.

La lecture et l'expression des résultats se font directement en enregistrant l'heure de début de la coagulation. Il est fortement recommandé qu'il soit supérieur à 12min (Méthode interne).

III.4 Analyses physicochimiques du produit fini

Tableau IV : Analyses physicochimiques du produit fini.

Paramètres	Appareillage
pH	à 20°C , pH-mètre

Acidité	à 20°C, titrage acido-basique
Composition	Par appareil MILKOSCAN

III.4.1 Extrait sec total

➤ **Mode opératoire**

12g de sable sont pesés et mesurés, puis 3g de l'échantillon à analyser sont ajoutés avec précision, une fois que le mélange est réparti d'une manière uniforme et homogène sur la surface de la coupelle le dessiccateur indique la valeur de l'EST après quelques minutes.

➤ **Expression des résultats**

$$\text{EST(g/l)} = \text{L.10.d}$$

L : lecture sur le dessiccateur (%)

d : densité du lait

III.4.2 Extrait sec dégraissé

$$\text{ESD (g/l)} = \text{EST-MG}$$

III.4.3 Détermination de la teneur en matière grasse

➤ **Mode opératoire**

Un volume de 10 ml d'acide sulfurique à 90% doivent être placés au fond d'un butyromètre, en le maintenant en position vertical afin qu'il se s'agite pas ; à l'aide d'une pipette, 1 ml de lait sont ajoutés à travers la paroi du tube afin de former une couche de lait sur l'acide sulfurique précédemment ajouté. 1 ml d'alcool amylique sont ajoutés pour initier la réaction un bouchon est placé dans l'embauteur de butyromètre, agité vigoureusement pour faciliter le mélange des différents composants de l'échantillon. La Production de chaleur signifie le début de la réaction (Norme ISO 2446 :2008) (Méthode interne) .

➤ **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés par cette formule :

$$MG (g/l) = (B - A) \times 100$$

A : Valeur correspondant au niveau inférieur de la colonne grasse.

B : Valeur correspondant au niveau supérieur de la colonne grasse.

III.4.4 Test de peroxyde

➤ **Mode opératoire**

Immerger la zone réactionnelle de la bandelette dans le produit, attendre 15 secondes puis comparer la couleur de la zone avec l'échelle colorimétrique sur l'emballage des bandelettes.

En présence de peroxyde d'hydrogène, le papier réactif prend une couleur bleue (Méthode interne).

III.4.5 Test NIZO

➤ **Mode opératoire**

Mesurer d'abord la teneur en matière grasse de notre échantillon avec un Milko scan, puis prélever 25 ml de l'échantillon à l'aide de la pipette NIZO, effectuer une centrifugation pendant 20 minutes, récupérer le lait et vérifiez à nouveau la teneur en matière grasse à l'aide d'un Milko scan (Méthode interne).

➤ **Expression des résultats**

La teneur en matière grasse avant la centrifugation → **100**

La teneur en matière grasse après la centrifugation → **X**

Si $X \geq 90\%$ cela signifie une bonne homogénéisation.

III.4.6 Test de densité

La densité du lait est une grandeur sans dimension qui représente le rapport entre la masse d'un volume de lait donné à une température de 20°C et la masse du même volume d'eau.

➤ **Mode opératoire**

L'échantillon de lait est analysé à une température de 20°C, environ 200 ml de lait sont versés dans une éprouvette graduée, ensuite le lactomètre est progressivement immergé dans le lait jusqu'à ce qu'il atteigne une position stable (Méthode interne).

Après stabilisation du lactodensimètre, lire la graduation apparente au niveau supérieur de la tige.

III.5 Appréciation sensorielle

Le premier critère à identifier dans le laboratoire physico-chimique pour l'échantillon à analyser est les caractéristiques organoleptiques, qui sont l'aspect, la couleur, le goût et l'odeur de l'échantillon. L'opérateur évalue la qualité sensorielle juste après l'ouverture de la brik.

➤ Aspect et couleur

Il est nécessaire que la couleur de chaque reconstitution et produit fini soit normale, blanchâtre. L'étude est réalisée de façon visuelle. Il est nécessaire que l'eau de processus soit limpide, sans coloration et sans odeur.

➤ Goût et odeur

La méthode consiste à prendre des échantillons et à évaluer la saveur. En ce qui concerne une quantité d'échantillon, il est essentiel que le produit présente à la fois une saveur et une odeur typiques, caractérisés par des normes supérieures et marqué par l'excellence de la qualité.

III.6 Analyses microbiologiques des eaux

III.6.1 La recherche des coliformes

➤ Test présomptif

Pour la recherche des coliformes totaux un ensemencement d'une série de 09 tubes est effectué, muni d'une cloche de DURHAM, sur le milieu de confirmation qui est le BCPL :

- Trois tubes de 10ml de BCPL, (D/C), avec 10ml d'eau.

- Trois tubes de 10ml de BCPL(S/C), avec 1ml d'eau.

-Trois tubes de 10ml (S/C), avec 0,1ml d'eau.

Après incubation à 37°C pendant 24h le résultat positif se traduit par un virage au jaune plus la présence du gaz sur la cloche.

➤ Test confirmatif

A partir du tube positif du premier test, ensemencer 1 ml dans un tube contenant 10 ml de l'eau peptonée exempte d'indole muni d'une cloche, et faire une incubation à 44°C pendant 24h.

Le résultat positif se manifeste par la présence d'un trouble et du gaz dans le milieu, par la suite on ajoute le réactif de KOVCAS si y a apparition d'un anneau rouge cela indique la présence de E. Coli, donc l'eau est impropre à la consommation humaine.

III.6.2 Les entérocoques

La détection se fait par la filtration membranaire, environ 100ml d'eau sont filtrés à travers une membrane incubée pendant à 37°C pendant 24h sur une gélose m-Enterococcus.

Le milieu de culture contient de l'azoture de sodium qui inhibe les bactéries à Gram négatif. Les entérocoques qui sont des bactéries à Gram positif forment des colonies roses ou rouges.

III.6.3 La recherche des sulfito-réducteurs

➤ Le test

L'échantillon d'eau est d'abord porté au bain marie à 80°C pendant 10 min pour activer la spore.

Répartissez 20ml de l'échantillon à analyser dans 04 tubes à essai, puis ensemencez chaque tube contenant 5ml d'eau par le milieu VF. Incubation des tubes ensemencés à 46°C pendant 48 heures.

Apparition de colonies noires indique un résultat positif.

III.7 Cytométrie :

➤ Mode opératoire :

Prendre 48 tubes et les numérotés de 1-48. Remplir chaque tube avec 500 UL de l'échantillon. Prendre également 2 tubes, laisser le premier vide et le considérer comme témoin négatif, et le deuxième le contaminer et le considérer comme un témoin positif.

L'opérateur va mettre les tubes dans l'appareil et il faut la régler et la démarrer.

Cette analyse prend 1h30min du temps (Méthode interne).

➤ Expression des résultats

Après 1h30min du temps les résultats obtenus sont affichés directement sur le cadran de l'appareil.

Le test est négatif (< 150 Count/ml)

le test est positif (>150 Count/ml)

III.8 Epreuves de stabilité lait UHT VIVA

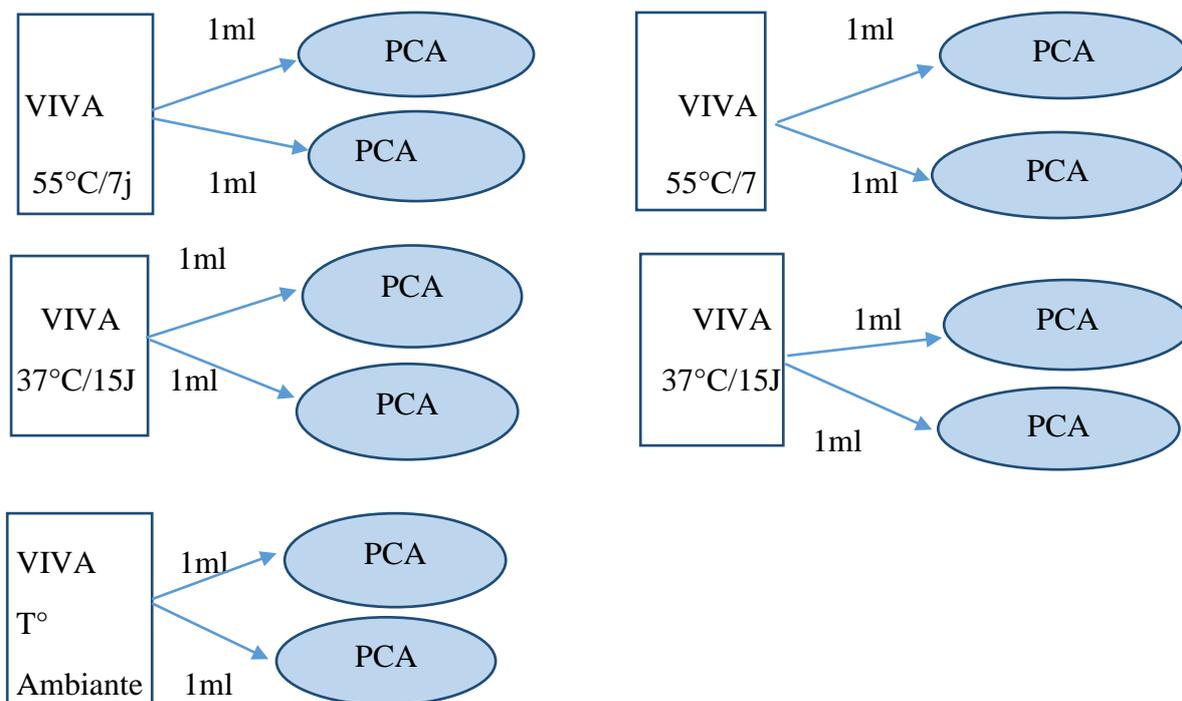
Selon JORA n°35, 1998 :

Etuvage durant 15jours, 2 unités de lait UHT VIVA a une température de 37°C.

Etuvage durant 7 jours, 2 unités de lait UHT VIVA a une température de 55°C.

Mise à la température ambiante (20-25°C) de l'unité de lait UHT VIVA comme témoin.

➤ Mode opératoire



Incuber les 10 boîtes pétries 30°C pendant 72 heures.

Mesurer le PH de chaque unité après incubation.

➤ Expression des résultats (JORA n°35, 1998)

Il faut aucun défaut apparent dans les briques, notamment le bombement, le flochage ou le fuitage ne doit être constaté.

La variation de ph entre les unités d'échantillonnage étuvées et l'unité d'échantillonnage témoin, ne doit pas dépasser 0,2 unité.

Il y a absence de variation de la flore microbienne du point de vue qualitatif et du point de vue quantitatif, le facteur R doit être inférieur à 100, par rapport au témoin :

Le facteur $R = n/n_0$

n : est le nombre moyen de germes pour l'unité incubée.

n₀ : est le nombre moyen de germes pour l'unité témoin.

III.9 Dosage de la vitamine D3

➤ Principe

Dans le cadre de notre recherche sur la stabilité de la vitamine D3 dans le lait UHT demi écrémé VIVA, nous avons soumis quatre échantillons à des conditions de température variées pendant une durée déterminée, par la suite nous avons procédé à une analyse et un dosage de la vitamine D3 en par la chromatographie liquide à haute performance (HPLC). Cette analyse visait à déterminer si la vitamine D3 est dégradée sous l'effet de la température.

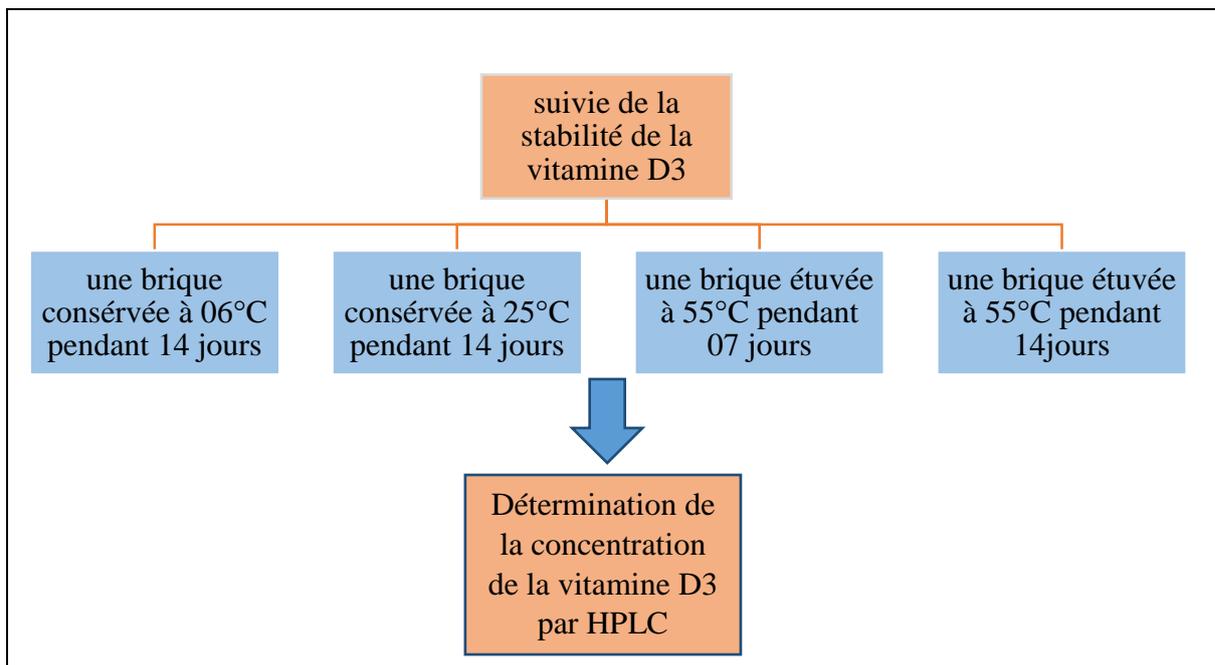


Figure 04 : Schéma représentant l'approche méthodologique pour évaluer la stabilité de la vitamine D3

III.9.1 La méthode du dosage

III.9.1.1 Principe de HPLC :

Les composés à séparer (solutés) sont mis en solution dans un solvant. Ce mélange est introduit dans la phase mobile liquide (éluant). Suivant la nature des molécules, elles interagissent plus ou moins avec la phase stationnaire dans un tube appelé colonne chromatographique. La phase mobile poussée par une pompe sous haute pression, parcourt le système chromatographique.

Le mélange à analyser est injecté puis transporté au travers du système chromatographique. Les composés en solution se répartissent alors suivant leur affinité entre la phase mobile et la phase stationnaire.

En sortie de colonne grâce à un détecteur approprié les différents solutés sont caractérisés par un pic. L'ensemble des pics enregistrés est appelé chromatogramme.(MAHRAZ, 2012).

III.9.1.2 Méthodologie

Préparation des échantillons

Prenez 10 ml de lait et placez-les dans un tube centrifuge, ajoutez 10mL de solvant d'extraction (1 :1 méthanol : acétonitrile). Et Agitez le mélange pendant 10minutes à l'aide d'un vortex.

Extraction

Centrifugez le mélange à 4000 rpm pendant 10 minutes. Puis Séparez la phase supernatante contenant la vitamine D3.

Purification

Ajoutez la phase supernatante à 10 ml d'hexane.

Mélangez vigoureusement et laissez reposer pour que les phases se séparent.

Récupérez la phase hexane (supérieure) et évaporez le solvant sous vide à l'aide de l'évaporateur rotatif.

Préparation pour HPLC

Dissolvez le résidu sec dans 1mL de phase mobile (méthanol / eau 90 :10). Puis filtrez la solution à travers un filtre de 0.45um avant l'injection dans le système HPLC.

Analyses HPLC

Utilisez une colonne C18 Pour l'analyse, la phase mobile est un mélange de méthanol et d'eau (90 :10) et le débit est de 1mL / min. La vitamine D3 est détectée à une longueur d'onde de 265 nm.20µL de l'échantillon filtré doivent être injectés dans le système HPLC.

Calcul et interprétation de résultats :

Comparez les temps de rétention et les aires des pics obtenus pour les échantillons de lait avec ceux de la solution étalon de vitamine D3.

Utilisez une courbe d'étalonnage préparée avec des standards de vitamine D3 pour quantifier les concentrations dans les échantillons de lait .(AGARWAL 1989, Holick and Chen 2008).

III.10Analyse statistique

Les résultats sont exprimés sous forme de moyenne \pm écart type de trois répétitions. Microsoft Office Excel est utilisé pour les calculs des paramètres statistiques et la génération des graphiques. Le test de Student, pour la comparaison de deux moyennes, et l'analyse de la variance à un seul facteur (ANOVA), via le test de Tukey, pour la comparaison de plusieurs moyennes, sont réalisés par le logiciel deStatistica 7.1.

Chapitre IV

Résultats et discussion

IV.1 Eau de process

IV.1.1 Analyses physicochimiques

D'après les résultats obtenus dans le (tableau V), l'eau de process utilisée pour la fabrication du lait UHT type VIVA a été soumise à une série d'analyses physicochimiques qui montrent que l'eau démontre une conformité aux normes établies, garantissant ainsi la qualité et la sécurité du produit fini.

Le pH neutre favorise la stabilité des protéines du lait. La valeur de la conductivité mesurée est indiquant une faible minéralisation, respecte les standards établis. Pour les analyses d'alcalinité, les valeurs des TA et TAC sont conformes aux normes requises garantissant que l'eau n'aura pas d'impact négatif sur le gout et la stabilité du lait.

Le titre hydrométrique indique que l'eau a une dureté plutôt douce, permet une augmentation de l'efficacité du processus de dissolution de la poudre du lait et minimise les risques d'entartages des équipements. Enfin La teneur en chlorure est conforme à la norme interne de l'entreprise. En effet la teneur réduite favorise un bon processus de reconstitution (Turovskaya, Petrov et al. 2019). Rodier J (2009).

Tableau V : Résultats des analyses physicochimiques de l'eau

Paramètres	Résultats	Norme
Ph	7,05±0,38	6,8---7,4
Conductivité(µs/cm)	282±5,13	<400
TH (f°)	9,13±0,98	7---12
TA (f°)	0	0
TAC (f°)	6,06±0,89	3----10
Chlorure (mg/l)	22,64±0,39	<30
Couleur	Claire	Claire
Gout et odeur	Normaux	Normaux

IV.1.2 Analyses microbiologique de l'eau

D'après les résultats du tableau VI on observe l'absence totale de germes pour les coliformes, les entérocoques ainsi que les clostridium sulfite réducteurs indiquent que l'eau est de bonne qualité microbiologique et ne présente pas des risques de contamination.

Ces résultats sont dus à la qualité de l'eau de distributions déjà traitée par l'ADE (Algérienne des eaux), et au traitement au lampes ultra-violet (UV) effectué au niveau de la station des traitements des eaux de l'unité de production qui permet l'élimination des micro-organismes présents dans l'eau (Fenniche et Sadika, 2018).

Tableau VI : Résultats des analyses microbiologiques de l'eau

Microorganismes	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3	Limite microbiologique (UFC/g)
Les coliformes totaux et fécaux	-	-	-	Absence dans 250 ml selon le J.O.R.A n°39,2017
Les entérocoques	-	-	-	Absence dans 50 ml J.O.R.A n°39,2017.
Les clostridium sulfite-réducteurs	-	-	-	Absence dans 250 ml selon le J.O.R.A n°39,2017.

IV.2 Analyses physicochimiques de la poudre de lait

IV.2.1 Analyses sensorielles de la poudre

D'après le tableau VII, les caractéristiques sensorielles des deux types de poudre de lait (0% et 26% MG) sont similaires et conformes aux normes. L'analyse sensorielle est un outil important pour le contrôle de la qualité, le développement de produits et la résolution de problèmes dans l'industrie laitière elle permet d'évaluer les propriétés organoleptiques de la poudre de lait et de s'assurer qu'elle répond aux attentes des consommateurs.

Tableau VII : Résultats des analyses sensorielles de la poudre

Analyses sensorielles	Poudre de lait (0% et 26% MG)	Normes
Gout et odeur	Normaux	Gout et odeur franc de lait, absence d'odeur étrangère.
Couleur	Blanche	Blanche ou légèrement crème de couleur homogène.
Aspect	Normal	Homogène, absence d'agglomérat Et corps étrangers.

IV.2.2 Analyses physicochimiques de la poudre

D'après le tableau ci-dessus on observe que tous les résultats sont conformes en normes, la composition de la poudre en terme de matière grasse et protéines réponds aux critères de la qualité nutritionnelle exigée. De plus, le pH et l'acidité titrable qui sont contrôlés peuvent fournir des informations précieuses sur la stabilité du lait et de ses micelles de caséine (Mathieu, 1998).

Les résultats pour chaque paramètre avec des lettres différentes sont statistiquement différents (Test Student, $P \leq 0.05$, $a > b$)

Tableau VIII : Résultats des analyses physicochimiques de la poudre

Paramètres	Poudre de lait		Normes	
	0% MG	26 % MG	0% MG	26 % MG
pH (20°C)	6,66 ± 0,023a	6,69 ± 0,015a	6,6 – 6,9	
Acidité (%)	0,137 ± 0,005a	0,092 ± 0,002b	< 0,15	
Protéines totales (g/100g ESD)	33,41 ± 0,28a	32,56 ± 0,94a	≥ 34	
MG (%)	0,5 ± 0,01a	26 ± 0,005b	< 1,25	≥ 26

➤ Humidité

D'après l'histogramme (Figure 06) et tableau (IX) les résultats obtenus sont conformes (<4%). Suite aux résultats obtenus on conclut que les poudres utilisées par la laiterie CANDIA sont de bonne qualité. Leur conditionnement dans des sacs de 25 kg en polyéthylène doublé de sacs en papier, et leur stockage dans une salle à température ambiante, permet d'éviter l'augmentation du taux d'humidité, car une teneur en humidité trop élevée peut favoriser le développement de micro-organismes et réduire la durée de conservation de la poudre, et donc leur altération (Document interne de l'entreprise).

Tableau IX : Résultats des analyses de taux d'humidité

Paramètre	Poudre de lait		Norme
	0% MG	26% MG	
Taux d'humidité (%)	3,32 ± 0,22	2,98 ± 0,07	Max 4%

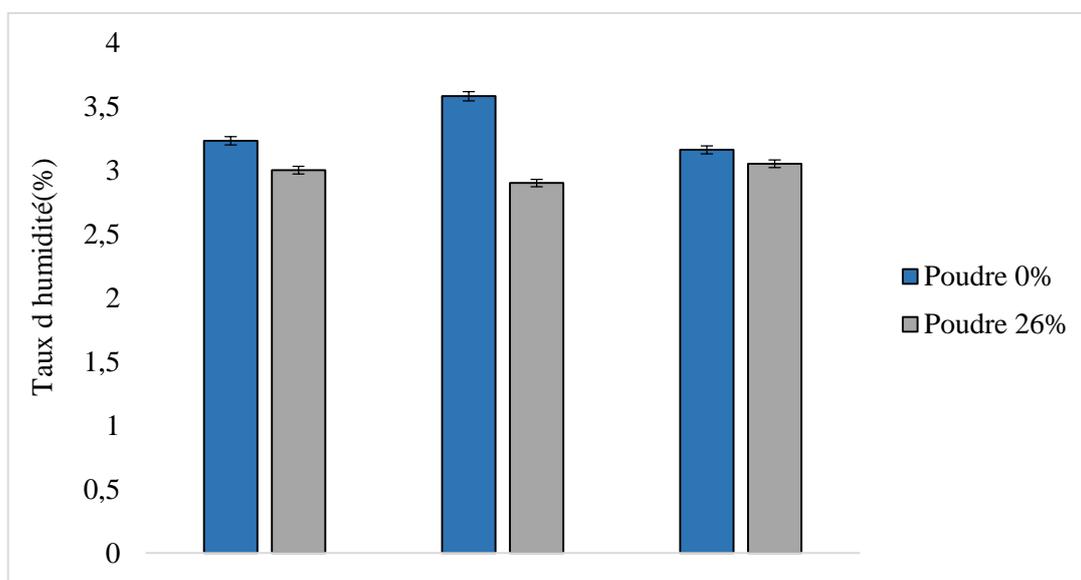


Figure 05 : Résultats du taux d'humidité pour la poudre de lait

➤ Test de RAMESDELL

D'après les résultats du test RAMESDELL (figure 07 et tableau X) sont satisfaisants pour la poudre de lait 0% et 26%. Les valeurs du test RAMESDELL dépassent 1.3ml pour la poudre de lait 0% MG (ceci indique que la poudre du lait analysée est très stable. Par contre, la valeur de test RAMESDELL obtenu pour la poudre du lait 26% égale à 1.3ml qui

est un résultat acceptable ceci représente un indice de stabilité de cette poudre par rapport à son équilibre minérale et protéique. Une surcharge en ions phosphate entraîne la coagulation du lait. Plus la quantité de phosphate nécessaire est grande, plus le lait est stable et inversement (Odet, 1985).

Tableau X : Résultats des analyses de test RAMESZDELL

Paramètre	Poudre de lait		Norme ≥ 1,3
	0% MG	26% MG	
Test RAMESDELL(ml de KH ₂ PO ₄)	1,46 ± 0,1	1,3 ± 0	

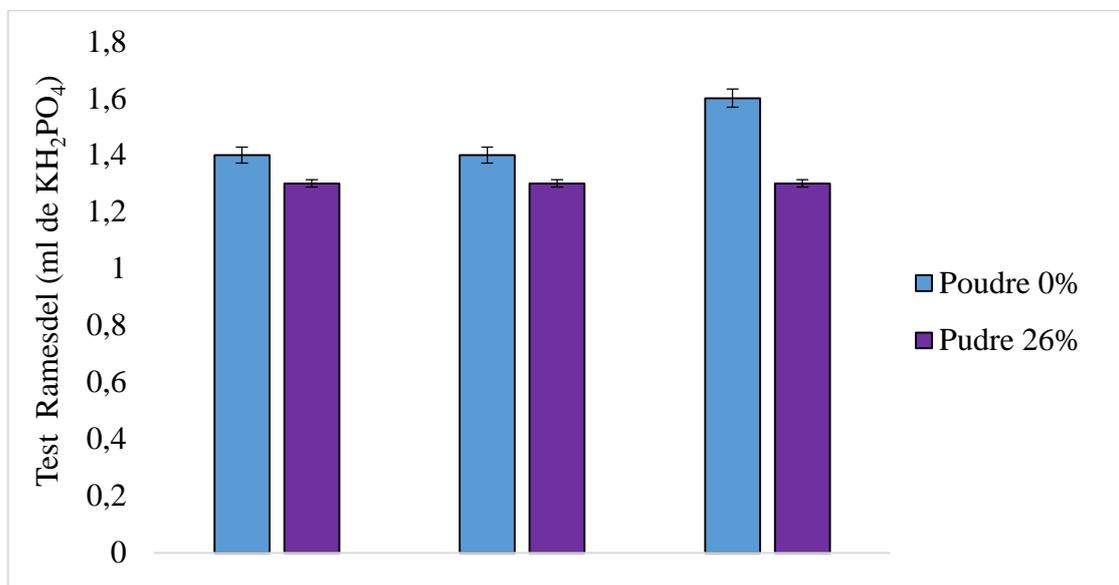


Figure 06 : Résultats du test de RAMESDELL pour la poudre de lait

➤ Test au bain d'huile

D'après (figure 08 et tableau XI), les résultats sont conformes. Le but de ce test est d'évaluer la résistance de la poudre durant le processus de traitement thermique. Les résultats obtenus permettent de conclure que les poudres analysées sont appropriées pour la reconstitution et peuvent résister au traitement thermique sans former de caillots. Cela suggère que la poudre de lait est capable de supporter un traitement thermique U.H.T (140°C) sans avoir d'impact sur ses composants.

La coagulation de lait suite à un chauffage prononcé, à des températures entre 120 et 140°C c'est une conséquence de la perte de stabilité de la micelle qui résulte de nombreux changements physiques et chimiques de ces constituants (Gaucher et al., 2007).

Tableau XI : Résultats des analyses de test au bain d'huile

Paramètre	Poudre de lait		Norme	
	0% MG	26% MG	0% MG	26% MG
Test au bain d'huile (minutes)	7,3 ± 1,5	12 ± 0	> 6	>12

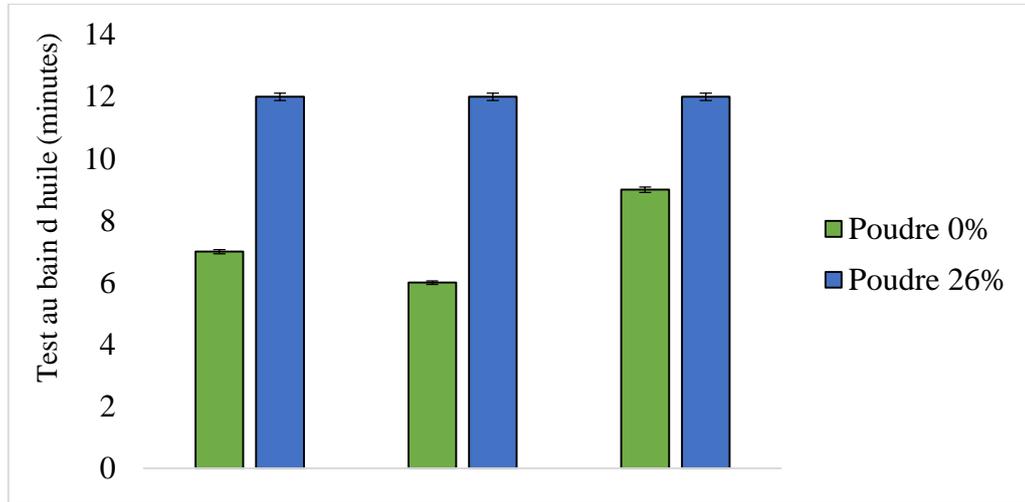


Figure 07 : Résultats de test de bain d'huile de la poudre de lait

IV.3Produit fini

D'après les résultats du tableau XII et la figure (09) les résultats d'analyses physicochimiques obtenus dans le tableau indiquent que ce lait respecte largement les normes établies pour la plupart des paramètres étudiés. Les teneurs adéquates en matière grasse, EST, ESD et le lactose assurent une excellence qualité nutritionnelle, la matière grasse et le lactose garantissent un apport énergétique optimal, tandis que l'extrait sec total et l'extrait sec dégraissé reflètent une richesse en vitamines, protéines, glucides et minéraux répondant aux besoins quotidiens des consommateurs.

Le pH, la densité et l'acidité sont également conformes, le pH approprié assure la prévention de la prolifération microbienne, un pH inférieur à 6,1 indique que le lait est altéré même si aucune modification n'est visible (Thieulin mai-juin G., 1958). Par ailleurs, l'acidité mesurée est un indicateur de la fraîcheur du lait et de l'absence de fermentation excessive, ce qui garantit une meilleure stabilité et un goût agréable.

Tableau XII : Résultats physicochimiques du produit fini

Paramètres	Résultats	Normes
Gout odeur	Normaux	Normaux
Couleur	Claire	Claire
pH	6,63±0,03	6,6-6,9
Acidité (D°)	12,92±0,58	<15
Densité	1,032	1,031-1,033
Matière grasse	15,90±0,10	15,5 - 16 ,5
EST final	109,94±0,13	109,5 - 110,5
ESD	94,13±0,39	93,5-94,5
Lactose	53,79±0,18	≥45

➤ **Test de NIZO**

D'après les résultats obtenus dans la figure (10), les résultats du test NIZO indiquent que le lait UHT demi écrémé a subi une homogénéisation efficace, c'est à dire la taille de particules souhaitée des globules gras a été obtenue ce qui améliore les propriétés du produit telles que la couleur, la consistance, le gout, et la stabilité de la crème (Köhler and Schuchmann 2011).

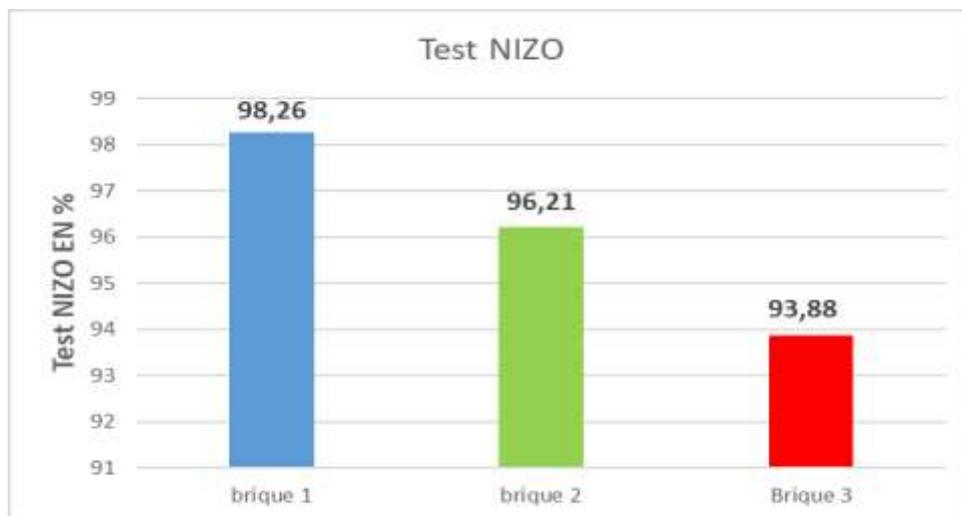


Figure 08 : Résultats de test NIZO sur le produit fini

➤ Test de peroxyde

Le test de peroxyde montre l'absence totale de peroxyde dans notre produit, confirmant une élimination complète, ce résultat dans le lait garantit la sécurité du consommateur en éliminant tout risque associé à ce composé.

IV.4 La cryométrie

D'après les résultats du tableau XII les résultats indiquent que tous les échantillons testés sont négatifs et que les chiffres de tous les échantillons examinés sont <150 count/ml, sauf le témoin positif, car il était déjà contaminé, ce qui suggère que la production a été réalisée dans des conditions d'hygiène adéquates, que le processus d'UHT est efficace et que le conditionnement aseptique est responsable de prévenir toute contamination microbienne. Il est conclu que le lait UHT demi écrémé VIVA respecte les normes établies par la réglementation et présente une qualité microbiologique satisfaisante (JORA n° 35, 1998).

Tableau XIII : Résultats microbiologique du lait UHT VIVA par la cytométrie

Echantillons	Date de fabrication	Résultats	Normes
De 1 jusqu'à 48	25/03/2024	< 150 Count/ml	< 150 Count/ml
Témoin positif	25/03/2024	>150 Count/ml	
Témoin négatif	25/03/2024	< 150 Count/ml	

IV.5 Epreuve de stabilité

D'après les résultats du tableau XIV des épreuves de stabilité du lait UHT VIVA, on observe que aucun défaut apparent sur les briques, et après étuvage à 37°C/15j et 55°C/7j on remarque une diminution significative du pH, cela s'explique par l'impact de la chaleur sur les éléments du lait.

La variation de pH entre les unités d'échantillonnages étuvés et l'unité d'échantillonnage témoin, ne dépassent pas 0,2 unité. Ce qui signifie que les valeurs sont conformes aux normes requises par la réglementation algérienne, donc le lait analysé est stable.

Il y a absence de variation de la flore microbienne du point de vue qualitatif et du point de vue quantitatif, le facteur R est inférieur à 100, par rapport au témoin, ce qui indique que le traitement UHT a été bien conduit et qu'il a été efficace pour détruire les microorganismes et le processus de conditionnement a également été réalisé dans des conditions hygiéniques et les normes d'hygiène ont été respectées, donc le lait analysé est d'une bonne qualité microbiologique.

D'après les résultats obtenus on peut conclure que le lait UHT VIVA est stable.

Tableau XIV : Résultats de l'épreuve de stabilité du lait UHT VIVA

Echantillons	Etat des briques	PH	PH témoin – PH briques étuvées	Normes	R	Normes
Témoin (T° ambiante)	Aucun défaut apparent	6,63	/	PH ≤ 2 unités	5 UFC	< 100
37/15j		6,58	0,1		3 UFC	
55/7j		6,53	0,05		2 UFC	

IV.6 Dosage de la vitamine D dans le lait UHT demi écrémé

Le dosage de la vitamine D dans le lait UHT est effectué par HPLC après stockage à différent température, les résultats des chromatogrammes obtenus sont illustrés dans l'annexe I.

➤ **Température 4°C**

La concentration de la vitamine D3 dans le lait reste stable 0,7 µg/100ml, cela indique que la réfrigération n'affecte pas la stabilité de la vitamine D3. Des études antérieures ont également montré que la vitamine D est stable pendant le stockage à 4°C aussi le stockage dans des récipients en plastique opaques à 4°C pendant 21 jours n'affecte pas la teneur en vitamine D hydrodispersable ajoutée au lait (Lavelli D'Incecco et al. 2021 ; Hanson and Metzger, 2010).

➤ **Température 25°C**

À température ambiante, la concentration de la vitamine D3 est de 0,7µg/100ml, cela signifie que la vitamine D3 ne se dégrade pas de manière significative lorsqu'elle est conservée à des températures normales de stockage. Néanmoins, la vitamine D3 purifiée s'est avérée stable à pH neutre, dans l'air, à température ambiante, la poudre de la vitamine D3 est relativement stable lorsque elle est stockée dans un dessiccateur à 25°C pendant 56 jours, mais la perte était significativement plus importante avec l'augmentation de la température et l'humidité (Lavelli, D'Incecco et al. 2021 ; Loewen, Chan et al. 2018).

➤ **Température 55°C**

Après une exposition à 55°C pendant 7 jours, la teneur de la vitamine D3 reste 0,7µg/100 ml cela suggère que la vitamine D3 résiste à une température élevée pendant une période courte 7jours.

Après 14jours à 55°C, la concentration de la vitamine D3 a diminué de manière significative à 0,34µg/ 100ml, indiquant une dégradation notable de la vitamine D3 sur période prolongée à cette température. Cela indique que des conditions de stockage prolongées à haute température peuvent affecter la stabilité de la vitamine D3 dans le lait UHT demi-écrémé VIVA. Ces observations soulignent l'importance de conditions de stockage appropriées pour maintenir la qualité nutritionnelle du lait enrichi en vitamine D3.

Cependant , l'impact de la température sur les composés sensibles à l'oxydation doit faire l'objet d'une évaluation expérimentale , selon le résultat obtenu , une température plus élevée entraîne une augmentation diminution significative de la stabilité de la vitamine D3 (Temova Rakuša, Pišlar et al. 2021).

Les conditions de transformation et de cuisson entraînent des pertes variables de la vitamine D. Dans le lait écrémé l'exposition à la lumière contribue à la plus grande perte en vitamine D3, suivie de l'exposition à l'air et à une température de stockage élevée (Liu, 2013; Kaushik, Sachdeva et al. 2014).

Les résultats avec des lettres différentes sont statistiquement différents (ANOVA, Test Tukey $P \leq 0.05$, a>b)

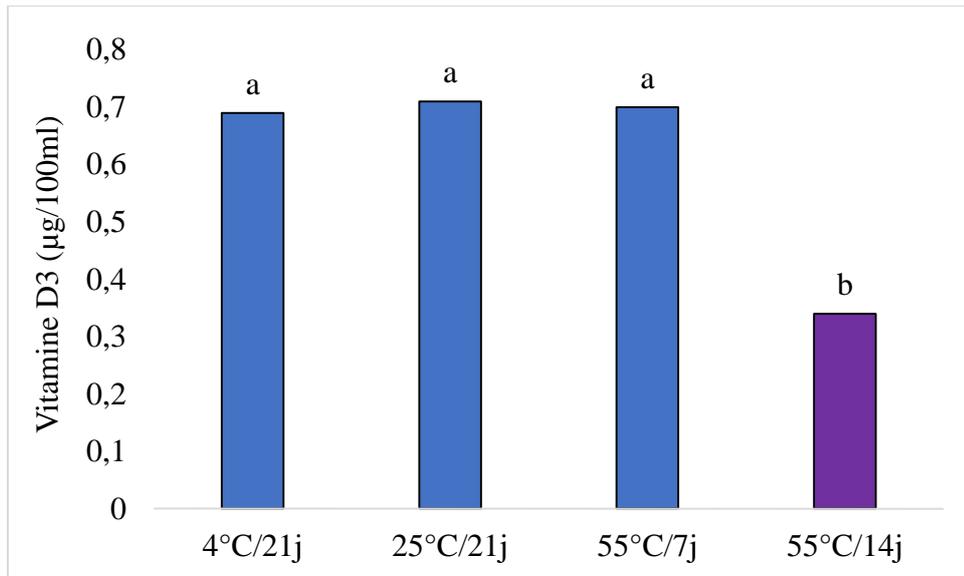


Figure 09 : Résultats du dosage de la vitamine D3 par HPLC

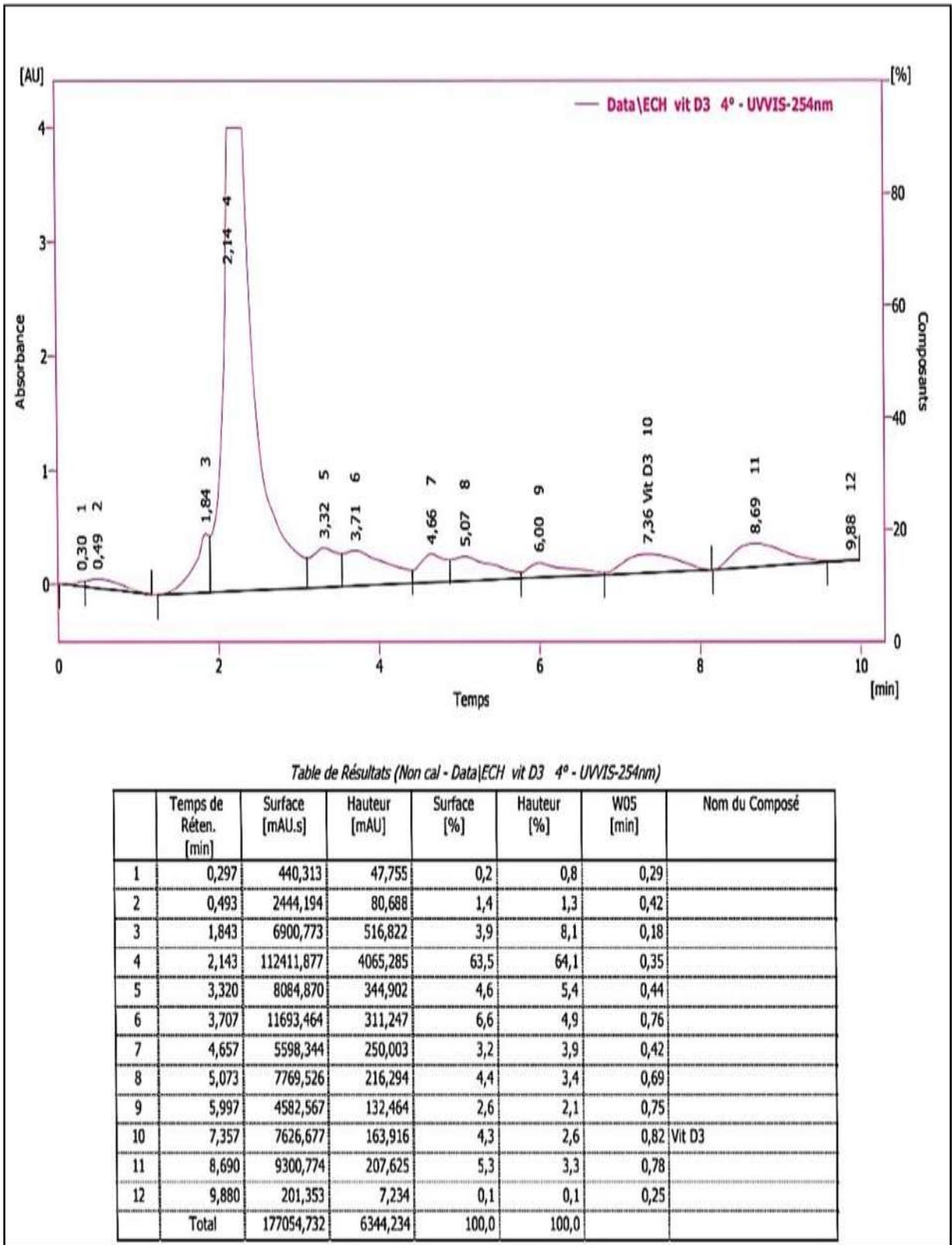


Figure 10 : Chromatogramme du dosage de la vitamine D3 par HPLC (4°C/21 jours).

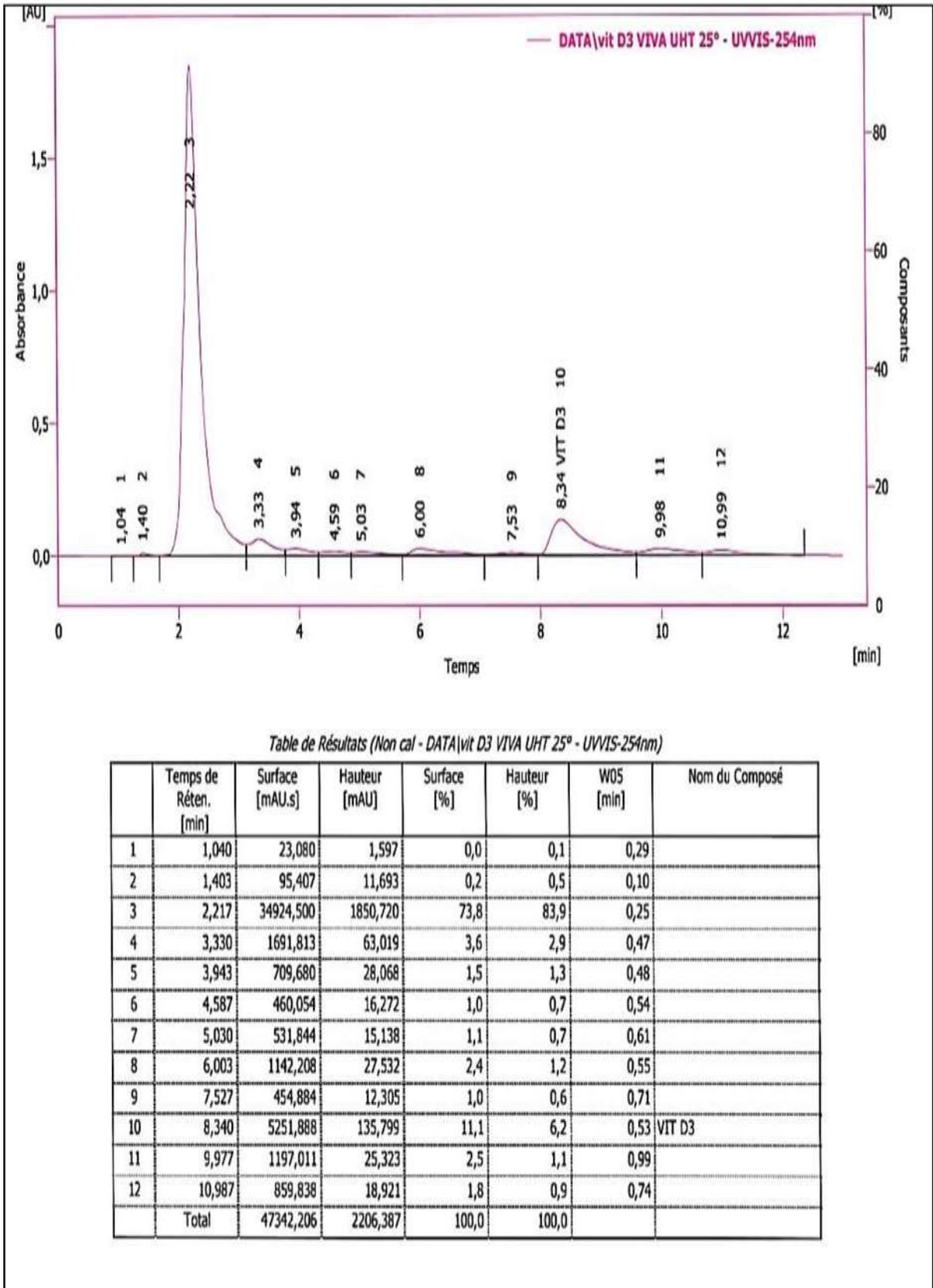


Figure 11 : Chromatogramme du dosage de la vitamine D3 par HPLC (25°/21 jours).

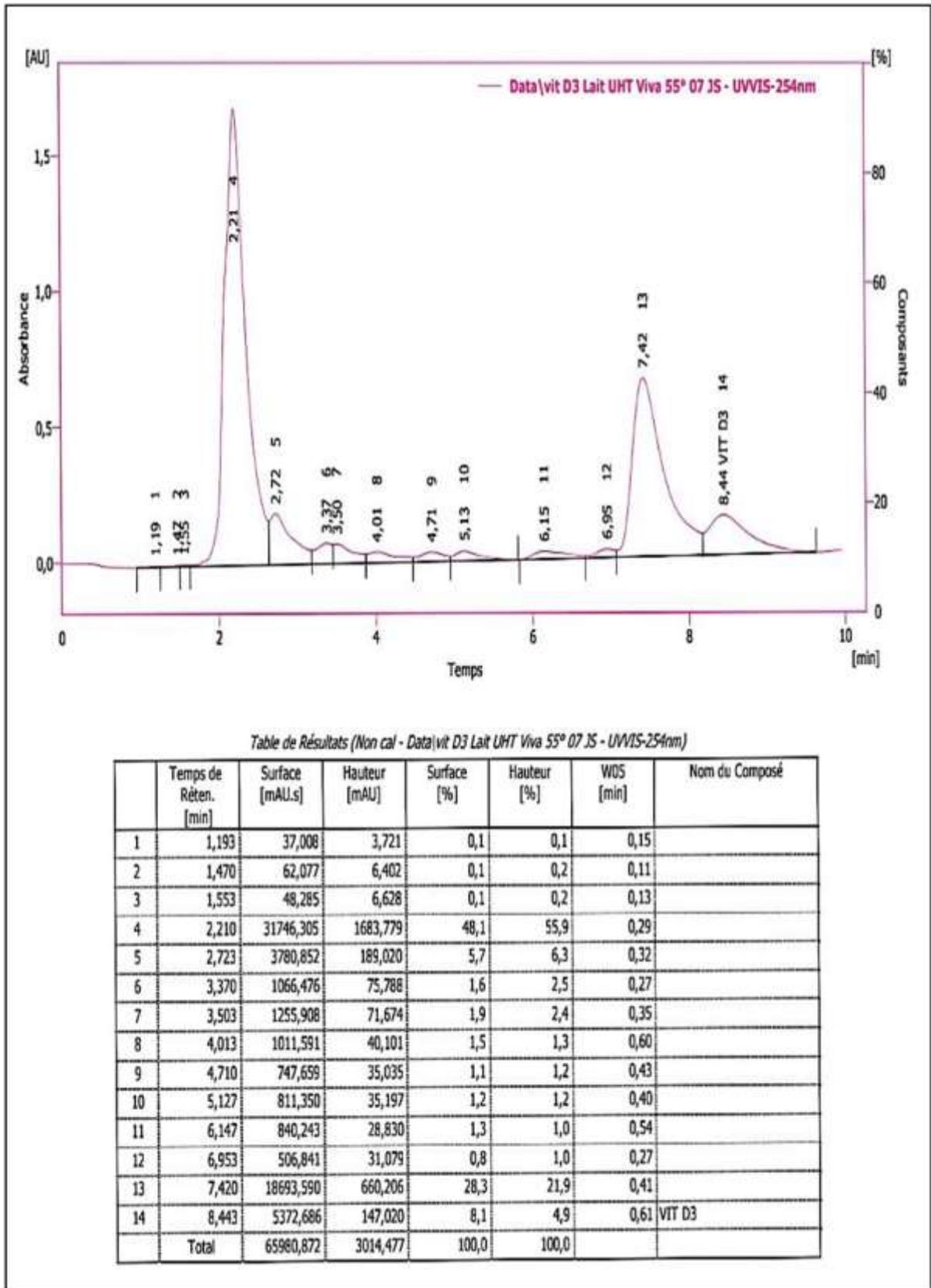


Figure 12 : Chromatogramme du dosage de la vitamine D3 par HPLC (55°/7 jours).

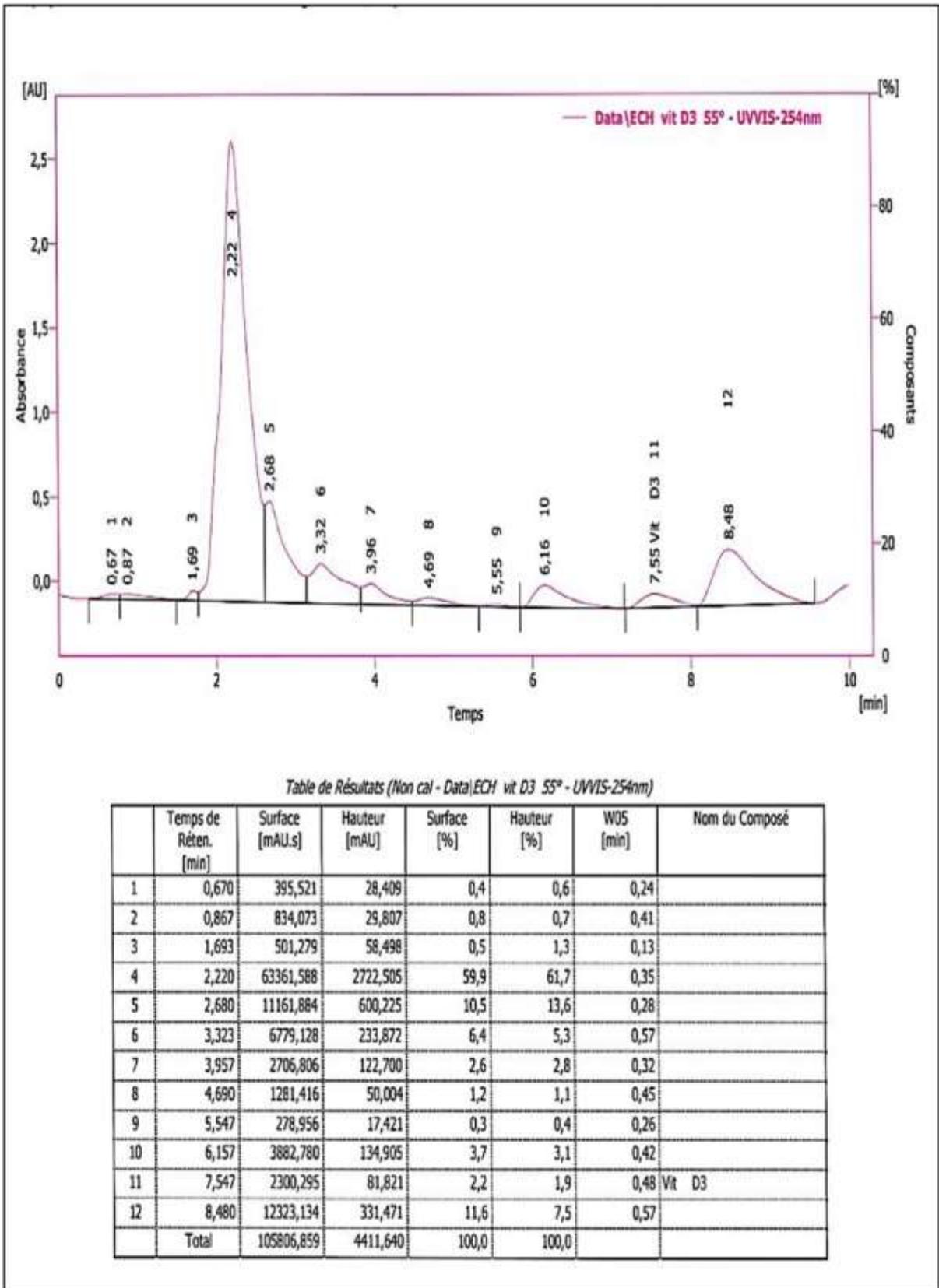


Figure 13 : Chromatogramme du dosage de la vitamine D3 par HPLC (55°/14 jours).

Conclusion

Conclusion

Notre travail consiste à suivre la stabilité de la vitamine D3 dans le lait UHT demi écrémé type VIVA. Cette analyse a été réalisée dans un laboratoire privé de contrôle de qualité et de conformité à Blida.

D'après les résultats du dosage de la vitamine D3 obtenus, on conclure que la concentration de la vitamine D3 est stable (0,7 mg/100 ml) a la réfrigération (4°C), a la température ambiante (25°C), aussi à température élevée (55°C) mais pendant une période courte (7jours). Cependant à température élevée (55°C) pendant 14 jours une dégradation notable est observée (concentration réduite à 0,34ug/100 ml). Cela indique que la concentration de la vitamine D3 est sujette à une dégradation dans le lait UHT demi écrémé lorsqu' il est exposé à des températures élevées pendant une longue période.

Avant de procéder au dosage de la vitamine D3 par HPLC, nous avons effectué au niveau de l'unité Tchil-lait Candia des analyses sensorielles, physicochimiques et microbiologiques sur les matières premières (eau et poudre) et le produit fini (VIVA), les résultats de ces analyses, nous permettent de conclure qu'ils sont de qualité satisfaisante et donc conforment aux normes de l'entreprise. Cela montre d'une part la qualité des matières premières utilisées, d'autre part la bonne pratique des règles d'hygiène, ainsi que la maîtrise du processus de fabrication de ce produit (VIVA).

Références bibliographiques

A

"Application of pH indicator label based on beetroot color for determination of milk freshness." Journal of Environmental Health and Sustainable Development.

3, ISBN : 2-7430-0233-6. P1

AGARWAL, V. K. (1989). "Liquid chromatographic determination of vitamin D in infant formula." Journal of the Association of Official Analytical Chemists72(6): 1007-1009.

B

Bosomworth NJ. Atténuer la carence épidémique en vitamine D: La tourmente des données scientifiques. *Can Fam Physician*. 2011 Jan;57(1):e1–6. French. PMID: PMC30241.

C

Cayot, P. et Lorient, D. 1998. Structure et technofonction des protéines du lait. Ed. Technique et documentation. Lavoisier. Paris, P: 176.

Chillet, P. (2011). "La pasteurisation." CRDP d'Aquitaine: Bordeaux-Paris.

D

Deeth H.C., Lewis M.J. (2009). Milk processing and quality management. Blackwell publishing Ltd.UK pp 171-175.

E

El Hadi, D. J., Azzouz, A., & Chachoua, F. (2015). Étude de la qualité physico-chimique de deux types de laits reconstitués (pasteurisé et stérilisé). *Revue Agrobiologia*, 5(2), 50.

F

FAO. (1995). Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine (Vol.28°) : Food et agriculture Org .130, 136, 142,143.290 p

Fenniche Sadika, N. H. (2018). "Suivie de la qualité physicochimique et microbiologique du lait UHT (lait entier) à différentes températures de stockage au niveau de Tchén-Lait CANDIA.

G

G.Thieulin, D. B., et R.Rosset (mai-juin 1958). "la contol sanitaire du lait ": 244.

Gaucher I., Molle D., Gagnaire V. et Gaucheron F, (2007). Effects of stockagetemperature on physic-chemical characteristics of semi-skimmed UHT milk. *Food Hydrocolloides*. 22. p130-14

Guerville, M., & Ligneul, A. (2023). L'enrichissement du lait en vitamine D: une solution pour améliorer le statut nutritionnel en vitamine D. *Cahiers de Nutrition et de Dietetique*, 58(5), 316-324.

Guiraud, J. et Galzy, P. (1980). Microbiologie du lait : l'analyse microbiologique dans les industries alimentaires. Ed. L'usine nouvelle. Paris, P :110-120.

Gösta Bylund, M Sc. (1995).Dairy processing handbook. Tetrapak processing system AB.Sweden pp 66-141.

H

Hanson, A. L. and L. E. Metzger (2010). "Evaluation of increased vitamin D fortification in high-temperature, short-time-processed 2% milk, UHT-processed 2% fat chocolate milk, and low-fat strawberry yogurt." Journal of dairy science**93**(2): 801-807.

Holick, M. F. and T. C. Chen (2008). "Vitamin D deficiency: a worldwide problem with health consequences." The American journal of clinical nutrition**87**(4): 1080S-1086S.

I

ISO 2446 (2008).Milk determination of fat content in Milk and milk products for quality control.Genève.2ème Edition. pp 12

J

J.O.R.A n°35. (1998). Arrête interministériel du 24 janvier 1998 modifiant et complétant l'arrête du 23 juillet 1994 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires.

J.O.R.A N°69. (1993).Arrété interministériel du 29 Safar 1414 correspondant au 18 août 1993 relatifs aux Spécifications et à la présentation de certains laits de consommation.

J.O.R.A. N°39 (2017).Arrété interministériel du 2Moharram 1438 correspondant au 4 Octobre 2016 fixant les critères microbiologiques des denrées alimentaires.

K

Kaushik, R., et al. (2014). "Vitamin D2 stability in milk during processing, packaging and storage." LWT-Food Science and Technology**56**(2): 421-426.

Kilara A. (2011).Dairy ingredient for food processing: processing principles of dairy ingredients. Blackwell publishing Ltd. United kingdom. pp116.

Köhlera, K. and H. P. Schuchmann (2011). "Homogenisation in the dairy process-conventional processes and novel techniques." Procedia Food Science**1**: 1367-1373.

L

Lamontagne, M. et al. 2002. Microbiologie du lait. In : Science et technologie du lait. Ed. Fondation de technologie. Canada, P : 14-79.

Lavelli, V., et al. (2021). "Vitamin D incorporation in foods: Formulation strategies, stability, and bioaccessibility as affected by the food matrix." Foods**10**(9): 1989.

Liu, Y. (2013). Investigation of vitamin D3 content in fortified fluid milk and the stability of vitamin D3 in milk to light exposure, University of British Columbia.

Lopez, C. and J. Fauquant (2016). "Un nouveau procédé combinant homogénéisation et filtration pour des laits de consommation."

M

Mahaut M., Jeanntet R., Brule G. et Schuck P. Les produits industriels laitiers. Ed. Tec et Doc, Lavoisier, Paris, (2000) P. 178.

MAHRAZ, M. A. "Validation Analytique de Dosage de la Metformine par la Méthode HPLC."

Références bibliographiques

Mathieu J, (1998). Initiation à la physicochimie du lait. Ed Lavoisier Tec et Doc, chapitre

Moller S (2000). La reconstitution du lait. Ed Sodiaal. Ivry-sur-Seine, France. pp51

Mottar, J. (1984). "Influence de la durée de conservation sous réfrigération du lait cru sur la conservabilité du lait UHT." Le Lait64(635-637): 29-45. Eshaghi, R., et al. (2020).

Muthwill F., Berger JF. Et Lecoq M., (1998). Le conditionnement aseptique en continu des liquides alimentaires en complexe papier, polyéthylène et aluminium. In « l'emballage des denrées alimentaires de grande consommation ». Edition Tec et Doc Lavoisier, Paris.

O

Odet, G., Cerf, O., Chevillotte, G., Douard, D., Gillis, G. et al. 1985. La maîtrise de la qualité du lait stérilisé UHT. Ed. Association pour la promotion industrie-agriculture (APRIA). Lavoisier, Paris, PP: 28-135.

oewen, A., et al. (2018). "Optimization of vitamins A and D3 loading in re-assembled casein micelles and effect of loading on stability of vitamin D3 during storage." Food chemistry 240: 472-481.

Organization, W. H. (2011). "Directives sur l'enrichissement des aliments en micronutriments."

Oukil A., (2017). Contribution au suivi de fabrication du lait stérilisé UHT demi écrémé produit par l'unité Tchén-Lait Candia. Technicien supérieur en contrôle et conditionnement des produits laitiers

R

Rodier J, (1996). L'analyse de l'eau. 8e édition. Dunod, Paris. p.3.

T

Temova Rakuša, Ž., et al. (2021). "Comprehensive stability study of vitamin D3 in aqueous solutions and liquid commercial products." Pharmaceutics13(5): 617.

Turovskaya, S., et al. (2019). "Water microelement composition influence on the efficiency of the milk powder dissolution process." Food systems2(1): 9-15.

U

UAE, « Les principaux procédés de traitement de l'eau au point d'utilisation, Aqualogie le magazine des affineurs de l'eau », (Septembre 1997), n°21 pp. 48

V

Veisseyre, R. (1979) Technologie du lait. 3^{ème} Ed. Maison Rustique. Paris, p.709

Veisseyre, R., & Jacquet. (1979). Constitution, Récolte, Traitement et Transformation du Lait. In Technologie du lait. Ed : La maison rustique. Paris. 32-33p.

Vignola, C. (2002). Science et technologie du lait. Canada ; 3^{ème} trimestre. P 14.

Vuillemard, Jean-Christophe. 2018 Science et technologie du lait. 3^e édition. Canada, Presses de l'Université Laval, . P 1.

Annexes

Annexe I

Présentation de l'entreprise Tchîn-lait Candia

Présentation de l'organisme :

Tchin-lait est une société privée de droit Algérien (SPA), implanté sur l'ancien site de la limonaderie Tchîn-tchîn. Elle était à l'origine d'une entreprise familiale spécialisée dans les boissons gazeuses depuis 1954, ayant de fait une longue expérience dans le conditionnement des produits sous forme liquide. C'est à l'arrivée des grandes firmes multinationales sur le marché des boissons gazeuses, qu'elle a révisée sa stratégie d'où l'idée de reconversion vers le lait UHT qui a donné naissance à Tchîn lait sous label « Candia ». C'est en 1999 qu'une franchise Candia est née en Algérie, elle est devenue fonctionnelle en 2001. Cette laiterie moderne construite sur une superficie totale de 3000 m², situé sur la route nationale n°12 à l'entrée ouest de la ville de Bejaïa (Bir-Slam). Les installations des machines ont été effectuées par la société française Tétra pack. L'unité est dotée d'un équipement ultra moderne, de très grande capacité sous la marque Candia, 25 tests de contrôle sont effectués quotidiennement d'une manière permanente et régulière par le laboratoire Tchîn-Lait durant tout le cycle de fabrication. En plus de ces tests de qualité, le lait UHT est consigné durant 72 heures avant sa commercialisation, pour avoir la garantie d'un lait stérile.

I.2. Organisation

La laiterie est gérée par un PCA qui dirige le groupe les différents services incluant l'administration générale, service technique et commercial L'unité fonctionne avec un effectif total de plus de 120 personnes entre cadres, agents de maîtrise et ouvriers de production, 24/24 heures avec trois équipes de production :

- ✓ Première équipe, 5 heures du matin à 13 heures.
- ✓ Deuxième équipe, 13 heures à 21 heures.
- ✓ Troisième équipe, 21 heures à 5 heures du matin.

La gestion de l'unité est subdivisée en plusieurs directions :

- ✓ Direction commerciale.
- ✓ Direction administration générale.

- ✓ Direction finances et comptabilité.
- ✓ Direction marketing.
- ✓ Direction production.
- ✓ Direction maintenance.
- ✓ Direction laboratoire.
- ✓ Direction Recherche et Développement.

Produits fabriqués par l'unité

- ✓ Lait UHT demi-écrémé format 1L : 16% de MG.
- ✓ Lait UHT entier format 1L : 26% de MG.
- ✓ Lait UHT écrémé << Silhouette>> à teneur garantie en vitamines B1, B6, E et enrichi en vitamine D format 1L :0% de MG.
- ✓ Lait UHT partiellement écrémé dé lactosé format 1L
- ✓ Boisson au gout chocolat format 1L, 200 ml, 125ml
- ✓ Boisson cocktail de fruits format 1L, 200 ml
- ✓ Twist jus de fruits format 200 ml, 125 ml
- ✓ Citronnade format 1L
- ✓ Préparation culinaire format 1L, 200 m

Annexe II

Matériels et réactifs

- Thermomètre pour vérifier la température du produit (20°C).
- Butyromètre à lait muni d'un bouchon approprié.
- Centrifugeuse électrique chauffante pour le butyromètre à lait
- Acide sulfurique. - Solution EDTA à 0.02N.
- Acide iso amylique
- Indicateur coloré noir ériochrome T (NET)
- Ethanol.
- Bain-Marie.
- Solution de phosphate mono potassique.
- dessiccateur à infrarouge.
- pH mètre.
- Solution de NaOH titrée à 0.1 mol/l.
- Phénol phtaléine (1%)
- Deux solutions étalons (pH=4, pH=7). - Eau distillée
- Lactodensimètre.
- Solvant d'extraction (méthanol, acétonurie)
- Solution de vitamine D3 étalon
- Réactifs pour la purification (par exemple, hexane)
- Colonne C18 pour HPLC
- Phase mobile (mélange de méthanol et eau)
- Détecteur UV-Vis pour HPLC
- Equipement
- Centrifugeuse
- Agitateur magnétique
- Evaporateur rotatif
- Système HPLC (High- Performance liquid chromatography) - Vortex - Filtres (0.45µm)

Annexe III

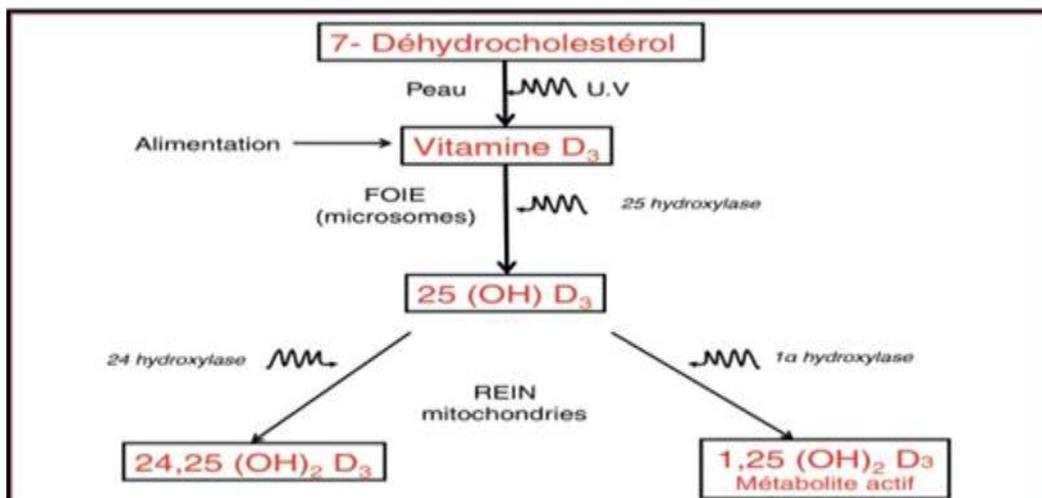


Figure 14 : formation et activation de la vitamine D3



Figure 15 : Milko Scan

Résumé

Notre étude visait à suivre la stabilité de la vitamine D3 dans le lait UHT demi-écrémé VIVA, en utilisant la chromatographie liquide à haute performance (HPLC) pour le dosage de cette vitamine. L'analyse a été réalisée au laboratoire privé de contrôle de qualité et de conformité Altesse à Blida. Les échantillons de lait ont été étuvés à différentes températures 4°C, 25°C pendant 21 jours à 55°C pendant 7 et à 55°C pendant 14 jours au niveau de l'unité de Tchîn-lait/ Candia. Avant le dosage de la vitamine D3, nous avons suivi le processus de fabrication du produit et effectué diverses analyses physico-chimiques et microbiologiques sur les matières premières, y compris l'eau de process et la poudre, ainsi que sur le produit fini. Ces analyses ont confirmé que le produit respectait les normes de qualité du point de vue hygiénique, technologique et organoleptique. Les résultats du dosage par HPLC ont montré que la vitamine D3 reste stable à 4°C, à température ambiante pendant 21 jours et à 55°C pendant 7 jours. Cependant, après 14 jours à 55°C, une diminution significative de la vitamine D3 a été observée cela indique que le stockage prolongé à des températures enlevées peut affecter la stabilité de la vitamine D3.

Mots clés : stabilité, vitamine D3, HPLC, lait UHT demi écrémé, étuvage, qualité.

Abstract

The aim of our study was to monitor the stability of vitamin D3 in VIVA UHT semi-skimmed milk, using high-performance liquid chromatography (HPLC) for the determination of this vitamin. The analysis was carried out at Altesse, a private quality control and compliance laboratory in Blida. Milk samples were steamed at various temperatures 4°C, room temperature for 21 days, 55°C for 7 days and at 55°C for 14 days at the Tchîn-lait/Candia unit. Prior to the vitamin D3 assay, we monitored the product's manufacturing process and carried out various physico-chemical and microbiological analyses on the raw materials, including process water and powder, as well as on the finished product. These analyses confirmed that the product complied with quality standards in terms of hygiene, technology and organoleptic properties. HPLC results showed that vitamin D3 remained stable at 4°C at room temperature for 21 days and 55°C for 7 days. However, after 14 days at 55°C, a significant decrease in vitamin D3 was observed, indicating that prolonged storage at removed temperatures may affect vitamin D3 stability.

Key words: stability, vitamin D3, UHT semi-skimmed milk, proofing, quality.