

Faculté des Sciences et de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires  
Filière : Sciences Biologiques  
Spécialité : Science Alimentaires  
Option : Industrie laitière



Réf :.....

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

## **MASTER**

### *Thème*

**Analyses physico-chimiques et  
microbiologiques de la crème glacée**

Présenté par :

**MEDJOUR Yasmina**

Soutenu le : **20 Juin 2017**

Devant le jury composé de :

Mme GUENDOUZE Naima	MCB	Présidente
M. MOUSSI Kamal.	MCB	Encadreur
Mme. TAMENDJARI Soraya	MCB	Examinatrice

**Année universitaire : 2016 / 2017**

# DEDICACES

Je dédie ce mémoire à :

Mes chers parents qui ont toujours été à mes côtés

· Mon frère : Karim

Mes sœurs: Moukhtaria, Naima, Anissa, ainsi que leurs maris et leurs enfants

Sabrina, Slimane, Bouaziz, Taous, Walid, Chanez.

Ma belle sœur Cilia

Mon fiancée Kamel

Mes amies

A mes copines de chambre D304.

## REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier vivement mon encadreur M. **MOUSSI Kamal** pour avoir accepté de diriger ce travail et aussi pour sa gentillesse, sa disponibilité, sa patience et sa contribution générale à l'élaboration de ce travail.

Je remercie également les membres du jury, **Mme GUENDOUZE Naima** et **Mme TAMENDJARI Soraya** pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie aussi toute l'équipe de vallée glace précisément :

Le directeur de l'unité "la vallée" pour m'avoir accepté au niveau de son organisme.

M. Ait Yahia, responsable du laboratoire pour ces explications très enrichissantes.

Tout le personnel du laboratoire de l'unité " la vallée" pour m'avoir accueillie les bras ouverts, en fait vivre pendant deux mois une expérience humaine et professionnelle inoubliables.

## LISTE DES ABREVIATIONS

**BCPL**: Bromocresol Purple Broth with Lactose

**BLBVB** : Bouillon Lactosé Bilié au vert Brillan

**D/C** : Double Concentré.

**EDTA** : Ethylène-Diamine-Tétracétique.

**H** : Humidité.

**Meq** : Milliéquivalent.

**MG** : Matière Grasse.

**MSD** : Matière Sèche Dégraissée.

**NET** : Noir Eriochrome T.

**PCA** : Plate Count Agar

**S/C** : Simple Concentré.

**TA** : Titre Alcalimétrique.

**TAC** : Titre Alcalimétrique Complet.

**TH** : Titre Hydrométrique.

**UFC** : Unités Formant Colonies.

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1:</b> Image représentant la crème glacée .....	2
<b>Figure 2 :</b> Phénomène observé à l'interface gaz liquide .....	8
<b>Figure 3 :</b> Schéma représentant la structure de la crème glacée .....	9
<b>Figure 4 :</b> Pycnomètre. ....	20
<b>Figure 5 :</b> Principe de mesure de la masse volumique à l'aide d'un lactodensimètre.....	22
<b>Figure 6:</b> Viscosimètre. ....	23
<b>Figure 7 :</b> Butyromètre .....	23
<b>Figure 8 :</b> Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ avec l'EDTA en présence de NET (a) l'eau du process (b) : Après ajout du NET (c) : après titration avec EDTA .....	32
<b>Figure 9 :</b> Dosage de TA et TAC (a) l'eau du process en présence de la phénolphtaléine (b) : après ajout de l'hélianthine (c) : après titration avec le HCl. ....	32
<b>Figure 10 :</b> Dosage des chlorures, après l'ajout de $\text{K}_2\text{CrO}_4^-$ (gauche) et après l'ajout de $\text{AgNO}_3^-$ (droite) .....	33
<b>Figure 11 :</b> Plan à deux (à gauche) et à trois classes (à droite) .....	38

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau I:</b> Ingrédients typiques d'un mélange d'une crème glacée simple .....	3
<b>Tableau II:</b> Etapes de fabrication de la crème glacée .....	6
<b>Tableau III :</b> Les problèmes de fabrication de la crème glacée.....	11
<b>Tableau IV :</b> Résultats d'analyses physico-chimiques de l'eau de process.....	33
<b>Tableau V:</b> Résultats d'analyses physico-chimique de la poudre de lait écrémé. ....	34
<b>Tableau VI :</b> Résultats d'analyses organoleptiques de la poudre de lait .....	35
<b>Tableau VII:</b> Résultats d'analyses pour le mix à la maturation.....	36
<b>Tableau VIII:</b> Résultats d'analyses physico-chimiques du produit fini (sucrière fraise- vanille).....	37
<b>Tableau IX:</b> Résultats d'analyses microbiologiques de l'eau de process. ....	39
<b>Tableau X:</b> Résultats des analyses microbiologique de la poudre du lait.....	39
<b>Tableau XI:</b> Résultats d'analyses microbiologique effectué pour le mix.....	40
<b>Tableau XII:</b> Résultats d'analyses microbiologique du produit fini. ....	41
<b>Tableau XIII :</b> Résultats d'analyses microbiologique du personnel (empreint).....	41

# Table des matières

Introduction .....	1
--------------------	---

## **PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **Généralité sur la crème glacée**

I. Définitions de la glace de consommation .....	2
II. Types de glaces.....	2
II.1. Sorbets .....	2
II.2. Glace à eau.....	2
II.3. Lait glacé .....	2
II.4. Glace.....	2
II.5. Crème glacée .....	3
II.5.1. Composition et la fonction des ingrédients de la crème glacée.....	3
II.5.1.1. Lait.....	4
II.5.1.2. Matière grasse.....	4
II.5.1.2.1. Matière grasse laitière.....	4
II.5.1.2.2. Graisses végétales.....	5
II.5.1.3. Sucres.....	5
II.5.1.4. Stabilisants.....	5
II.5.1.5. Emulsifiants .....	6
II.5.1.6. L'air .....	6
II.5.1.7. Colorants et arômes .....	6
II.5.2. Fabrication de la crème glacée .....	7
II.5.2.1. Pasteurisation.....	8
II.5.2.2. Homogénéisation .....	8
II.5.2.3. Maturation .....	8
II.5.2.4. Foisonnement.....	8
II.5.2.5. Congélation/surgélation.....	9
II.5.2.6. Emballage et stockage .....	10
II.5.3. Structure de la crème glacée.....	10
II.5.4. Microbiologie de la crème glacée.....	11
II.5.4.1. Effet de la congélation sur les microorganismes dans la crème glacée.....	11

II.5.5. Valeur nutritionnelle de la crème glacée .....	12
II.5.6. Facteurs affectant la qualité de la crème glacée .....	12

## **PARTIE EXPERIMENTALE**

### **Matériel et méthodes**

I.1. Présentation de l'entreprise.....	14
I.2. Analyses physico-chimiques.....	14
I.2.1. Eau de process.....	14
I.2.1.1. Mesure du pH.....	14
I.2.1.2. Détermination de la conductivité .....	15
I.2.1.3. La dureté de l'eau ou le titre hydrométrique (TH).....	15
I.2.1.4. Détermination de l' alcalinité, TA et TAC .....	17
I.2.1.5. Dosage des ions chlorure (méthode de Mohr) .....	18
I.2.2. Poudre de lait écrémé.....	18
I.2.2.1. Détermination de taux d'humidité .....	18
I.2.2.2. Matière grasse .....	19
I.2.2.3. Détermination de la masse volumique .....	19
I.2.2.5. Détermination de l'acidité titrable .....	21
I.2.2.6. Mesure du pH.....	21
I.2.2.7. Tests organoleptiques.....	21
I.2.3. Le mix .....	22
I.2.3.1. Extrait sec total .....	22
I.2.3.2. Masse volumique .....	22
I.2.3.3. Viscosité.....	23
I.2.3.4. Matière grasse .....	23
I.2.3.5. Acidité.....	24
I.2.3.6. pH.....	24
I.2.3.7. Mesure de la température de maturation.....	24
I.2.4. Produit fini .....	25
I.2.4.1. Détermination du taux de foisonnement.....	25
I.2.4.2. Mesure de la température.....	25
I.2.4.3. Mesure du poids.....	25
I.3. Analyses microbiologiques.....	25
I.3.1. Echantillonnage et techniques de prélèvement.....	25

I.3.2. Recherche et dénombrement des différents microorganismes.....	27
I.3.2.2. Coliformes totaux et les coliformes fécaux .....	27
I.3.2.3. <i>Staphylococcus aureus</i> .....	29
I.3.2.4. <i>Clostridium</i> sulfito-réducteurs .....	29
I.3.2.5. Streptocoque fécaux.....	30
I.3.2.6. <i>Salmonella</i> .....	31

## **Résultats et discussion**

II. Résultats et discussions .....	32
II.1. Analyses physico-chimiques .....	32
II.1.1. Eau de process .....	32
II.1. Poudre du lait écrémé .....	33
II.1.3. Le mix.....	35
II.1.4. Produit fini.....	36
II.2. Analyses microbiologiques.....	37
Conclusion.....	42

Références bibliographiques

Annexes

# **INTRODUCTION**

### Introduction

La crème glacée que nous connaissons aujourd'hui est en existence depuis au moins 330 ans, bien que ses origines remontent probablement plus loin dans le passé. L'histoire a commencée par les informations rapportées sur l'empereur Romain Néron, qui a consommé des fruits refroidis avec de la neige (Clarke , 2012). En outre, il a été rapporté que ce sont les Chinois de l'antiquité qui ont inventé la crème glacée. En effet, la préparation original était obtenue en mélangeant du miel et des fruits à de la neige. La recette de la crème glacée fut introduite en Italie au 13<sup>e</sup> siècle par Marco Polo au cours de son retour d'un voyage en Chine. Pendant les premiers temps, ce dessert était réservé à la classe royale, puis s'y répandait dans toute l'Europe, ensuite en Amérique (Génius, 2004), mais la crème glacée avec du lait n'est incorporée dans la recette qu'en 1848 pour la première fois aux États-Unis, suite à l'invention du premier freezer par Nancy Johnson (Goff et Hartel, 2013).

Aujourd'hui la crème glacée est fabriquée et consommée dans presque tous les pays du monde. La production mondiale totale de la crème glacées et de desserts glacés a été estimée à 14,4 milliards de litres en 2001, soit une moyenne de 2,4 litres par personne (Clarke, 2004). En Algérie la consommation des glaces et des crèmes glacées a progressé constamment, avec une production estimée à 30 millions de litres par an (annonyme1).

Plusieurs tests de contrôle de qualité systématique sont nécessaires, dont la composition chimique, la qualité microbiologique qui sont les plus importants, ainsi les attributs de qualité structurelle et physique tel que la taille des cristaux de glace, la taille des bulles d'air, etc. Les tests sont habituellement dictés par la réglementation, qu'ils s'agissent de composition chimique ou microbiologique pour garantir un produit stable, pendant une durée de vie et répondre aux attentes des consommateurs (Goff et Hartel, 2013).

Ce présent travail rentre à pour analyses physico-chimiques et microbiologiques de l'eau de process, de la poudre de lait, le mix, du produit fini (crème glacée) fabriqué au niveau de l'unité la Vallée. En outre, un contrôle microbiologique du personnel a été réalisé.

# **PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE**

La glace peut être décrite comme un mélange d'environ 60% d'eau et 40% de composants secs. Seuls 2/3 des liquides sont gelés, le reste se trouvant à l'état libre, dilué ou lié (1/3). En plus, l'air constitue également un élément important (Declercq, 2007).

## **II. Types de glaces**

L'association de composants lactés sans matière grasse, de matière grasse laitière, de sucres et de l'eau, combinée à d'autres ingrédients autorisés, détermine le nom de cinq sortes de glaces : sorbet, glace à eau, glace au lait, glace et la crème glacée (Declercq, 2007).

### **II.1. Sorbets**

Sont les desserts congelés à base de sucre, d'eau, d'acide de fruit, de colorants, d'arômes de fruits ou de fruits et des stabilisants, contenant une petite quantité de la matière sèche du lait, obtenue soit à partir de lait écrémé, de lait entier, de lait condensé ou de mélange de crème glacée (Wong, 2012).

### **II.2. Glace à eau**

Elle est faite à partir de jus de fruit dilué et de sucre, les colorants et les arômes peuvent également être ajoutés. La glace à eau peut être congelée avec ou sans incorporation d'air et peut être aussi durcis ou vendus comme une bouillie semi-congelée (Varnam, 2012).

### **II.3. Lait glacé**

Il s'agit d'un produit congelé obtenu à partir d'une combinaison de produits laitiers, de sucre et d'un ou plusieurs autres ingrédients similaires à ceux couramment utilisés dans la fabrication des glaces. Il est fait pour contenir une teneur en matières grasses laitières supérieure à celle qui est spécifiée par la loi pour les sorbets et que celle nécessaire pour la crème glacée (Board, 2005).

### **II.4. Glace**

Cette glace n'est soumise à aucune prescription minimale en dehors des conditions d'hygiène. La dénomination de la glace s'applique aux produits contenant d'autres graisses que celle du lait, par exemple du lait d'amande ou de la graisse de coco, ou lorsque les prescriptions minimales de la crème glacée et de la glace au lait ne sont pas respectées (Declercq, 2007).

## II. 5. Crème glacée

La crème glacée (figure 1) est un produit alimentaire congelé fabriqué à partir d'un mélange d'ingrédients laitiers tels que le lait, la crème et le lait écrémé qui sont mélangés avec du sucre, des arômes, des fruits et des noix (Wong, 2012). Des ingrédients fonctionnels, tels que les stabilisants et les émulsifiants, sont souvent inclus dans le produit pour favoriser une texture appropriée et améliorer la saveur (Alvarez, 2009).



Figure 1 : Photographie de la crème glacée (Hedh, 2012).

### II. 5.1. Composition et la fonction des ingrédients de la crème glacée

Les principaux constituants de la crème glacée sont la matière grasse, la matière sèche laitière dégraissée, le sucre, les stabilisants et l'eau (tableau I). Les colorants et les arômes sont ajoutés selon le type et la nature de la crème glacée (Pruthi, 1999). Généralement des ingrédients fonctionnels supplémentaires sont ajoutés tels que les stabilisants, des émulsifiants et des modificateurs de congélation. Cette combinaison de solutés représente l'équilibre nécessaire dans une formulation de la crème glacée (Lewis, 2008). Les solides totaux d'une crème glacée sont normalement compris entre 35% et 40% (Hull, 2011). Les produits laitiers et autres ingrédients utilisés sont choisis en fonction de la disponibilité, du coût, de la législation et de la qualité souhaitée (Goff, 2007).

Les ingrédients de la crème glacée peuvent être classés en trois groupes différents:

- Composants majeurs : sont présents en quantités substantielles, comme le lait, le sucre, les graisses et l'eau.
- Composants mineurs : sont présents en petites quantités tels que les émulsifiants, les stabilisants, les colorants et les arômes.
- Ingrédients extra, comme le chocolat, les gaufrettes, les morceaux de fruits, les noix, etc. (Scholten, 2013).

**Tableau I** : Ingrédients typiques d'un mélange d'une crème glacée simple (Permlal- Ranjith, 2002).

Ingrédient	Quantité (g/ 100 g)
eau	63
sucre	15
La poudre de lait non grasse	11.5
La matière grasse	10
Émulsifiant-stabilisant	0.5

Afin d'obtenir le bénéfice maximal des composants de la crème glacée, il est important de comprendre leur rôle, leur performance, leur interaction et leur limite, ainsi que leur proportion d'utilisation optimale (Julien, 1985).

### II. 5.1.1. Lait

Le lait et les produits laitiers sont les principaux ingrédients utilisés dans la fabrication de la crème glacée, ils sont la source de matières grasses laitières et de matières sèches dégraissées du lait (Board, 2006) qui regroupent les protéines, le lactose et les minéraux (Ciobanu, 1976). Les variables liées aux ingrédients laitiers exerçant une influence profonde sur la saveur et la texture du produit congelé (Kilara et Chandan, 2007). Ils sont également responsables d'une partie de la dépression du point de congélation et d'une augmentation de la viscosité. Les protéines servent en partie à stabiliser le mix lors de l'incorporation de l'air et sont essentielles dans la formation de membrane de globule gras lors de l'homogénéisation (Walstra, 1999). Le lactose abaisse le point de congélation de l'eau, en évitant la gélification partielle de l'eau, ce qui empêche la crème glacée de devenir un morceau de glace (Quellen-Field, 2007). Le calcium est le minéral prédominant dans le lait, au-delà de son rôle en tant que nutriment essentiel, sa forme et sa solubilité affectent directement la stabilité des protéines et indirectement l'agglomération de matières grasses. En outre, le calcium est également un élément important de la valeur nutritionnelle des produits laitiers et peut être augmenté pour soutenir les allégations nutritionnelles (Tharp et Yong, 2012).

### II. 5.1.2. Matière grasse

#### II. 5.1.2.1. Matière grasse laitière

Traditionnellement, la matière grasse du lait a été utilisée dans la production de crème glacée, sous forme de crème, de lait ou sous forme de graisse de lait anhydre ou d'huile de beurre (Ludvigsen, 2014). Le seuil minimum en matières grasses laitières est passé en 2008, de 8 % à 5 % (DGCCRF, 2016).

La matière grasse laitière est essentielle, car elle fournit à la crème glacée sa saveur riche, douce, pleine et crémeuse. La graisse augmentera également la viscosité du mélange et fournira une glace plus fluide (Bot et al., 2003). En plus, les triglycérides de la matière grasse laitière fondent sur une large gamme de températures. Une partie de la graisse butyrique se transforme presque en beurre pendant l'agitation, ajoutant une texture unique à la crème glacée (Quellen-Field, 2007). Au cours de la congélation et l'agitation dans le cylindre du congélateur, les globules gras sont exposés à la force de cisaillement qui provoque leurs éclatement, en donnant une coalescence partielle (Bot et al., 2003).

#### **II. 5.1.2.2. Graisses végétales**

L'utilisation de graisses autre que la graisse du lait est interdite par la loi dans un grand nombre de pays. Cependant, elles sont autorisées à être utilisées au Royaume-Uni, la Suède, la Belgique, le Danemark et les Pays-Bas, à condition qu'elles présentent un point de fusion inférieur à 37 °C, pour éviter qu'une sensation "accrochée" soit laissée dans la bouche. Les graisses les plus couramment utilisées sont l'huile de palmiste partiellement hydrogénée et l'huile de noix de coco, mélangées convenablement pour donner une gamme de fusion satisfaisante. Des arômes appropriés doivent être ajoutés selon les besoins, car ces huiles sont généralement fades. De plus, l'addition de graisses et d'huiles non originaires du lait doit être mentionnée sur l'étiquette (Papademas et Bintsis, 2005).

#### **II. 5.1.3. Sucres**

Le sucre, souvent le saccharose, est essentiel au goût et à la dépression du point de congélation. Très peu de sucre peut provoquer la formation de trop de glace, trop de sucre rend souvent la crème glacée très douce. Pour remédier à cela, une partie du saccharose est remplacée par un substitut tel que le sirop de glucose, qui est moins doux et conduit à une plus grande dépression du point de congélation (Walstra et al., 2005).

#### **II. 5.1.4. Stabilisants**

Agents épaississants constitués de macromolécules à poids moléculaire élevé (hydrocolloïdes, polysaccharides comme xanthane, l'amylose ou l'amylopectine de l'amidon, des gommes variées comme le guar ou la caroube, des protéines, etc.) qui fixent l'eau dans des structure de types gel (Perez, 2001), ces substances affectent également la consistance et en conséquence le transfert de chaleur pendant la congélation (Walstra, 2005).

**II. 5.1.5. Emulsifiants**

Petites molécules tensio-actifs généralement intégrées avec les stabilisants dans les mélanges dont leur fonction est très différente. Les émulsifiants utilisés dans la fabrication de la crème glacée sont de deux types principaux: les mono- et diglycérides et les esters de sorbitan. De ce dernier, le polysorbate est un promoteur très fort de la déstabilisation des graisses dans la crème glacée et est utilisé dans de nombreux mélanges de stabilisants commerciaux (Goff, 2016).

Les principaux types d'émulsifiants utilisés dans les crèmes glacées sont le monostéarate de glycérol, les polysorbates et le monostéarate de glycérol, le polysorbate et le monopalmitate de glycérol qui aident à la stabilisation du mélange en déversant les protéines de la surface des gouttelettes de graisse (Msagati, 2012). Les émulsifiants ont également un effet sur la taille des cristaux de glace et autres desserts congelés contenant de la matière grasse. Cette dernière est présente dans un état complexe où une partie est déstabilisée. Les émulsifiants sont utilisés pour favoriser cette déstabilisation/coalescence partielle permettant ainsi la distribution et le développement des bulles d'air stables. Il est probable que la distribution de cellules d'air fines et les graisses partiellement coalescentes dans la crème glacée contiennent les cristaux de glace dans un réseau de cellules de graisse et d'air, ce réseau réduit le transport de l'eau liquide entre les cristaux de glace en bloquant physiquement la diffusion. Cela force la recristallisation dans les espaces du réseau, limitant la croissance de la glace dans le processus. Les graisses et les crèmes glacées émulsionnées sont souvent plus résistants au choc thermique (Barfod et Sparso, 2007).

**II. 5.1.6. l'Air**

L'air est un ingrédient important dans la crème glacée, il est incorporé pour la rendre plus légère et plus agréable. Les bulles d'air rend la crème glacée douce et produisant un joint d'étanchéité solide, servent également à isoler et à protéger la bouche du froid de la crème glacée dont la température peut être loin du point de congélation de l'eau (Board, 2012).

**II. 5.1.7. Colorants et arômes**

Les arômes sont ajoutés pour augmenter l'acceptabilité et améliorer la qualité sensorielle, et les colorants pour améliorer son apparence et identifier l'arôme utilisé. Ces colorants et les arômes doivent être ajoutés au mélange après la pasteurisation (Pruthi, 1999).

## II. 5.2. Fabrication de la crème glacée

La crème glacée est un dessert à base de produit laitier, semi-solide congelé, fabriqué en fouettant de l'air dans un mélange d'ingrédients pendant le processus de congélation (Tableau II) (Quek et Peng, 2017). Le processus de fabrication de la crème glacée a généralement plusieurs étapes, les matières premières sont mélangées pour former le mix, puis ce dernier est soumis à une pasteurisation à une température de 80-85 °C à courte durée de 20-30 s, une homogénéisation à haute pression (150-200 bar) et un refroidissement à 5 °C. Ensuite l'air est incorporé dans le mélange (60 à 100%) pendant la phase de congélation à une température allant jusqu'à -10 °C, puis durci. (Belitz et al, 2009). Si l'incorporation de l'air dans la crème glacée est à 100%, c'est-à-dire 1 litre du mix fait 2 litres de la crème glacée (Potter., 1986). Le diagramme de fabrication est présenté dans l'annexe 1 (Goff, 2007).

Les opérations unitaires, leurs types et leurs rôles ont été résumé dans le tableau II.

**Tableau II** : étapes de fabrication de la crème glacée (Branger, 2007).

Opération unitaire	Type d'opération	Rôles
<b>Mélange des ingrédients</b>	Mélange solide/liquide	Faciliter la dissolution des poudres. Baisser la viscosité.
<b>Homogénéisation</b>	Réduction de la taille	Réduire la taille des globules gras pour empêcher la coalescence des nouveaux globules formés. Disperser les éléments de la suspension. Désagréger les agrégats. Stabiliser l'émulsion.
<b>Pasteurisation</b>	Stabiliser par la chaleur	Détruire tous les microorganismes pathogènes et une grande partie de la flore d'altération. Dénaturer certaines protéines. Solubiliser certains agents de texture.
<b>Maturation</b>	Stabiliser par le froid	Cristalliser partiellement la matière grasse. Parfaire l'hydratation des protéines du lait et des stabilisants.
<b>Foisonnement</b>	Mélange liquide/gaz	Disperser du gaz pour rendre la texture aérée.
<b>Glaçage</b>	Stabilisation par le froid négatif et mélange	Cristalliser une partie de l'eau du mélange. Répartir les bulles d'air. Libérer la matière grasse liquide qui va former un film autour des bulles d'air pour les stabiliser. Texturer le produit.
<b>Formage</b>	Conditionnement	Doser la crème glacée dans les contenants.
<b>Surgélation</b>	Stabilisation par le froid négatif	Poursuivre la cristallisation de l'eau libre congelable. Pour stabiliser la mousse. Stabiliser le produit de point de vue microbiologique. Stabiliser la texture du produit dans le temps.

### II. 5.2.1. Pasteurisation

La pasteurisation est effectuée par un processus de chauffage, souvent à des températures d'environ 70 °C pendant 10 à 30 minutes, elles sont supérieures à celles du lait ordinaire, car les crèmes sont riches en matières grasses et en sucres qui ont tendance à protéger les bactéries contre le traitement thermique (FEHD, 2001). Le but principal de la pasteurisation est d'éliminer les agents pathogènes dans le mélange de la crème glacée pour rendre le produit sûr à consommer (Mohan et al., 2014), le chauffage affecte également la structure physico-chimique du mélange, en fondant l'émulsifiant et activant les stabilisants pour qu'ils soient introduits dans la solution colloïdale de la crème glacée. Les protéines du lactosérum présentes dans la MSD du lait sont partiellement dénaturées et se déforment en exposant la portion lipophile de la molécule à la matière grasse, en conséquence, les protéines du petit-lait commencent à agir en tant qu'émulsifiants tandis que, en même temps, la capacité de liaison à l'eau est augmentée. La dénaturation augmente également le nombre de sites de liaison disponibles pour les interactions protéines/hydrocolloïdes et augmente ainsi l'action de stabilisants tels que le carraghénane. La pasteurisation est généralement bénéfique à la qualité de la crème glacée, mais un traitement thermique excessif entraîne une détérioration organoleptique inacceptable (Varnam, 2012).

### II. 5.2.2. Homogénéisation

Ce processus réduit la taille des globules gras et produit un mélange homogène. Les refroidisseurs refroidissent le mélange à une température de 40 °C au plus froide. Après le refroidissement, le mélange peut aller directement au freezer ou à de petits réservoirs où des arômes comme la vanille ou le chocolat sont ajoutés (Webb et Arbruckle, 2012).

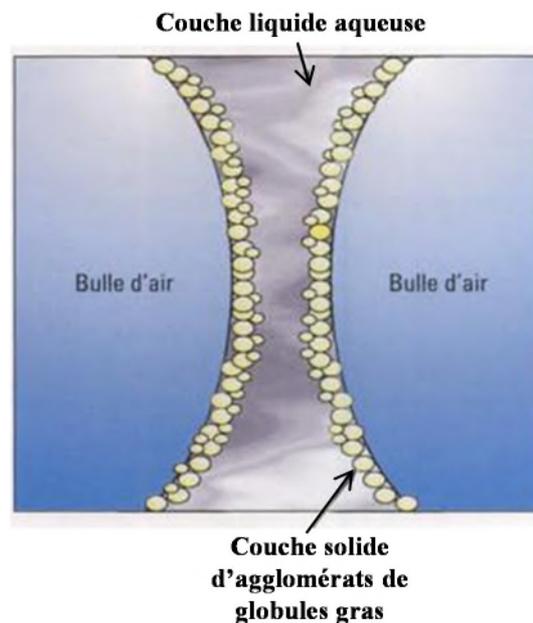
### II. 5.2.3. Maturation

Un temps de maturation de 4 heures ou plus est recommandé après le traitement du mélange avant la congélation. Cela permet l'hydratation des protéines et des stabilisants du lait (une certaine augmentation de la viscosité survient pendant la maturation), la cristallisation des globules gras et le réarrangement de la membrane, pour produire une texture plus lisse et un produit de meilleure qualité. La température du mélange doit être maintenue aussi faible que possible (au-dessous de 4 °C) sans congélation (Goff et Hartel, 2004).

#### II.5.2.4. Foisonnement

Les propriétés de texture uniques et la sensation en bouche de ces produits proviennent des petites bulles d'air dispersées. Dans la plupart de ces produits, les protéines sont les principaux agents tensio-actifs qui aident à la formation et à la stabilisation de la phase gazeuse dispersée. En général, les mousses stabilisées par des protéines sont formées par le soufflage ou l'agitation d'une solution de protéines. La propriété moussante d'une protéine se réfère à sa capacité à former un mince film résistant aux interfaces gaz-liquide de sorte que de grandes quantités de bulles d'air peuvent être incorporées et peuvent être stabilisées (figure 2). Le taux de foisonnement peut être exprimé comme suit (Fennema, 1996):

$$\text{Foisonnement} = \frac{\text{volume de la mousse} - \text{volume du liquide initial}}{\text{volume du liquide initial}} \times 100$$



**Figure 2 :** phénomène observé à l'interface gaz liquide (Boutonnier et Tirard-Collet, 2002).

#### II.5.2.5. Congélation/surgélation

La congélation est un procédé en deux étapes. Dans la première étape, la température est réduite à -6 ou -7 °C sous agitation pour incorporer l'air et donner un produit aéré. La deuxième étape, qui est beaucoup plus lente environ 2-5 h, n'implique aucune incorporation d'air et se déroule dans un état de repos dans une pièce de durcissement ou un tunnel, la crème glacée quittant le freezer est conditionnée directement dans l'emballage final (Varnam, 2012) et transférée au processus de durcissement ou surgélation finale. Cette étape a pour principaux objectifs de poursuivre la cristallisation de l'eau libre congelable, ce qui nécessite un abaissement de la température à cœur à -20 °C, et la stabilisation microbiologique du produit

fini. Compte tenu du fait que le produit est immobile, massif et souvent conditionné dans un emballage constituant une barrière à l'échange thermique, on utilise des températures relativement basse, comprises entre  $-35$  et  $-45$  °C, ainsi que des vitesses d'air et des coefficients de brassage élevés. Les équipements les plus rencontrés en industrie sont des tunnels dynamiques (Boutonnier et Tirard-Collet, 2002).

### II. 5.2.6. Emballage et stockage

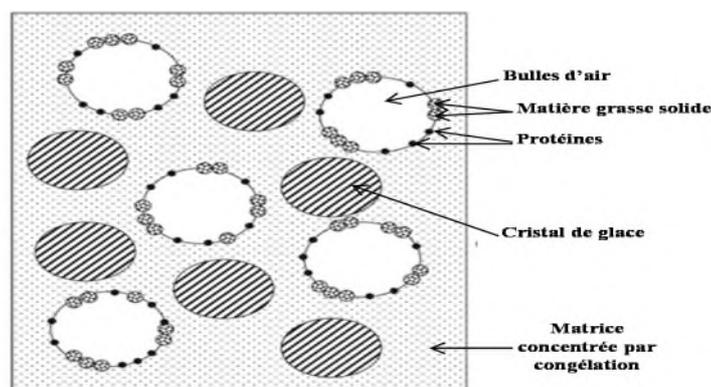
Pour assurer une bonne conservation, la chaîne du froid doit être respectée : les produits sont stockés à  $-20$  °C et transporté à  $-25$  °C/  $-30$  °C pour finir dans le congélateur familial à  $-18$  °C (Jeantet et al., 2008).

La rupture de la chaîne du froid produit des fusions superficielles, se traduisant par des déformations, des pertes de foisonnement et une texture sableuse due à la cristallisation du lactose et à la croissance des cristaux de glace (Jeantet et al., 2008).

### II. 5.3. Structure de la crème glacée

La crème glacée est une dispersion colloïdale complexe constituée de particules de crème glacée et de bulles d'air, c'est une émulsion (ou dispersion) de graisse semi-solide, d'agrégats de protéines, de sucres et de modificateurs de viscosité (polysaccharide). L'émulsion stabilisée par les protéines est rapidement refroidie de sorte que la graisse commence à cristalliser et à devenir des particules semi-solides (Karaman et Pashley, 2005).

Les éléments structurels de la crème glacée sont des cristaux de glace de diamètre de  $50$   $\mu\text{m}$ , de bulles d'air de  $60$ - $150$   $\mu\text{m}$  de diamètre, des globules gras de  $5$ - $10$   $\mu\text{m}$ . La matière grasse est principalement attachée aux bulles d'air (figure 3). Les bulles d'air ont une fonction triple: ils réduisent la valeur nutritionnelle, ramollissent le produit et empêchent une forte sensation de froid pendant la consommation (Belitz et al, 2009).



**Figure 3** : schéma représentant la structure de la crème glacée (Scolten et Peters, 2013).

#### II. 5.4. Microbiologie de la crème glacée

La crème glacée est un produit à base du lait, est un bon support pour la croissance microbienne en raison de la valeur nutritive élevée, pH voisin de la neutralité (pH ~ 6-7) et la longue durée de conservation. (FEHD, 2001 et Mahmud-Hossain, 2012). En outre, la qualité de la crème glacée dépend de facteurs extrinsèques qui incluent la fabrication, de même que des facteurs intrinsèques qui incluent la proportion d'ingrédients utilisés. Les principales sources de contamination microbienne des crèmes glacées incluent l'eau et le lait cru, alors que les sources secondaires incluent les agents aromatisants, la manipulation des ustensiles. On a signalé que la source possible de ces microorganismes dans les crèmes glacées comprenait les matières premières utilisées pour la composition de la crème glacée, telles que le lait et le lait en poudre, la crème, les aromatisants et les substances colorantes, ainsi que l'air contaminé pendant le traitement de la crème glacée (khalil et al, 2009 et Mahmud-hossain, 2012), bien que les étapes de pasteurisation, de congélation et de durcissement dans la production puissent éliminer la plupart des dangers microbiens, mais de nombreux dangers pour la santé persistent en raison de diverses conditions. De nombreux psychrophiles et microorganismes psychotolérants comme *listeria monocytogens*, *Salmonella* (Mahmud-hossain, 2012 et Pal et al., 2015), *staphylococcus aureus*, *Bacillus*, *Shigella*, *Streptococcus*, *Pseudomonas*, *Campylobacter*, *Brucella* (Mahmud hossain, 2012) et *Yersinia enterocolitica* sont généralement présents dans la crème glacée et peuvent survivre dans les aliments même à basse température. En outre, la présence de coliformes dans des produits congelés comme la crème glacée est une indication de contamination post-pasteurisation (Pal et al., 2015).

##### II. 5.4.1. Effet de la congélation sur les microorganismes dans la crème glacée

Les conditions de congélation mettent des contraintes sévères sur les microorganismes dans le mélange. Les facteurs qui affectent la survie des microorganismes pendant la congélation et le stockage comprennent le type et l'état physiologique des cellules, la composition de l'aliment, le traitement de l'aliment avant la congélation, de congélation, et les conditions de stockage. Les crèmes glacées autour des cellules microbiennes réduisent la quantité d'eau libre et la formation de la glaces à l'intérieur des cellules ce qui provoque la lyse cellulaire, en conduisant à la mort cellulaire. En générale, les bacilles Gram-négatives et les cellules végétatives des levures et des moisissures sont plus facilement tuées que les bactéries Gram-positives et les spores bactériennes et fongiques. En plus, les bactéries capsulées survivent mieux que les mêmes souches acapsulées (Marshall, 2001).

### II.5.5. Valeur nutritionnelle de la crème glacée

La crème glacée a la même valeur nutritionnelle du lait avec quelques calories supplémentaires liées à l'ajout de sucre, de fruits et d'autres ingrédients. En termes de volume, la crème glacée est constituée principalement de l'air, ce qui réduit le taux de calories par volume. En plus, le plaisir de manger de la crème glacée doit également être pris en compte pour le bien être, entre autres, la crème glacée est un aliment que les États-Unis rendent disponible à son personnel de service presque partout dans le monde (Patton, 2004).

### II.5.6. Facteurs affectant la qualité de la crème glacée

Les principaux facteurs affectant la qualité de la crème glacée peuvent être divisés en deux : les facteurs associés à la composition et liés au processus de fabrication (Goff, 2016). En effet, les problèmes de fabrication de la crème glacée sont récapitulés dans le tableau III.

**Tableau III** : les problèmes de fabrication de la crème glacée (GRET, 2011).

Nature	Origines possibles
Texture grossière et sensation aqueuse.	Refroidissement trop lent. Remontées de température du produit après le glaçage.
Texture friable.	Teneur insuffisante en matière, foisonnement excessif, bulles d'air trop grosses et doses de stabilisants insuffisants.
Texture humide.	Foisonnement insuffisant, dose trop élevée en sucre ou teneur en matière sèches trop élevée.
Texture collante, pâteuse.	Matière sèche en quantité excessive. Dose de stabilisants excessive.
Texture grasseuse.	Barattage excessif dans la turbine, dose de matière grasse trop importante, température d'entrée dans la turbine trop élevée et refroidissement trop lent.
Texture granuleuse.	Cristaux de glace de taille excessive et répartition hétérogène, grosse bulles d'air, glaçage et surgélation trop lents, fluctuation de température, hydratation insuffisante des protéines et doses insuffisante de stabilisants.
Texture pelucheuse ou neigeuse.	Grosse bulles d'air, incorporation excessive d'air (taux de foisonnement trop important par rapport à la quantité de matière sèche).
Texture sableuse.	Gros cristaux de lactose, trop de lactose par rapport à la matière sèche, fluctuations de température et température excessive en sortie de turbine.
Glaçage contractée, rétrécie.	Température trop basse lors du glaçage ou de la surgélation, foisonnement excessif et finesse excessive de la texture.
Fonte de la crème glacée hétérogène.	Acidité excessive, fonte et recristallisation dans la turbine et stockage prolongé à basse température.
Fonte difficile de la crème glacée.	Souvent accompagnée de défauts de texture, teneur excessive en matière grasse, température en sortie de la turbine trop basse, refroidissement trop lent.

Fonte exsudative de la crème.	Déséquilibre dans la formulation du mix, dose insuffisante de stabilisants et ingrédients de mauvaise qualité.
Fonte mousseuse.	Foisonnement excessif.
Hétérogénéité de la couleur.	Solubilité du colorant, mélange insuffisant dans le mix et stockage prolongé à basse température avec rétrécissement (altération de la couleur en surface).
Défauts de goût.	Oxydation de la matière grasse, acidité trop forte des ingrédients laitiers, amertume due à la mauvaise qualité du lait réfrigéré, goût de cuit dû à une mauvaise agitation au cours de la pasteurisation et goût salé dû à une teneur en matière sèche excessive.

---

# **PARTIE EXPERIMENTALE**

# **MATERIELS ET METHODES**

## I.2. Analyses physico-chimiques

### I.2.1. Eau de process

#### I.2.1.1. Mesure du pH

Le potentiel hydrogène (pH) est un coefficient qui caractérise l'acidité ou la basicité d'une eau. Une eau est acide si son pH est inférieur à 7, basique si son pH est supérieur à 7. Une eau est dite neutre si le pH est de 7. Le pH d'une eau naturelle dépend de son origine et de la nature des terrains traversés. Un  $\text{pH} < 7$  peut provoquer une corrosion des tuyauteries métallique et le  $\text{pH} > 8$ , il entraîne une diminution de l'efficacité du processus de désinfection au chlore et peut conduire à des dépôts incrustants dans les circuits de distribution (Brémaud, 2006).

##### ✓ Principe

Le terme pH est le logarithme décimal de l'inverse de la concentration des ions  $\text{H}^+$  :  $\text{pH} = \log (1/ [\text{H}^+])$  (Sherwood et al, 2016) déterminé en mesurant la différence de potentiel entre deux électrodes immergées dans une solution d'échantillon (OFR, 2011). La mesure s'effectue à 20°C.

##### ✓ Mode opératoire

- Le pré-rinçage des électrodes et du bécher à l'eau à analyser.
- Prolonger l'électrode dans le bécher contenant de l'eau à analyser.
- rinçage de l'électrode à l'eau déminéralisée et le conservé dans l'eau déminéralisée.

Il est indispensable d'étalonner l'appareil.

La lecture se fait directement sur le pH mètre.

#### I.2.1.2. Détermination de la conductivité

La conductivité électrique traduit la capacité d'une solution aqueuse à conduire le courant électrique. La conductivité est directement proportionnelle à la quantité de solides (les sels minéraux) dissous dans l'eau. Ainsi, plus la concentration en solides dissout sera importante, plus la conductivité sera élevée (Brémaud, 2006).

La mesure s'effectue à 20°C.

##### ✓ Principe

Les espèces ioniques (anions et cations) sont porteuses de charge électrique. Il s'ensuit que l'eau qui les contient peut conduire l'électricité. Dès lors, la mesure de la conductivité d'une eau donne un bon indice de sa teneur en minéraux dissous. La conductivité s'exprime en micro-siemens par centimètre ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) et se mesure à l'aide d'un conductimètre (Hade, 2003).

### ✓ Mode opératoire

- La mesure est directe : prolonger l'électrode dans un récipient contenant l'eau à examiner en prenant un certain nombre de précautions :

-Rinçage au préalable l'électrode avec l'eau à analyser.

-Agitation avant d'effectuer la lecture pour assurer l'homogénéité du milieu et éviter la présence des bulles d'air sur les électrodes.

-Assurer que l'électrode est suffisamment immergée dans l'eau à analyser.

La lecture s'effectue directement sur le conductimètre.

#### I.2.1.3. La dureté de l'eau ou le titre hydrométrique (TH)

Historiquement la dureté de l'eau était définie en tenant compte de la capacité des cations présents dans l'eau à remplacer les ions sodium ou potassium des savons pour former des produits peu solubles qui causent une écume dans les éviers ou les baignoires. Cependant, dans les eaux naturelles, les concentrations en ions calcium et magnésium dépassent généralement de loin celle de tout autre ion métallique (Skoog et west, 2015). En effet, la dureté totale d'une eau correspond à la quantité totale d'ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  présente dans l'eau et cette concentration est généralement exprimée en degré Français, °F ( $1^\circ\text{F} = 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$  en  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$ ) (Wouters, 2015).

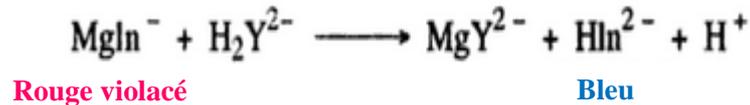
### ✓ Principe

Les dosages séparés permettent d'apprécier la dureté calcique et la dureté magnésienne. La dureté totale s'effectue par titrage avec une solution EDTA-2Na à  $\sim 0,01 \text{ mol.L}^{-1}$  (0,02N) qu'on prépare à partir d'une solution commerciale, à  $0,050 \pm 0,002 \text{ mol.L}^{-1}$ , que l'on dilue 5 fois avec de l'eau distillée (Cachau-Herreillat, 2009), en présence de noir ériochrome T (NET) à 0,5% qu'on prépare en 0,5 g de NET avec 100g de NaCl, à pH compris entre 9 et 10 par une solution de complexon III (EDTA), en présence de noir ériochrome T (Burgot, 2011). Le pH est maintenu par une solution tampon d'ammoniaque et de chlorure d'ammonium (Denis et al., 2000).

On ajoute souvent une petite quantité de chélate d'EDTA-magnésium dans le tampon d'ammoniacal ou dans le titrant pour qu'il y ait assez d'ions magnésium pour que l'indicateur fonctionne correctement (Skoog et west, 2015). En présence d'ions calcium et magnésium à pH = 10, le NET forme un complexe avec les ions magnésium. Lors de l'ajout progressif d'EDTA ( $\text{H}_2\text{Y}^{2-}$ ) (Mesplede et Randon, 2004), celui-ci réagit avec les ions calcium de la solution et forme le premier complexe à  $\text{CaY}^{2-}$  ce qui est le plus stable selon la réaction (Vermani, 2003) :



Lorsque la totalité des ions calcium sont complexés, l'EDTA réagit avec les ions magnésium en solution pour finalement réagir avec le complexe Mg-NET (Mesplede et Randon, 2004). L'équivalence est indiquée par le virage du rouge violacé au bleu du noir ériochrome T ( $\text{HIn}^{2-}$ ) (Denis et al., 2000), selon la réaction suivante (Vermani, 2003) :



#### ✓ Mode opératoire

- Prélever 25 ml d'eau de process.
- Ajouter 2 ml de tampon ammoniacal.
- Ajouter une pincée de NET environ 2g.
- Si la coloration vire au rouge violacé on ajoute la solution d'EDTA à 0,02N.

Les résultats sont exprimés comme suit :

$$\text{Cb} \times \text{N} \times \frac{1000}{\text{V}} \text{ meq/L}_{\text{eau}} \quad \text{Cb : chute de la burette} \quad \text{N : normalité EDTA} \quad \text{V : volume prise}$$

d'essai (25 ml)

Le TH est exprimé en °F -CaCO<sub>3</sub> = 100 M

$$\text{Cb} \times \text{N} \times \frac{1000}{\text{v}} \times \frac{50}{10} \text{ °F} \quad \text{- Valence} = 2$$

$$\text{Cb} \times 0.02 \times \frac{1000}{25} \times \frac{50}{10} \text{ °F} \quad \text{-Meq} = 100/2 = 50$$

$$\text{Cb} \times \frac{100}{\text{v}} \longrightarrow \text{Si le volume égale 25 ml : TH} = \text{Cb} \times 4 \text{ °F}$$

$$1 \text{ °F} = 10 \text{ mg CaCO}_3$$

#### I.2.1.4. Détermination de l'alcalinité, TA et TAC

L'alcalinité de la solution est définie comme la capacité de la solution à réagir avec un acide fort (Hounslow, 1995). Le titre alcalimétrique TA détermine la teneur en  $\text{OH}^-$  et la moitié de la teneur en carbonate alcaline et alcalinoterreux (Audisio et Béranger, 2010). Le TAC est exprimé par la somme des anions hydrogénocarbonates, carbonates et hydroxydes alcalins (Na) ou alcalino-terreux (Ca, Mg) (Berné, 1991).

#### ✓ Principe

Le TA est mesuré par titration acide en présence de la phénolphthaléine (rouge) jusqu'à décoloration, ce qui indique que le pH est à 8,3. Dans cette dernière solution (pH 8,3) on ajoute l'hélianthine (méthylorange), suivi d'une titration acide jusqu'au virage de l'hélianthine en rouge, ce qui indique que le pH est à 4,3 et ce qui exprime le TAC (Berné, 1991).

✓ **Mode opératoire**

- Prélever 50 ml d'eau à analyser.
- Ajouter 3 à 4 gouttes de phénolphtaléine à 1%.
- S'il y a une coloration, on titre avec une solution d'HCl 0.02 N jusqu'à elle redevient incolore. S'il n'y a pas de coloration le TH=0.

Les résultats TA sont exprimés en °F par l'équation suivante :

$$V_1 \times N \times \frac{1000}{V} \times 5$$

$V_1$  : Chute de burette.     $M \text{ CO}_3^{2-} = 60$      $N$  : normalité     $V$  : volume de la prise d'essai  
5 : meq en  $\text{CaCO}_3$

Sur le même échantillon ayant servi pour la détermination du TA,

- Ajouter 3-5 gouttes de méthylorange : la couleur devient jaune
- Titrer avec l'acide chlorhydrique (HCl à 0,02N) qui donne une coloration orange à (pH= 4,3).

On note  $V_2$  comme chute burette totale.

Les résultats sont exprimés en °F

$$V_2 \times N \times \frac{1000}{V} \times 5 \quad V_2 = \text{CB} - V_1$$

$C_b$  : chute de la burette totale du TA + TAC.

$V_2$  : volume de l'acide ajouté pour le TAC.

$N$  : normalité de l'acide.

$V$  : volume de la prise d'essai.

$V_1$  : volume ajouté pour le TA.

**I.2.1.5. Dosage des ions chlorure (méthode de Mohr)**

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de quelque millilitre de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition d'une teinte rouge caractéristique du chromate d'argent (CTCE, 1973).

✓ **Principe**

Les ions d'argent réagissent avec le chromate pour former un précipité rouge brique de chromate d'argent ( $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ) au point d'équivalence (Skoog et west, 2015).

✓ **Mode opératoire**

- Introduire 50 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer.
- Ajouter quelques gouttes de chromate de potassium ( $\text{K}_2\text{CrO}_4^-$ ).
- Titrer avec de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3^-$ ) à 0,02 N.

Un blanc a été préparé dans les mêmes conditions, en remplaçant l'eau à analyser par l'eau distillée.

Les résultats sont exprimés selon l'équation suivante :

$$[\text{Cl}^-] = V_{\text{réel}} \times N \times \frac{1000}{V_{\text{ech}}} \times M \times F \quad V_{\text{réel}} = V_1 - V_0$$

$V_1$  : chute de burette pour l'eau analysé,

$V_0$  : chute de burette pour le blanc,

$N$  : la normalité de nitrate d'argent (0,02 N),

$V_{\text{ech}}$  : volume de l'échantillon,

$M$  : masse molaire du chlore

$F$  : facteur de correction.

## I.2.2. Poudre de lait écrémé

### I.2.2.1. Détermination de taux d'humidité

La teneur en humidité est exprimée comme l'humidité relative d'un aliment. Mathématiquement, c'est le rapport de la masse d'eau contenue dans un aliment sur la masse totale de l'aliment contenant l'humidité, exprimée en pourcentage (Figura et Teixeira, 2007).

#### ✓ Principe

Consiste à peser 2.5-3g de lait dans des capsules. On place ensuite les échantillons dans une étuve ventilée à une température de 90°C pendant trois heures ou jusqu'à poids constant. Le poids est mesuré après refroidissement des échantillons dans un dessiccateur à la température de la pièce (Lapointe-Vignola, 2002).

#### ✓ Mode opératoire

- Peser une quantité de la poudre (environ 2.5-3g) dans une capsule sèche après l'avoir pesée son poids
- Transférer la capsule dans une étuve à 90°C.

A la sortie de l'étuve la capsule est mise dans un dessiccateur contenant des grains de silice pour absorber l'humidité puis pesé à l'aide d'une balance. .

Le taux d'humidité (**H**) est exprimé en pourcentage (%).

$$H\% = (100 - \text{EST})\%$$

EST : Extrait Sec Total est calculé

$$\text{EST} = \frac{\text{poids de l'échantion avant étuvage}}{\text{poids de l'échantillon après étuvage}} \times 100$$

### I.2.2.2. Matière grasse

#### ✓ Principe

La méthode Gerber pour l'analyse des graisses utilise de manière similaire la réaction exothermique entre l'eau dans le produit et l'acide sulfurique concentré en combinaison avec de l'alcool isoamylique pour désintégrer la structure de l'émulsion et libérer la matière grasse. Après centrifugation la matière grasse est collectée dans la partie inférieure du col de butyromètre (Goff et Hartel, 2013).

#### ✓ Mode opératoire

- Mettre 10 ml d'acide sulfurique dans le butyromètre.
- Ajouter 11 ml du lait reconstitué à 10%.
- Ajouter 1ml d'alcool isoamylique.
- Agiter le butyromètre pour dissoudre les constituants.
- Mettre le butyromètre dans la centrifugeuse pendant 5 min.

La lecture du butyromètre s'effectue en le maintenant parfaitement vertical. La lecture de graduation correspondant à la base du ménisque de la colonne grasse. Chaque graduation correspond à 0,1% de MG et le %MG = % Lue.

### I.2.2.3. Détermination de la masse volumique

La masse volumique d'une substance est sa masse par unité de volume ( $\text{kg/m}^3$ ) (Libois, 1999).

#### ✓ Principe

La masse volumique ou la gravité spécifique ou la densité du lait est mesurée à l'aide d'un pycnomètre (figure 4). La détermination de la densité du lait révèle si le lait a été dilué ou non (Farah el al, 2004). La mesure de la masse volumique consiste à déterminer le volume qui occupe une masse de la poudre. L'analyse s'effectue à 20 °C.



Figure 4 : Pycnomètre.

✓ **Mode opératoire**

- Reconstitution de la poudre à 10% de lait (100g de la poudre dégraissée ajuster avec de l'eau jusqu'à 1000ml).
- Peser le pycnomètre vide et tarer.
- Remplir le pycnomètre avec du lait reconstitué à 10%.
- Peser une autre fois pour mesurer la masse du lait reconstitué.

La masse volumique de la reconstitution à 10% est la suivante :

$$MV_r = \frac{\text{masse de l'échantion}}{\text{volume de pycnomètre}}$$

La masse volumique de la poudre est déterminé selon le calcul suivant :

$$MV_P = \frac{m_P}{V_P}$$

$$V_P = V_T - V_E$$

$$V_E = \frac{m_E}{MVE}$$

$MV_P$  : masse volumique de la poudre.

$MV_E$  : masse volumique de l'eau.

$V_E$  : volume de l'eau.

$V_P$  : volume de la poudre.

$m_E$  : masse de l'eau.

$m_P$  : masse de la poudre.

**I.2.2.5. Détermination de l'acidité titrable**

L'acidité titrable mesure la quantité d'acide présente dans un échantillon de lait. On peut exprimer le pourcentage d'acide lactique en fonction du poids (1 ml 0,1 N NaOH = 0,0090 g d'acide lactique) (Amior et al., 2002) ou en degré Dornic qui correspond à la présence de 0,1 g d'acide lactique par litre de lait (Amior et al., 2002 et Pierreet Alain., 2011), pour un volume 1/10 ml de NaOH (0,11 N) pour 10 ml de lait (Amior et al., 2002).

✓ **Principe**

L'acidité de la poudre du lait est mesurée par titrage avec une solution de NaOH (0,1N) en présence de phénolphtaléine, exprimée par la quantité nécessaire de NaOH pour déplacer la valeur du pH du lait (6,5-6,7) (incolore) à une valeur de pH du phénolphtaléine (8.2-8.4) (rose) (Skanderby et al., 2009).

**✓ Mode opératoire**

- Mettre 10 g de la poudre de lait dans une fiole de 100 ml, ajuster avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, mélanger et laisser au repos 5 min.
- Prendre 10 ml du mélange dans un bécher et ajouter 3-4 gouttes de phénolphtaléine 1%.
- Faire couler goutte à goutte la solution de NaOH N/9 jusqu'à l'apparition de la couleur rose pâle et lire sur la burette le volume de NaOH écoulé, chaque graduation correspond à 0,2 ml.

Les résultats sont exprimés par l'équation suivante :

$$AC = Cb \times \frac{10}{9}$$

Ac : acidité.

Cb : chute de burette.

**I.2.2.6. Mesure du pH**

Il est déterminé par un pH mètre, pour une solution préparée précédemment dans le réfrigérateur pour avoir une température de 20°C.

**I.2.2.7. Tests de dégustation**

La poudre du lait est soumise à des tests de dégustation (gout, l'odeur, saveur et couleur).

**I.2.3. Le mix****I.2.3.1. Extrait sec total****✓ Principe**

L'extrait sec est la masse restante après élimination de l'eau présente dans l'échantillon.

**✓ Mode opératoire**

- Mettre une capsule sur une balance, tarer et peser 3-4 g de mix.
- Transférer dans une étuve à 105°C jusqu'à disparition totale de l'eau présente dans le mix.
- Après séchage on mit la capsule dans un dessiccateur contenant de silice pour éliminer l'humidité et se refroidir.

### I.2.3.2. Masse volumique

#### ✓ Principe

La masse volumique est déterminée à l'aide d'un lactodensimètre (figure 5), la méthode consiste à plonger un lactodensimètre dans une éprouvette remplie de mix (figure 5).



**Figure 5** : principe de mesure de la masse volumique à l'aide d'un lactodensimètre.

#### ✓ Mode opératoire

- Mener la température du mix à 20°C.
- Rincer l'éprouvette avec le mix et verser lentement afin d'éviter la formation de la mousse.
- On introduit le lactodensimètre dans l'éprouvette, après stabilisation de celui-ci on effectue la lecture. Les résultats sont exprimés en g/ml, chaque graduation correspond à 0,001 g/ml

### I.2.3.3. Viscosité

La viscosité mesure la résistance de liquide à l'écoulement (Roberts, 2013).

La détermination de la viscosité s'effectue à 20°C.

#### ✓ Principe

Les périphériques typiques de proximité sont des verres d'efflux ou des viscosimètres de buses (figure 6), qui fournissent des informations rapides et sont extrêmement robustes et simples à utiliser. Le temps d'écoulement d'une masse ou d'un volume prescrit par une buse ou un capillaire est souvent suffisant pour une évaluation approximative de la viscosité (Denbow, 2001).



Figure 6 : viscosimètre.

#### I.2.3.4. Matière grasse

##### ✓ Principe

Le même principe que celui du lait écrémé cité en haut.

##### ✓ Mode opératoire

- Mettre 10 ml d'acide sulfurique dans le butyromètre (figure 7).
- Ajouter 5,5 g de mix compléter avec de l'eau distillé jusqu'à 11g.
- Ajouter 1ml d'alcool isoamylique.
- Agiter le butyromètre pour dissoudre les constituants
- Mettre le butyromètre dans la centrifugeuse pendant 5 min.



Figure 7 : butyromètre

##### ✓ Expression des résultats

La lecture du butyromètre s'effectue on le maintenant parfaitement vertical et la lecture de la graduation correspondant à la base du ménisque de la colonne grasse.

Chaque graduation correspond à 0.1% de MG et le % MG = % lue  $\times$  2.

#### I.2.3.5. Acidité titrable

##### ✓ Principe

La détermination de l'acidité se fait par un titrage avec l'hydroxyde de sodium (NaOH) à 1/9N en présence de la phénolphtaléine à 1%.

##### ✓ Mode opératoire

- Peser 10 g du mix dans un bécher ajouter 2-3 gouttes de phénolphtaléine 1%.
- Titrer avec de NaOH 1/9N jusqu'à l'apparition de la couleur rose pâle.

L'acidité est exprimée par g d'acide lactique/kg du mix selon l'équation suivante :

$$AC = \frac{Cb \times N \times f \times M}{m}$$

**Cb** : la chute de la burette, **N** : la normalité de NaOH (1/9), **f** : facteur de correction (1), **M** : la masse molaire de l'acide lactique (90 g/mol), **m** : la masse de l'échantillon (10 g).

Le facteur de correction est lié à la pureté de la soude, elle déterminé par un titrage de NaOH 1/9N (normalité voulue) avec un acide fort soit HCl ou H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> normalisé utilisé comme une solution référence dont la normalité est de 0,1 N, en présence de la phénolphtaléine 1%.

Le calcul du facteur de correction est comme suit :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$N_2 = \frac{N_1 \times V_1}{V_2}$$

**N<sub>1</sub>**: la normalité de l'acide.

**V<sub>1</sub>**: volume de l'acide qui correspond à la chute de burette.

**N<sub>2</sub>**: la normalité réelle de NaOH obtenue le titrage acide.

**V<sub>2</sub>** : volume de NaOH pris.

$$f = \frac{\text{la normalité voulue}}{\text{la normalité réelle}}$$

**f** : facteur de correction.

### I.2.3.6. pH

Il est mesuré directement par un pH-mètre.

### I.2.3.7. Mesure de la température de maturation

La mesure de la température du mix se fait à l'aide d'un thermomètre intégré au tank de maturation.

## I.2.4. Produit fini

### I.2.4.1. Détermination du taux de foisonnement

#### ✓ Principe

Consiste à déterminer la quantité de l'air présente dans le mix.

#### ✓ Mode opératoire

- Remplir un pot du mix et peser le poids.
- Remplir le même pot avec de la crème résultante du mix, et peser son poids.

Taux de foisonnement est exprimé selon la loi suivante :

$$\text{TF} (\%) = [(P_1 - P_2) / P_2] \times 100$$

**TF**: Taux de foisonnement, **P<sub>1</sub>**: poids du mix et **P<sub>2</sub>**: poids de la crème glacée.

### I.2.4.2. Mesure de la température

La mesure de la température du produit se fait à l'aide d'un thermomètre à la sortie freezer et à la sortie du tunnel.

### I.2.4.3. Mesure du poids

Faire des pesées de quelques échantillons pour vérifier la quantité dosée par le doseur de la ligne de production, réglé à 300 g du produit fini "sucrière fraise-vanille" et la pesée du sirop ajouté pour le même produit pour vérifier la quantité dosée par un autre doseur réglé à 10 g.

## I.3. Analyses microbiologiques

Les analyses effectuées au laboratoire de microbiologie de l'unité "La Vallée" sont portés sur l'eau du process, le mix, le produit fini, le matériel et le personnelle.

### I.3.1. Echantillonnage et techniques de prélèvement

L'étape d'échantillonnage influence directement la qualité des résultats analytiques obtenus. Des précautions élémentaires doivent être prises pour obtenir un échantillon représentatif afin de minimiser les risques associés à la contamination de l'échantillon par le préleveur et de permettre le maintien de l'intégrité des échantillons.

#### ✓ Prélèvement de la poudre du lait

- Un échantillon est pris aléatoirement et amenés au laboratoire dans son emballage d'origine.
- Se laver et se désinfecter les mains.
- Désinfecter le sac avant son ouverture.

- Utiliser une spatule stérile pour prélever environ 100 g de la poudre dans une boîte stérile à proximité du bec benzène.

Les germes recherchés sont : coliformes totaux, *Clostridium* sulfito-réducteurs, germes aérobies mésophiles.

### ✓ Prélèvement du mix

- Se laver et se désinfecter les mains à l'alcool.
- Ouvrir largement le robinet et laisser couler pendant 30 secondes à 1 minute.
- Fermer et désinfecter le robinet en flambant l'embout avec un brûleur ou à défaut de l'alcool.
- Ouvrir le robinet à nouveau et déboucher le flacon stérile sans éloigner le bouchon du col.
- Remplir le récipient, le fermer aussitôt, sans toucher le col ni l'intérieur du bouchon.

Les germes recherchés sont : coliformes totaux, les coliformes fécaux, les *Staphylococcus aureus*, germes aérobies mésophiles.

### ✓ Produit fini

Le produit fini est prélevé aléatoirement après son conditionnement et transporté au laboratoire. Devant le bec benzène on ouvre la boîte et on prélève 10 g dans un flacon stérile et incubé dans le bain marie à 40°C pendant 10 min.

Les germes sont : coliforme totaux, coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus*, germes aérobies mésophiles.

### ✓ Contrôle de l'équipement

Nous avons procédé au contrôle microbiologique au niveau d'un tapis de sortie d'esquimaux.

Le prélèvement a été effectué à l'aide d'un écouvillon stérile, ensuite transféré dans 10 ml d'eau physiologique et considéré comme  $10^{-1}$ .

Les germes recherchés sont : coliforme totaux, coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus*.

### ✓ Contrôle du personnel

L'hygiène des employés est contrôlée en réalisant des empreintes digitales sur la surface de la gélose sur boîte de Pétri. Ces boîtes sont ensuite incubées dans des conditions des germes recherchés.

Les germes recherchés sont les coliformes fécaux et coliformes totaux.

✓ **Contrôle de l'eau**

- Le prélèvement de l'eau s'effectue à partir d'un tank muni d'un robinet.
- Laver et désinfecter les mains avec l'alcool, ensuite flamber le robinet afin de le stériliser.
- Ouvrir le robinet laissé couler au moins 30s, ensuite ouvrir aseptiquement le flacon stérile de 100 ml.
- Remplir le flacon et refermer rapidement.

Les germes recherchés sont : coliforme totaux, coliformes fécaux, *Streptococcus* fécaux et *Clostridium* sulfito-réducteurs et les germes aérobies mésophiles.

### **I.3.2. Recherche et dénombrement des différents microorganismes**

#### **I.3.2.1. Germes aérobies mésophiles totaux**

Sont des indicateurs du niveau d'hygiène générales et/ou flore d'altération, ils reflètent l'histoire du produit (mauvaise gestion du couple durée/température, rupture de la chaîne du froid). Cette flore peut comprendre des bactéries qui se multiplient à la température des réfrigérateurs ([Branger, 2007](#)).

Le dénombrement a été réalisé pour l'eau de process, la poudre du lait, le mix et le produit fini.

✓ **Mode opératoire**

- A partir de la dilution décimale à l'aide d'une pipette pasteur porter aseptiquement 1 ml dans une boîte de Pétri, verser ensuite la gélose (PCA).
- Repartir dans la boîte en faisant des mouvements de forme de huit pour permettre à l'inoculum de se mélanger à la gélose.
- Incuber les boîtes à une température de 30°C pendant 72h pour la poudre de lait, mix et le produit fini. A 22 et 37 °C pour l'eau de process.

✓ **Lecture**

Un résultat positif se traduit par l'apparition des colonies blanches qui sont dénombrés à partir des boîtes contenant 15 à 300 colonies. Le nombre de germes (N) est exprimé en UFC/g ou ml du produit.

### I.3.2.2. Coliformes totaux et les coliformes fécaux

Les deux groupes de microorganismes les plus utilisés comme indicateurs de contamination bactérienne sont les coliformes totaux et les coliformes fécaux. Le groupe des coliformes totaux comprend toutes les bactéries aérobies et anaérobies facultatives, Gram<sup>-</sup>, non sporulées, cytochrome oxydase négative en forme de bâtonnets qui font fermenter le lactose avec dégagement de gaz au moins de 48 h à 35 °C. Le groupe des coliformes fécaux comprend les coliformes pouvant former des gaz en moins de 24h à 44,5°C (Desjardins, 1997).

✓ **Mode opératoire**

• **Mix, crème glacée et équipement**

Pour les coliformes totaux, l'ensemencement se fait en double couche.

- porter aseptiquement 1ml à partir de la dilution  $10^{-2}$  pour le mix et crème glacée et  $10^{-1}$  l'équipement, dans une boîte Pétri stérile, ajouter ensuite 15 ml environ de la gélose desoxycholate 1%, homogénéiser par des mouvements en huit et laisser refroidir.
- Après refroidissement ajouter une fine couche de desoxycholate, laisser refroidir et incuber à 30°C pendant 24 h.
- La recherche des coliformes fécaux s'effectue de la même façon, sur le même milieu à partir de la solution mère. Incubation s'effectue à 44°C pendant 24 h.

Pour chaque une des recherches un témoin de gélose nonensemencée est accompagné.

✓ **Lecture**

Dans le cas d'un résultat positif des petites colonies roses apparaissent.

• **Eau de process**

Pour les coliformes totaux :

- Ensemencer 1 ml d'eau dans une série de tubes contenant le milieu BCPL + cloche de Durham (5tubes S/C) et avec 10 ml dans 5tubes (D/C) et 50 ml d'eau dans un flacon de 50 ml de BCPL.
- Incuber à 37°C pendant 24h.

✓ **Lecture**

Le test positif se manifeste par un virage au jaune du milieu.

Pour les coliformes fécaux :

A partir d'un tube positif de BCPL, 1ml est ensemencé dans un tube de 10 ml contenant l'eau peptonée exempt d'indole + cloche de Durham. L'incubation se fait à 44°C pendant 24h. Après l'incubation, ajouter au tube quelques gouttes de réactif de KOVACS. Le test positif se manifeste par l'apparition d'un anneau rouge.

- **Poudre de lait**

Seule la recherche et dénombrement des coliformes totaux ont été réalisées dans le milieu liquide BLBVB.

- Ensemencer trois flacons de 100 ml de BLBVB + cloche de Durham avec 100 ml de l'échantillon.
- Ensemencer trois tubes de 10 ml de BLBVB + cloche de Durham avec 1ml de l'échantillon.
- Incuber à 37°C pendant 24h.

- ✓ **Lecture**

Dans le cas d'un résultat positif se manifeste par un trouble et la production de gaz sur la cloche indique la fermentation du lactose.

### **I.3.2.3. *Staphylococcus aureus***

*S. aureus* doit son nom au pigment caroténoïde produit lors de la multiplication qui donne à ses colonies un jaune-orange. Pour isoler *S. aureus* dans des échantillons contaminés par une flore mixte, un milieu sélectif (Chapman le mannitol) contenant 7% de NaCl est nécessaire. Le mannitol est fermenté par le *S. aureus* mais pas par les autres staphylocoques, ce qui permet de différencier les espèces (Ruocco et al., 2011). La fermentation du mannitol induit l'acidification du milieu ce qui provoque la décoloration du rouge phénol du rouge au jaune (Pommerville, 2007).

Le dénombrement a été réalisé pour le matériel et le produit fini.

- ✓ **Mode opératoire**

- Ensemencer en surface 0,1 ml sur milieu Chapman.
- Etaler l'échantillon sur la surface.
- Incuber à 37°C pendant 72h.

- ✓ **Lecture**

Un résultat positif s'exprime par l'apparition des colonies doré entourées d'une auréole jaune.

#### I.3.2.4. *Clostridium* sulfito-réducteurs

Ce sont des grand bâtonnets, Gram positifs et sporulantes (Jawetz et al., 1973), *Clostridium perfringens* est largement distribué dans le sol, la poussière, la végétation et les aliments crus, déshydratés et cuits; Cela fait partie de la flore normale du tractus intestinal de l'homme et des animaux (ICMSF, 1996).

La recherche a été réalisée sur l'eau de process et la poudre du lait.

##### ✓ Mode opératoire

###### • Forme végétative

- Dans un tube contenant 20 ml de milieu viande foie (VF) additionnée d'alun de fer et de sulfite de sodium, introduire 5 ml de l'eau à analyser.
- Ajouter une couche d'huile de vaseline pour favoriser l'anaérobiose.
- Incuber à 46°C pendant 24h.

###### • Forme sporulé

- Introduire 20 ml d'eau dans un tube puis chauffé à 80°C pendant 10 min.
- Refroidir brusquement, et ensemercer dans un tube contenant le milieu viande foie (VF) en surfusion (45 °C).
- Ajouter une couche d'huile de vaseline pour favoriser l'anaérobiose.
- Incuber à 46°C pendant 24 h.

##### ✓ Lecture

Des colonies entourées d'un halo noir à l'intérieure de la gélose.

#### I.3.2.5. Streptocoque fécaux

Les streptocoques fécaux sont des bactéries à Gram positif, en forme de cocci leur présence indique une contamination d'origine fécale et l'absence d'hygiène pendant la manutention et le traitement (Huss, 1988).

##### ✓ Mode opératoire

Ensemencer une série de tube contenant le milieu Rothe (5 S/C et 5 D/C) et un flacon de 50 ml de milieu Rothe D/C avec une prise d'essai de l'échantillon (1ml, 10ml, 50ml), suivi d'incubation à 37 °C pendant 24h.

Un teste confirmatif est réalisé en répliquant sur milieu Litsky à partir des tubes positif et incuber à 37°C pendant 24 h.

##### ✓ Lecture

Les tubes de Rothe présentant un trouble microbien sont considérés comme positifs (présence de streptocoques). Présence d'une pastille violette au fond de tube de Litsky.

#### **I.3.2.6. *Salmonella***

Les espèces de *salmonella* sont des bactéries asporulantes et mobile à Gram négatif, en forme de bâtonnet et aérobies ou anaérobies facultatives. Ce genre est composé d'environ 2000 sérotypes dont l'habitat naturel est l'intestin des vertébrés. La plupart sont pathogènes pour l'homme, il est important d'éviter la présence des salmonelles dans l'alimentation (Huss, 1988).

Etant donné que leur recherche est complexe, elle réalisé dans des laboratoires externes.

# **RESULTATS ET DISCUSSION**

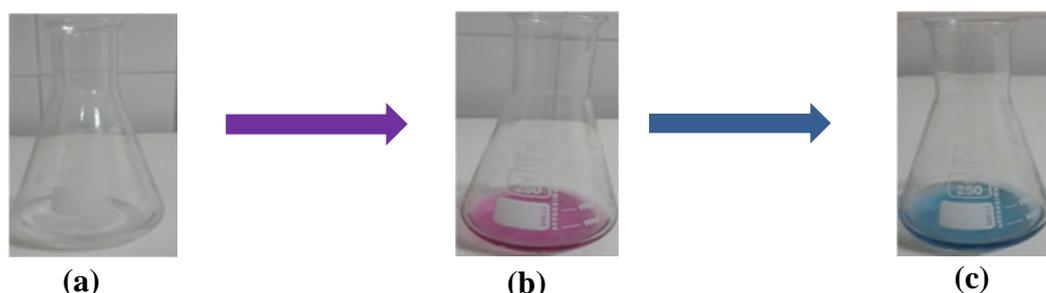
## II. Résultats et discussion

### II.1. Analyses physico-chimiques

#### II.1.1. Eau de process

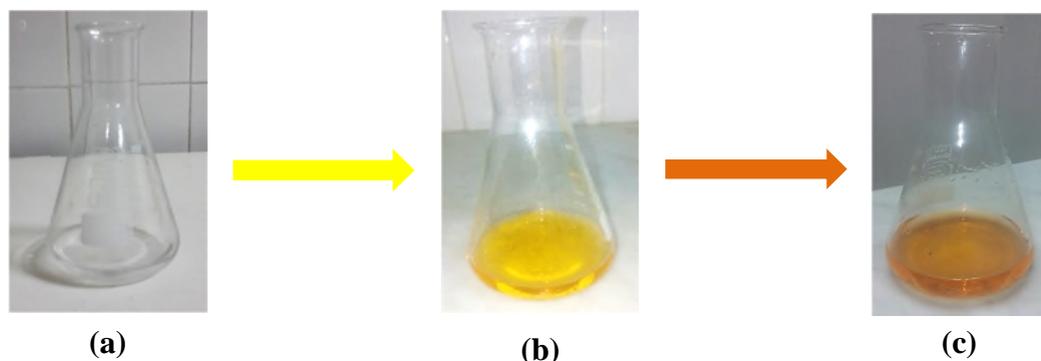
Les résultats de la mesure du pH et de la conductivité sont récapitulés dans le tableau IV. En effet, la valeur moyenne du pH est de  $7,41 \pm 0,096$  et la conductivité avec une valeur moyenne de  $802,33 \pm 7,51 \mu\text{S/cm}$ .

Pour le TH, après l'ajout du noir ériochrome T (NET) une coloration rouge violacé est obtenue (figure 8 (b)) qui vire en bleu après titration avec l'EDTA (figure 8 (c)), qu'est le point d'équivalence de dureté de l'eau. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau IV. Les valeurs moyennes du TH est  $17,33 \pm 1,15 \text{ }^\circ\text{F}$ .



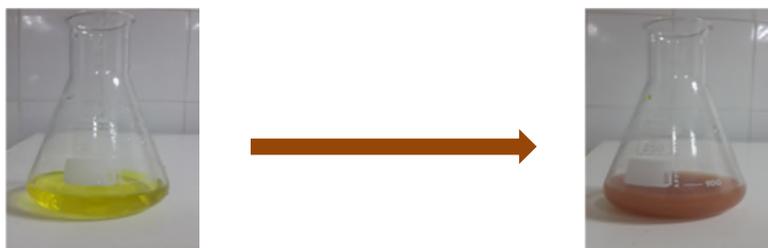
**Figure 8 :** Dosage des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  avec l'EDTA en présence de NET (a) l'eau du process (b) : après ajout du NET (c) : après titration avec EDTA.

Concernant le TA et TAC, le pH obtenu de l'eau de process analysée est inférieure à 8,3 (7,30-7,48), ce qui signifie que le TA est nul, qui se manifeste par l'absence de coloration après l'ajout de la phénolphthaléine. Après l'ajout de l'hélianthine une coloration orange qui vire du jaune vers jaune orangé après titration avec le HCl a été obtenue (figure 9), en indiquant que le pH est à 4,3 et la chute de burette est exprimée en TAC (tableau IV), qu'est équivalent à une valeur moyenne de  $27,33 \pm 1,15 \text{ }^\circ\text{F}$ .



**Figure 9 :** dosage de TA et TAC, (a) : l'eau du process en présence de la phénolphthaléine (b) : après ajout de l'hélianthine (c) : après titration avec le HCl.

Pour le dosage du chlorure, après l'ajout de chromate de potassium ( $K_2CrO_4$ ) une couleur jaune a été obtenue, qui vire vers le rouge brique après l'ajout du nitrate d'argent ( $AgNO_3$ ) (figure 10). Les résultats obtenus sont exprimés en mg/ml (tableau IV). La valeur moyenne du chlore est de  $95,97 \pm 10,33$  mg/ml.



**Figure 10** : Dosage des chlorures, après l'ajout de  $K_2CrO_4$  (gauche) et après l'ajout de  $AgNO_3$  (droite)

**Tableau IV** : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'eau de process.

Paramètres	Les prélèvements			Norme
	1 <sup>e</sup>	2 <sup>e</sup>	3 <sup>e</sup>	
T (°C)	20	20	20	
pH	7,30	7,45	7,48	6,8 -8,2
Conductivité ( $\mu S/cm$ )	810	795	802	700 – 900
TH (°F)	18	18	16	15 – 25
TA (°F)	0	0	0	0
TAC (°F)	28	26	28	12 – 18
Cl <sup>-</sup> (mg/l)	107,9	90	90	<250.

Les résultats obtenus pour les analyses physico-chimiques de l'eau de process sont conforme aux normes fixées par l'entreprise.

## II.1. Poudre de lait écrémé

La poudre de lait écrémé ne doit pas contenir moins de 95% de solides du lait et son taux d'humidité ne doit pas dépasser 4% (CCL., 2017). Pour le présent travail, le test d'humidité réalisé à 90 °C jusqu'à poids constant montre que la poudre de lait montre un taux d'humidité qui répond aux normes (tableau V).

La poudre de lait écrémé ne doit pas dépasser 1,5% (CCL., 2017). Pour le taux de la matière grasse, l'ajout du lait reconstitué à 10% (11 ml) dans le butyromètre qui contient de l'acide sulfurique à donner naissance à une production de chaleur intense (réaction

exothermique), en provoquant la dégradation de la matière organique sauf la matière grasse qui monte à la surface après l'ajout de l'alcool isoamylique et centrifugation. En effet, la lecture des graduations sur le butyromètre montre une mince couche de la matière grasse inquantifiable, ce qui signifie sa présence en trace, conforme aux normes (tableau V).

Le pH du lait frais est de l'ordre de 6,7 à 6,8. Sa mesure permet la détection de tous les ions  $H_3O^+$ . Lorsque le pH est inférieur aux valeurs normales, on peut penser que le lait a été conservé trop longtemps et qu'il s'est acidifié à cause d'un développement microbien (Branger et al., 2009). Le pH de la poudre de lait écrémé obtenu est conforme aux normes (tableau V).

L'acidité du lait est un bon indice pour évaluer la qualité microbiologique et le respect de la chaîne de froid. C'est pour cette raison que l'industrie laitière évalue l'acidité titrable du lait comme indice de la qualité microbiologique (Lamontagne et al., 2002). En effet, la poudre de lait écrémé présente une acidité conforme aux normes (tableau V).

La densité du lait varie entre 1,028 à 1,035. Chacun des constituants agit sur la densité du lait, on sait que la crème à 35 °C possède une densité de 0,996 et le lait écrémé, une densité de 1,036. Du fait que la matière grasse possède une densité inférieure à 1, un lait ou un produit laitier qui contient un pourcentage élevé en matières grasses présente une densité plus basse. De plus les solides non gras, ont tous une densité supérieure à 1, par conséquent, plus la teneur en solides non gras est élevée plus la densité du lait sera élevée (Amior et al., 2002). La mesure de la masse volumique de la reconstitution à 10% (10 g de la poudre du lait écrémé ajuster à 100 ml avec de l'eau) est de 1,034. Après calculs, la masse volumique de la poudre de lait écrémé sèche est de 1,57 g/ml, qu'est conforme aux normes (tableau V).

**Tableau V** : résultats d'analyses physico-chimique de la poudre de lait écrémé.

Paramètres	Résultats	Normes
Humidité (%)	2,70	2,5 - 4
MG (%)	Traces	0-1
pH	6,73	6,6-6,8
Acidité (ml NaOH 0,1 N/10g d'ESD)	16	11-18
MV (g/ml)	1,57	1,55-1,57

La poudre de lait doit avoir une composition relativement homogène, être de couleur blanche ou crème, ne doit pas présenter de coloration brune ou jaune caractéristique d'un produit surchauffé, ni aucune couleur non naturelle. La poudre doit avoir une saveur douce, une odeur franche et ne doit pas être rance, ni avoir de goût de métal, de poisson, de fromage, de savon, ni d'autre goût et odeur indésirables (CCL., 2017). En effet, la poudre de lait écrémé utilisée présente de bonne qualité organoleptique (tableau VI).

**Tableau VI** : résultats d'analyses organoleptiques de la poudre de lait

Paramètres	Goût	Odeur	Saveur	Couleurs
Résultats	Bon	R-à-S*	Bonne	Blanchâtre

\*R-à-S : rien à signaler

### II.1.3. Le mix

Le pH obtenu est conforme aux normes et présente la même valeur que celle de la poudre de lait (6,72) (tableau VII), ce qui veut dire que les ingrédients ajoutés pendant la préparation (stabilisant, émulsifiant, matière grasse) n'ont pas d'influence sur le pH.

L'acidité titrable obtenue en gramme d'acide lactique par kilogramme du mix répond aux normes (tableau VII).

La masse volumique du mélange est exprimée en kilogrammes par litre ou par g/ml, elle varie en fonction du taux de matière grasse et de matières solides non grasses présentes (Tharp et Young, 2012). La valeur obtenue pour le mix dans le présent travail est conforme aux normes (tableau VII).

Le rôle des stabilisants est de développer la viscosité du mélange de la crème glacée, car un mélange plus visqueux a une meilleure capacité à retenir les bulles d'air (Alvarez, 2009). Les deux valeurs obtenues pour le mix aux cours de la préparation (4 st) et de la maturation (3,14 st) sont différentes, mais répondent aux normes (tableau VII) et cette évolution peut être expliquée par une bonne homogénéisation à la maturation par rapport au stade de la préparation.

L'extrait sec est la masse restante après dessiccation complète et est exprimée en g/kg d'échantillon (Schuc et al., 2012). Pour le mix, après le séchage à 105 °C, le taux de la matière sèche obtenue est conforme aux normes (tableau VII).

La température dictée par le thermomètre intégré au tank de maturation est de 5 °C, comprise dans l'intervalle exigé par la norme (tableau VII).

**Tableau VII** : Résultats d'analyses pour le mix à la maturation.

Paramètres	A la préparation	A la maturation	Normes
pH	6,72	6,75	6,6 - 6,8
Acidité (g/kg)	1,5	1,5	1,2 - 1,8
MV (g/ml)	1,116	1,113	1,110 – 1,118
Viscosité (st)	4,11	3,14	3,05 – 6,45
MG (%)	7	7	6 – 8
EST (%)	-	35,33	34 - 36
T° de maturation (°C)	-	5	4 – 7

#### II.1.4. Produit fini

La figure 11 présente quelque produits finis de la crème glacée produite au niveau de l'unité "vallée glace".



**Figure 11** : quelque produits finis de la crème glacée produite au niveau de l'unité vallée

Un foisonnement est nécessaire pour donner une texture lisse et légère. Si la crème glacée présente un dépassement trop élevé, elle manquera de saveur. Lorsque le foisonnement est entre 80 à 100%, la crème glacée possède une texture lourde et pâteuse (Gisslen, 2004). Les résultats du taux de foisonnement obtenu dans le présent travail est de 100%, qui répond aux normes.

La température obtenue à l'aide d'un thermomètre à la sorties du freezer et du tunnel sont respectivement de -7 et -18 °C, ce qu'est conforme aux normes (tableau VIII).

Le poids de la crème glacée “sucrière fraise-vanille” et le sirop ajouté est respectivement de 300 g et 10 g (tableau VIII), ce qui explique le bon étalonnage des deux doseurs. Par addition des deux mesures représentent le poids final de la crème glacée “sucrière fraise-vanille”.

**Tableau VIII** : résultats d’analyses physico-chimiques du produit fini (sucrière fraise-vanille).

Paramètres	Résultats	Normes
Le foisonnement	100	100
Température sortie freezer	-7	-7 à -15
Température sorties tunnel	-18	-18 à -25
Poids de la crème	300	300 $\pm$ 10
Poids sirop	10	10 $\pm$ 5
Poids total	335	335 $\pm$ 10

## II.2. Analyses microbiologiques

Dans l’industrie alimentaire, il est important de tenir compte du fait que ces substances nutritives pour l’homme sont également des substances nutritives pour les microorganismes (Wybauw et Le Duc, 2005). La plus part des produits alimentaires peuvent renfermer de nombreux microbes (Cuq et al., 1992 ; Raiffaud, 2001), utiles ou nocifs (Raiffaud, 2001), dont certains possèdent un redoutable pouvoir pathogène pour l’homme. Il faut donc que ces germes ne soient pas présents dans l’aliment, ou si elles le sont, que leur nombre soit tel que l’aliment ne soit pas dangereux (Cuq et al., 1992). Sur ce point, l’interêt des producteurs est le respect d’un équilibre microbien, qui apporte une dimension au concept de la qualité (Raiffaud, 2001).

La présence de coliformes en grande quantité est un indice de mauvaises pratiques d’hygiène, ils sont capables de fermenter le lactose pour produire de l’acide lactique, acétique et dans certains conditions des composés alcool, ainsi que de gaz pouvant être responsable du gonflement de l’emballage et ils peuvent conférer certains flaveurs désagréables aux produits laitiers (lamontagne et al., 2002). Concernant les streptocoques fécaux leur présence indique une contamination d’origine fécale et l’absence d’hygiène pendant la manutention et le traitement (Huss, 1988).

Il est possible d'établir une relation entre le nombre de germes fécaux et la présence de certains germes pathogènes (Drogoul et Germain, 1998). En effet, la présence de *Staphylococcus aureus* provoque des toxi-infections alimentaires par l'intermédiaire d'une entérotoxine thermostable préformée dans l'aliment (riche en protéines), dite entérotoxine staphylococcique (Dromigny, 2011), la présence d'*E. coli* est caractérisée par sa capacité à produire une cytotoxine (verotoxines) qui a la capacité d'inhiber la synthèse de la protéine dans les cellules eucaryote (Gruth et al., 2010). Par contre, *Clostridium perfringens* ne produit pas de toxine lorsqu'il se multiplie dans les aliments stockés à une température élevée, mais lorsque ces aliments sont consommés, les bactéries forment des spores en même temps que l'endotoxine qui irrite la paroi intestinale (Trickett, 2001).

Un plan d'échantillonnage est une situation de critère d'acceptation appliquée à un lot sur la base d'un examen approprié d'un nombre requis d'unités d'échantillonnage selon des méthodes spécifiées. Il s'agit d'une procédure d'échantillonnage et de critères de décision et peut être un plan de deux classes ou de trois classes (figure12). Un plan à deux classes comprend les spécifications "n", "c," et "m". Pour le plan de trois classes comprend les spécifications "n", "c", "m" et "M" (Jay et al., 2005).

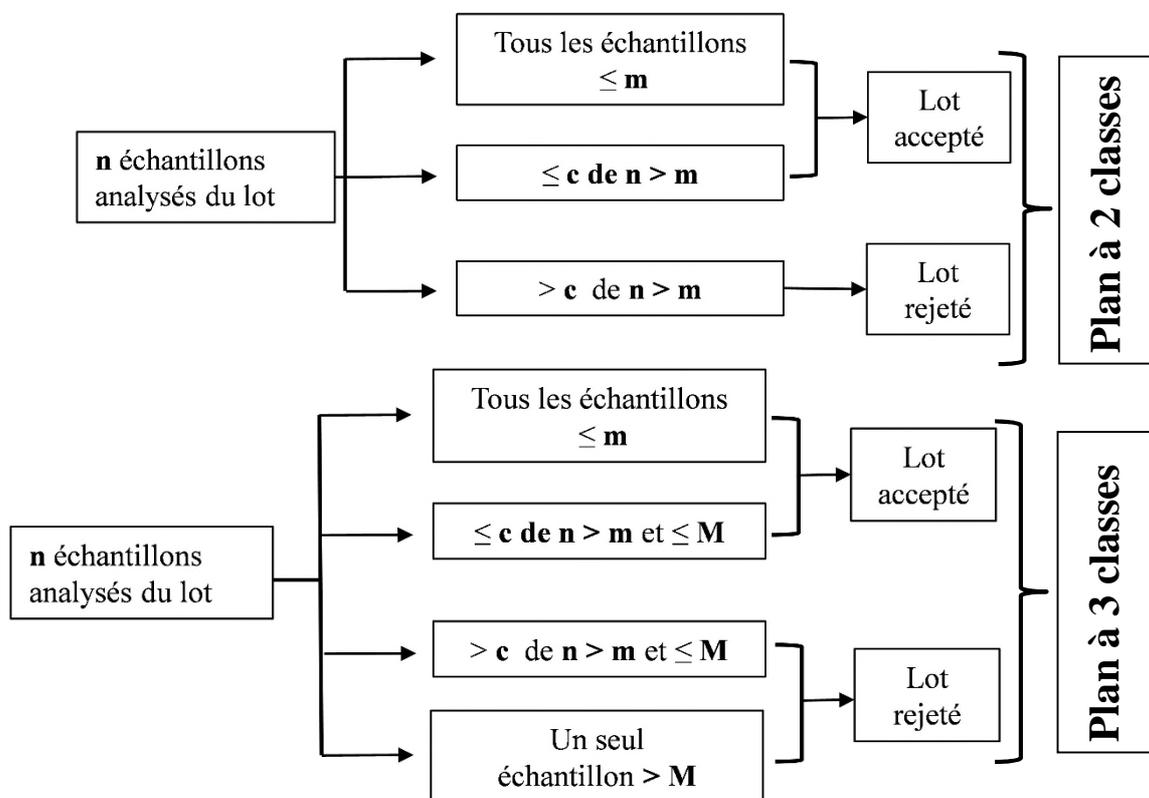


Figure12 : Plan à deux et à trois classes (CECMA., 2009).

Dont ‘n’ représente le nombre d’unités d’échantillonnage analysés ; ‘m’ : représente des concentrations acceptables de microorganismes ; ‘M’ représente des concentrations inacceptables de microorganismes ; ‘c’ représente le nombre maximal permis d’unités d’échantillonnage de qualité médiocre (J.O.R.A. N° 57/1994).

La lecture des résultats des germes aérobies sur PCA à 22 et à 37 °C des trois échantillons de l’eau de process analysés montre des valeurs moyennes inférieures à celle de ‘m’ exigée par la norme (tableau IX). Par contre, la recherche des coliformes totaux, coliformes fécaux, *Clostridium sulfito-reducteurs* (formes végétatives et sporulées) et streptocoque fécaux sont caractérisés par une absence totale dans les échantillons analysés. Ces résultats indiquent que la qualité de l’eau de process est satisfaisante.

**Tableau IX** : résultats d’analyses microbiologiques de l’eau de process.

Germes recherchés	E1	E2	E3	Normes (JORA N°35 1998)
Germes aérobies à 22°C	62	100	84	<102
Germes aérobies à 37°C	14	28	12	<20
Coliformes totaux	Abs	Abs	Abs	<10
Coliformes fécaux	Abs	Abs	Abs	Absence
CSR* (formes végétatives)	Abs	Abs	Abs	≤5
CSR* (formes sporulées)	Abs	Abs	Abs	Absence
Streptocoque fécaux	Abs	Abs	Abs	Absence

\*CSR: *Clostridium sulfito-reducteurs*

Les résultats des germes aérobies sur PCA à 30 °C de l’échantillon de la poudre de lait analysé montre une valeur inférieure à celle de ‘m’ exigée par la norme (tableau X). Par contre, la recherche des coliformes totaux, *Clostridium sulfito-reducteurs* (formes sporulées) et sont caractérisés par une absence dans les échantillons analysés. Ces résultats indiquent que la qualité de la poudre du lait est satisfaisante.

**Tableau X** : résultats des analyses microbiologique de la poudre du lait.

Germes recherchés	E1	E2	E3	E4	E5	Normes (JORA N° 35 1998)
Germes aérobie	<105					2,105
Coliformes totaux	Abs	-	-	-	-	1
CSR* (formes sporulé)	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs

\*CSR: *Clostridium sulfito-reducteurs*

Les résultats des germes aérobies sur PCA à 30 °C des échantillons du mix analysés montrent des valeurs inférieures à celle de “m” exigée par la norme (tableau XI). Par contre, la recherche des coliformes totaux, coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus* et *Salmonella* sont caractérisés par une absence dans les échantillons analysés. Ces résultats indiquent que la qualité du mix est satisfaisante

**Tableau XI** : résultats d’analyses microbiologique effectué pour le mix

Germes recherchés	E1	E2	E3	E4	E5	Normes
Germes aérobie à 30°C	<10 <sup>4</sup>	2,5.10 <sup>4</sup>				
Coliformes totaux	5	1	4	3	6	10
Coliformes fécaux	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	1
<i>S. aureus</i>	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	10
<i>Salmonella</i>	/	/	/	/	/	Absence

*Salmonella* : la recherche a été réalisée dans un laboratoire externe.

Les résultats des germes aérobies sur PCA à 30 °C des échantillons du produit fini analysés montre des valeurs inférieures à celle de “m” exigée par la norme (tableau XI). Par contre, la recherche des coliformes totaux, coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus* et *Salmonella* sont caractérisés par une absence dans les échantillons analysés. Ces résultats indiquent que la qualité du mix est satisfaisante.

Les limites microbiologiques du journal officiel N° 57/1994 sont définies selon un plan à trois classes (**m** et **M**) avec 2 échantillons médiocres (“c”) acceptés parmi 5 analysés. En effet, la lecture des résultats des germes aérobies sur PCA à 30 °C des cinq échantillons montre quatre valeurs inférieures “m” et une valeur “c” supérieure à “m” (“m” < “c” < “M”). En référence aux germes aérobies, la qualité du produit est jugée acceptable. Par contre, la recherche des coliformes totaux, coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus* et *Salmonella* sont caractérisés par une absence dans les échantillons analysés, en indiquant que la qualité du produit fini est satisfaisante.

**Tableau XII** : résultats d’analyses microbiologique du produit fini.

Germes recherchés	E1	E2	E3	E4	E5	Normes (JORA N°35/98)
Germes aérobies à 30°C	6,10 <sup>4</sup>	<10 <sup>4</sup>	2,10 <sup>4</sup>	3,10 <sup>4</sup>	<10 <sup>4</sup>	5,10 <sup>4</sup>

Coliformes fécaux	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	1
Coliformes totaux	<10 <sup>2</sup>	10 <sup>2</sup>				
<i>S. aureus</i>	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	10
<i>Salmonella</i>						Abs

*Salmonella* : la recherche a été réalisée dans un laboratoire externe.

Concernant les résultats d'analyses effectués pour le personnel travaillant au niveau de la linéaire montrent l'application des bonne pratique d'hygiène vu l'absence totales des coliformes totaux et fécaux (tableau XIII).

**Tableau XIII** : résultats d'analyses microbiologique du personnel (empreint)

Germes recherchés	A	B	C	D	E	Normes
Coliformes totaux	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
Coliformes fécaux	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs

# **CONCLUSION**

# Conclusion

---

## Conclusion

Cette étude entre dans le cadre des analyses physico-chimiques et microbiologiques de la crème glacée produite au niveau de l'unité « vallée glace ». La production d'une crème glacée de bonne qualité nécessite un respect de plusieurs paramètres préétablis. En effet, les analyses physico-chimiques réalisées sont le TH, TA, TAC, dosage du chlorure, pH et la conductivité pour l'eau de process ; le taux d'humidité, la matière grasse, pH, l'acidité titrable la masse volumique et les tests organoleptiques pour la poudre de lait ; le pH, la matière grasse, l'acidité titrable, T° de maturation, la viscosité et extrait sec total pour le mix ; le taux de foisonnement, T° de sortie freezer et sorties tunnel, poids de la crème et du sirop pour le produit fini. En outre, des analyses microbiologiques ont été réalisées pour l'eau de process, la poudre de lait, le mix, le produit et le personnel.

L'eau de process présente des valeurs de TH, TA, TAC, de chlorure, pH et la conductivité, respectivement, de  $17,33 \pm 1,15$  °F, 0,  $27,33 \pm 1,15$  °F,  $95,97 \pm 10,33$  mg/ml  $7,41 \pm 0,096$  et  $802,33 \pm 7,51$  µS/cm, ainsi une qualité microbiologique acceptable.

Pour la poudre de lait présente une Humidité de 2,70% et des valeurs de pH, l'acidité, MG et la masse volumique, respectivement, de 6,73, 16, traces et 1,57 g/ml, ainsi une qualité microbiologique acceptable.

Le mix de la crème glacée présente des valeurs de pH, Acidité, masse volumique, viscosité, MG et EST très proche entre la préparation et la maturation, respectivement 6,73, 1,5 (g/kg), 1,114 (g/ml), 3,62 (st), 7 (%) et 35,33 (%), aussi une température de maturation de 5°C a été enregistrée, ainsi qu'une qualité microbiologique satisfaisante.

Pour les analyses effectuées au produit fini montre que le taux de foisonnement est de 100%, les températures à la sorties du freezer et du tunnel sont, respectivement, -7 et -18 °C. Pour le poids, une sucrière contient 300 g de la crème et 10 g de sirop, avec une qualité microbiologique satisfaisante.

L'ensemble des résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques obtenus montrent la conformité aux normes. Nous avons constaté que la production de la crème glacée s'effectue dans des bonnes conditions d'hygiène et de sécurité, et que les analyses sur la matière première, le mix et le produit fini se font d'une manière régulière afin de garantir une bonne qualité du produit et préserver ainsi la santé du consommateur.

**REFERENCES**  
**BIBLIOGRAPHIQUES**

## Références bibliographiques

### A

**Alvarez, V.B., 2009.** Ice Cream and Related Products, in: Clark, S., Costello, M., Drake, M.A. (Ed.), The Sensory Evaluation of Dairy Products. Floyd Bodyfelt, pp.271-331

**Amior, J., Fournier, S., Lebeuf, Y., Paquin, P., Simpson, R., 2002.** Composition, propriétés physicochimiques, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyses du lait, in : Lapointe-Vignola, C. (Ed.), Science et technologie du lait : transformation du lait. Fondation de technologie laitière du Québec. Presses inter Polytechnique.

**Anonyme1,** l'essentiel de l'agroalimentaire et l'agriculture - N°: 97. Novembre / Décembre 2015. [http:// www.agroligne.com](http://www.agroligne.com). Consulté en mars 2017.

**Anonyme2,** quelques conseils pratiques N°: 2828. Juillet 2008. <http://www.leconomiste.com/article/quelques-conseils-pratiques>. Consulté en mai 2017.

**Audisio, S., Béranger, G., 2010.** Anticorrosion et durabilité dans le bâtiment, le génie civil et les ouvrages industriels. PPUR Presses polytechniques.

### B

**Barfod, N.M., Sparso, F.V., 2007.** Structure and function of emulsifiers and their role in microstructure formation in complex foods, in: McClements, J.D. (Ed.), Understanding and Controlling the Microstructure of Complex Foods. Elsevier, pp. 113-150.

**Belitz, H.D., Grosch, W., Schieberle, P., 2009.** Food chemistry. Springer Science & Business Media.

**Berné, F., 1991.** Chimie des eaux naturelles et des eaux résiduaires industrielles, in : Technip (Ed.), Traitement des eaux. OPHRYS, pp. 3-12.

**Board, N., 2005.** The complete technology book of cocoa, chocolate, ice cream and other milk products. National Institute Of Industrial Re.

**Board, N., 2012.** The complete technology book on dairy & poultry industries with Farming and processing. Niir Project Consultancy Services.

**Board, N., 2006.** The complete technology book on flavoured ice cream. Asia Pacific Business Press Inc.

**Bot, A., Floter, E., Lammers, J.G., Pelan, E., 2003.** Controlling the texture of spreads, in: Norn, V. (Ed.), emulsifiers in food technology. John Wiley & Sons, pp. 297-308.

**Boutonnier, J. L., Tirard-collet, P., 2002.** Produits laitiers glacés, in : Lapointe-Vignola, C. (Ed.), Science et technologie du lait : transformation du lait. Presses Inter Polytechnique, Fondation de Technologie Laitière du Québec, pp. 417-442.

**Branger, A. Richer, M.M., Roustel, S., 2009.** Alimentation, processus technologiques et contrôles. Educagri Editions.

**Branger, A., 2007.** Alimentation et processus technologiques. Educagri Editions.

**Brémaud, Ch., 2006.** Alimentation, santé, qualité de l'environnement et du cadre de vie en milieu rural : Module MP3 Bac professionnel Services en milieu rural. Educagri.

**Burgot, J.L., 2011.** Chimie analytique et équilibres ioniques. Lavoisier.

**Burrows, A., Holman, J., Parsons, A., Pilling, G., Price, G., 2017.** Chemistry3: Introducing inorganic, organic and physical chemistry. Oxford University Press.

## C

**Cachau-Herreillat, D., 2009.** Des expériences de la famille acide-base : Réussir, exploiter et commenter 50 manipulations de chimie. De Boeck Supérieur.

**CCL., 2017.** Poudre de lait écrémé. Commission canadienne du lait (CCL).

**CFS, 2003.** Guidance Notes on Sampling Plan for Microbiological Analysis. Centre for Food Safety (CFS). [http://www.cfs.gov.hk/english/food\\_leg/food\\_leg\\_mgref\\_annex.html](http://www.cfs.gov.hk/english/food_leg/food_leg_mgref_annex.html). Consulté en juin 2017.

**CTCE., 1973.** Manuel de traitement des eaux d'injection. Chambre syndicale de la recherche et de la production du pétrole et du gaz naturel. Comité des techniciens commission exploitation (CTCE) Sous-commission Production. Editions TECHNIP, Paris.

**Ciobanu, A., 1976.** Cooling technology in the food industry. CRC Press.

**Cuq, J.L., Guiraud, J., Navarro, J.M., 1992.** Microbiologie alimentaire, in: Dupin, H., Cuq, J.L., Malewiak; M.I., Leynaud-Rrouaud, C., Berthier, A.M. (Ed.), Alimentation et nutrition humaines. ESF. Paris, pp. 1267-1330.

## D

**Declercq, Ch., 2007.** Glaces: Délices et fraîcheur, Lannoo Uitgeverij.

**Denbow, N., 2001.** Ultrasonic instrumentation in the food industry, in: Kress-Rogers, E., Brimelow, C. J. B. (Ed.), instrumentation and sensors for the food industry. Woodhead Publishing, pp. 326-402.

**Denis, J., Briant, J., Hipeaux, J.C., 2000.** Lubricant properties analysis and testing. TECHNIP.

**Desjardins, R., 1997.** Le traitement des eaux. Presses inter Polytechnique.

**Desjardins, R., 1999.** Le traitement des eaux. Presses inter Polytechnique.

**DGCCRF, 2016.** (Direction général de la concurrence, de la consommation et de la répression des fraudes. <https://www.economie.gouv.fr/dgccrf/Publications/Vie-pratique/Fiches-pratiques/Glaces-cremes-glacees-sorbets>. Consulté en mars 2017.

**Drogoul, C., Germain, H., 1998.** Santé animale : bovins, ovins, caprins. Editions Educagri.

**Dromigny, E., 2011.** Les critères microbiologiques des denrées alimentaires : Réglementation, agents microbiens, autocontrôle. Lavoisier.

## F

**Farah, Z., Kappeler, S., Bruntse, A., Mertz, L., 2004.** Milk products, in: Omar-Abdulkadir-Sh. A. (Ed.), Milk and Meat from the Camel: Handbook on Products and Processing. vdf Hochschulverlag AG, pp. 29-66.

**FEHD., 2001.** Microbiological risk assessment of ice-cream. Risk Assessment Studies. Report N°: 7. Food and Environmental Hygiene Department (FEHD), HKSAR. Hong Kong.

**Fennema, O.R., 1996.** Food chemistry, CRC Press.

## G

**Gisslen, W., 2004.** Professional Baking. John Wiley & Sons.

**Goff, H.D., Hartel, R.W., 2004.** Ice cream and frozen desserts, in: Hui, Y. H., Legarretta, I.G., Lim, M.H., Murrell, K.D., Nip, W.K. (Ed), Handbook of Frozen Foods. CRC Press, pp. 499-570.

**Goff, H.D., 2007.** Ice cream, in: Fox, P. F., Paul, L. H. (Ed.), Advanced dairy chemistry Volume 2: lipids. McSweeney, pp. 441-448.

**Goff, H.D., 2016.** Quality and safety of frozen dairy products, in: Sun, D.W. (Ed.), handbook of frozen food processing and packaging. CRC Press, pp 461-478.

**GRET., 2011.** Guide pratique : transformer les produits laitiers à la ferme. Groupe de recherche et d'échanges technologiques (GRET), réseau produits fermiers du ministère en charge de l'agriculture. Editions Educagri, Paris <http://www.milkingredients.ca/index-fra.php?id=192>. Consulté juin 2017.

**Gruth, B.E., Parado, V., Rivas, M., 2010.** Shiga toxine-producing *Escherichia coli*, in: Torres A.G. (Ed.). Pathogenic *Escherichia coli* in Latin America, Bentham Science Publishers, pp. 65-83.

## H

**Hade, A., 2003.** Nos lacs: les connaître pour mieux les protéger. Fides.

**Hedh, J., 2012.** The ultimate guide to homemade ice cream. Skyhorse Publishing Inc

**Hounslow, A., 1995.** Water quality data: analysis and interpretation. CRC Press.

**Hull, P., 2011.** Glucose syrups: technology and applications. John Wiley & Sons.

## J

**Jay, J.M., Loessner, M.J., Golden, D.A., 2005.** Modern Food Microbiology. Springer US.

**Julian, J.P., 1985.** Ice cream, in : fondation de technologie laitière du Québec. (Ed.), dairy science and technology: principles and applications. Presses Université Laval, pp. 315-396.

## K

**Kilara, A., Chandan, R.C., 2007.** Ice cream and frozen desserts, in: Hui ,Y. H., Chandan, RC., Clark, S., Cross N. A., Dobbs J. C., Hurst ,W. J., Nollet ,M.L., , Shimoni ,E., Smith, E. B., Surapat ,S., Toldrá, F., Titchenal, A.(Ed.), handbook of food products manufacturing. John Wiley and Sons, pp 593-634.

## **L**

**Lamontagne, M., Champagne, C.P., Reitz-Asseur, J., Moineau, S., Grandeur, N., Lamoureux, M., Jean, J., Fliss, I., 2002.** Microbiologies du lait, in : Lapointe-Vignola, C. (Ed.), Science et technologie du lait : transformation du lait, Presses inter Polytechnique, pp. 75-97.

**Ludvigsen, H.K., 2014.** Application of Emulsifiers in Dairy and Ice Cream Product, in: McKenna, B. M. (Ed.), Texture in Food. Woodhead Publishing, pp. 350-369.

## **M**

**Mahmud Hossain, K.M., Lutful Kabir, S. M., Mufizur Rahman, M., Bahanur Rahman, M., Choudhury, K.A., 2012.** organoleptic and microbial quality of ice cream sold at retail stores in Mymensingh, Bangladesh. Journal of Microbiology Research, 2(4): 89-94.

**Marshall, R.T., 2001.** Frozen Desserts, in: Marth, E. H., Steele, J. (Ed.), applied dairy microbiology. CRC Press, pp. 93-126.

**Mesplède, J., Randon, J., 2004.** 100 manipulations de chimie générale et analytique. Editions Bréal

**Mohan, M. S., Hopkinson, J., & Harte, F., 2014.** 17 milk and ice cream processing. Food Processing: Principles and Applications, 383.

**Msagati. T.A. M., 2012.** The chemistry of food additives and preservatives. John Wiley & Sons.

## **N**

**Nakra, B. C. Chaudhry, K. K., 2003.** Instrumentation, measurement and analysis. Tata McGraw-Hill Education.

## **O**

**OFR., 2011.** Code of federal regulations title 21 food and drugs. Office of the Federal Register (OFR). Government Printing Office. Revise.

## **P**

**Papademas, p., Bintsis,T.,2005.** Microbiology of ice cream and related products, in: Robinson, R.K. (Ed.), dairy microbiology handbook: The microbiology of milk and milk products. John Wiley & Sons, pp. 213-260.

**Pashley, R., Karaman, k., 2005.** Applied colloid and surface chemistry. John Wiley & Sons.

**Patton, S., 2004.** Milk: Its Remarkable Contribution to Human Health and Well-Being. Transaction Publishers.

**Perez, J., 2001.** Matériaux non cristallins et science du désordre. PPUR presses polytechniques.

**Permlal Ranjith, H.M., 2002.** Water continuous emulsions, in: Rajah, K.K. (Ed), Fats in Food Technology. CRC Press, pp. 29-160.

**Potter, N. N., 1986.** Food science. Springer Science & Business Media, New York

**Pruthi, J. S., 1999.** Quick freezing preservation of foods. Allied Publishers.

## **Q**

**Quek, S.Y., Peng, Ch., 2017.** Application of microencapsulated vitamins in functional food, in: Jorge-Carlos, R.R., Segura Campos, M.R. (Ed.), New Polymers for encapsulation of nutraceutical compounds. WILEY, pp. 251-265.

**Quellen-Field, S., 2007.** Why There's Antifreeze in Your Toothpaste: The chemistry of household Ingredients. Chicago Review Press.

## **R**

**Raiffaud, C., 2001.** Produits "bio": de quelle qualité parle-t-on. Editions Educagri.

**Robert, M., 2013.** Liquid, in: Denton, P. Rostron, Ch. (Ed.), Pharmaceuticals: The science of medicine Design. OUP Oxford, pp. 35-50.

## **S**

**Scholten, A.,2013.** Ice cream, in : Henk G. Merkus, Gabriel M.H. Meesters. (Ed.), Particulate Products: Tailoring properties for optimal Performance. Springer Science & Business Media, pp. 273-294.

**Schuck, P., Dolivet, A., Jeantet, R., 2012.** Les poudres laitières et alimentaires : Techniques d'analyse. Éd. Tec & Doc-Lavoisier.

**Scolten, E., Peters, M., 2013.** Ice cream unultimated the possibilities of ingredient pairing. In: Vega, C., Ubbink, J., van der Linden, E. (Ed.), The kitchen as laboratory: Reflections on the science of food and cooking. Columbia University Press, pp. 123-134.

**Sherwood, L., Klandorf, H., Yancey, P., 2016.** Physiologie animale. De Boeck Supérieur.

**Skanderby, M., Westergaard, V., Partridge, A., Muir, D.D., 2009.** Dried Milk products, in: Tamime, A.Y. (Ed.), Dairy powders and concentrated products. John Wiley & Sons, pp. 180-234.

**Skoog, D.A., West, D.M., 2015.** Chimie analytique. Boeck Supérieur.

## T

**Tharp, B.W., Young, S.L., 2012.** Tharp & Young on Ice cream: An encyclopedic guide to ice cream science and technology. DEStech Publications.

**Trickett, J., 2001.** The prevention of food poisoning. Nelson Thornes.

## V

**Varnam, A. H., 2012.** Milk and milk products: technology, chemistry and microbiology. Springer Science & Business Media.

**Vatan, A., 1967.** Manuel de sédimentologie. TECHNIP.

**Vermani, O.P., 2003.** Applied chemistry: theory and practice. New Age International.

## W

**Walstra, P., 1999.** Dairy technology: principles of milk properties and processes. CRC Press.

**Walstra, P., Wouters, J.T. M., Geurts, T.J., 2005.** Dairy science and technology. CRC Press.

**Webb, B.H., Arbruckle, W.S., 2012.** Freezing of dairy products, in: Desrosier, N.W. s(Ed.), fundamentals of food freezing. Springer Science & Business Media, pp.357-395.

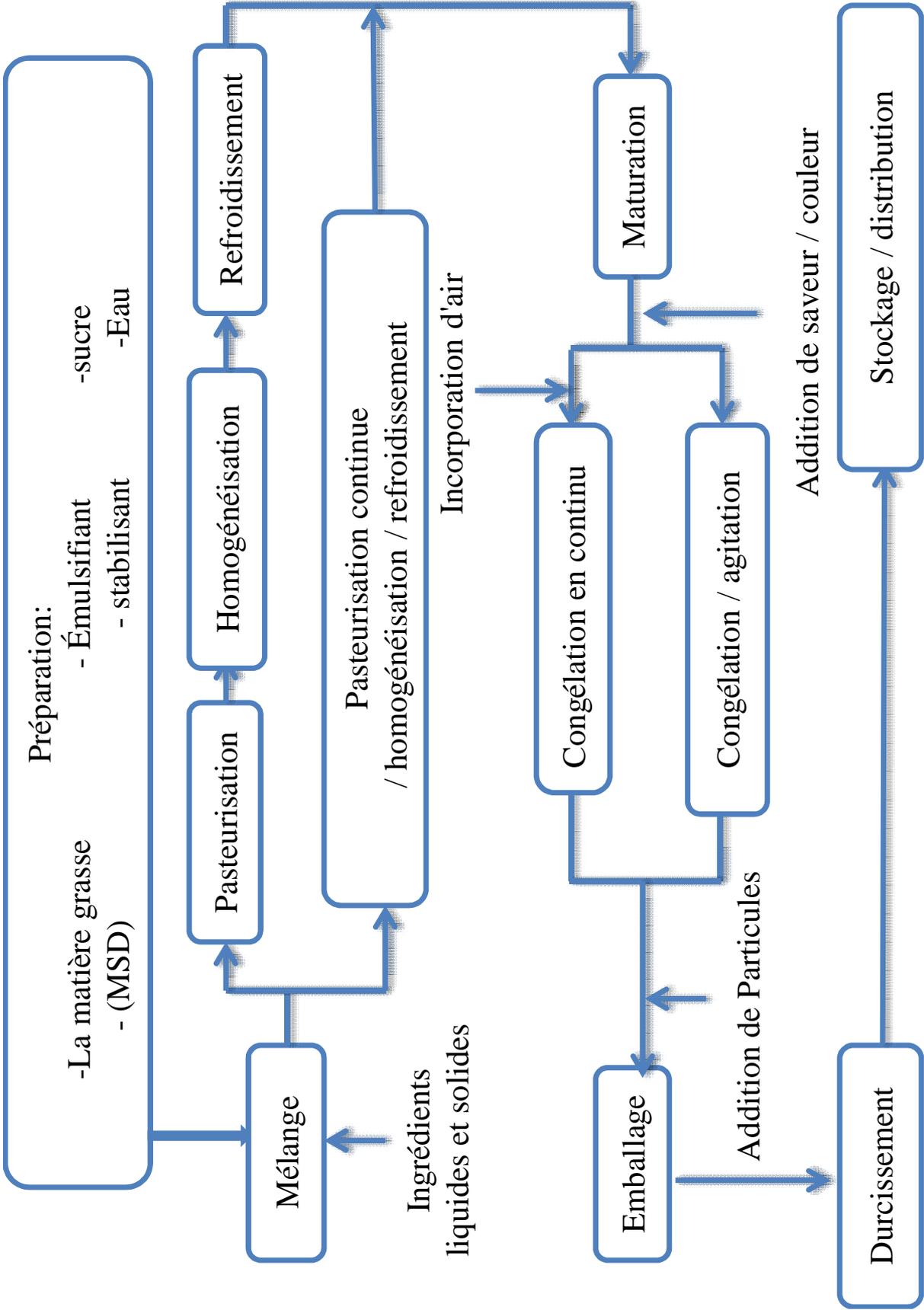
**Wong, N. P., 2012.** Fundamentals of dairy chemistry. Springer Science & Business Media

**Wouters, J., 2015.** Concentré de chimie. Presses universitaires de Namur.

**Wybauw, J.P. Le Duc, T., 2005.** Petits chocolats grande expérience. Lannoo Uitgeverij, Belgique.

# **ANNEXES**

Annexe 1 : Diagramme de production de la crème glacée (Goff, 2007).



## **Annexe 2 : Présentation de l'entreprise**

L'unité « vallée glace » est une petite entreprise privée familiale à responsabilité limitée (S.A.R.L), elle a été créée en 2004, par les frères Zeggane, elle se situe à Tazmalt à 80 Km de la wilaya de Bejaia.

L'activité de l'entreprise est saisonnière, la production commence en mois de mars et se détermine en mois de septembre, sa capacité de production est d'environ  $2,52 \times 10^7$  kg de crème glacée/année.

La formation du personnel se fait particulièrement dans les règles d'hygiène exigée durant tout le procédé de fabrication, la chaîne de froid est la désinfection quotidienne du matériels est strictement respecté ce qui a conduit à un produit de qualité occupant une grande place dans le marché algérien.

## Résumé

Cette étude a été réalisée au niveau de l'unité de production "vallée glace", par le suivi des analyses microbiologiques pour l'eau de process, la poudre de lait, le mix, le produit et le personnel, ainsi que la réalisation des analyses physico-chimiques par le dosage de TH, TA, TAC, du chlorure, mesure de pH et la conductivité pour l'eau de process ; le taux d'humidité, la matière grasse, pH, l'acidité titrable la masse volumique et les tests organoleptiques pour la poudre de lait ; le pH, la matière grasse, l'acidité titrable, T° de maturation, la viscosité et extrait sec total pour le mix ; le taux de foisonnement, T° de sortie freezer et sorties tunnel, poids de la crème et du sirop pour le produit fini. Les résultats obtenus montrent que l'eau de process, la poudre de lait, le mix et la crème glacée sont conformes aux exigences de la norme, en assurant un produit fini de bonne qualité physicochimiques et microbiologiques, ce qui reflète que la production de la crème glacée s'effectue d'une manière régulière par le respect des paramètres technologiques et de bonnes pratiques d'hygiène.

**Mots clés :** crème glacée, analyses physico-chimique, analyse microbiologique.

## Abstract

This study was carried out at the level of the "vallée glace" production unit, by monitoring microbiological analyzes for process water, milk powder, mix, product and personnel, also carrying out of the physicochemical analyzes by the determination of hydrotimetric title, alkalimetric title, complete alkalimetric title, chloride, pH and conductivity measurement for process water; moisture content, fat, pH, titratable acidity, density and organoleptic tests for milk powder; pH, fat, titratable acidity, maturation T°, viscosity and total dry extract for the mixture; the volumic mass, freezer output and tunnel outlets T°, weight of the cream and syrup for the finished product. The results show that process water, milk powder, mix and ice cream meet the requirements of the standard, ensuring a good product with the good physicochemical and microbiological quality, reflecting that the production of ice cream is carried out on a regular basis by respecting technological parameters and good hygiene practices.

**Key words:** ice cream, physico-chemical analyzes, microbiological analyzes.