

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Saad Dahleb BLIDA 1



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département Agro-alimentaire

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER

Spécialité : Sécurité Agro-alimentaire et Assurance Qualité
Filière : Sciences Alimentaires
Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Thème

**Etude de l'effet des traitements thermiques sur
la qualité physico-chimique et nutritionnelle du
lait commercialisé en Algérie**

Réalisé par :

CHIKHI CHAIMA

BENALI FELLAGUE AICHA

Soutenu publiquement le 16 /07/2022 devant le jury composé de :

Encadrant	Mme MEKRI Meriem	MRB	CRAPC
Co-encadrant	Mr MEGATLI S	Pr	USDB
Présidente de jury	Mme Aouess K	MCA	USDB
Examinatrice	Mme IDRESS A	MCR	USDB

Année Universitaire 2021-2022

REMERCIEMENTS

Nous remercions tout d'abords Dieu le Tout-Puissant de nous avoir accordé le succès et de nous avoir donné la santé, le courage et la volonté pour mener à bien ce travail.

*En tout premier lieu, Nos vifs remerciements vont à notre promotrice Mme **MEKRI MERIEM** et notre Co-promoteur MR **MEGUETLI SMAIL**, qui sans leurs patiences, gentillesse, disponibilités et encadrement exceptionnel notre travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu voir le jour. Merci infiniment*

*Nous exprimons toute notre gratitude aux membres de jury Mme **AOUESS** pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant de présider le jury et Mme **IDRESS** pour avoir accepté d'examiner ce travail.*

Nos remerciements s'adressent aussi au directeur et à toute l'équipe du centre de recherche scientifique et technique en analyses physico-chimiques à Bousmail de nous permettent de réaliser nos travaux au niveau de leurs laboratoires

On remercie également tous nos professeurs pour la qualité de l'enseignement qu'ils nous ont offert au cours de ces cinq années passées à l'université de Blida, pour leurs générosités et la grande patience dont ils ont su faire preuve malgré leurs charges académiques et professionnelles.

MERCI

DEDICACE

A MES PARENTS qui m'ont soutenu et encouragé durant ces années d'études, aucune expression ne saurait témoigner ma profonde reconnaissance et le grand amour que j'ai pour vous ;

A mes sœurs AMINA et CHAHINEZ et mon petit prince ABDERREZEQ, je vous aime très fort et je vous souhaite une longue vie pleine de succès et de bonheur ;

A ma famille et mes proches surtout mes cousines et ma meilleure amie qui ont partagé avec moi tous les moments d'émotions lors de la réalisation de ce travail et qui m'ont chaleureusement supporté et encouragé tout au long de mon parcours ;

A mon grand-père AHMED, ma grand-mère FATMA et mon oncle MOHAMED que dieu accorde la paix à vos âmes ;

A tous mes amis et mes collègues ;

A ma binôme AICHA ;

A tous ceux que j'aime.

CHAIMA

DEDICACE

Je remercie tout d'abord, Allah, de M'avoir aidé à réaliser ce travail.

*A Ma plus belle étoile, la lumière de mon univers, la femme qui m'a mis du monde ma mère **FATIHA** tu es toujours dans mon cœur, que dieu accorde la paix à ton âme.*

*A l'homme qui mérite tous mon grand respect et ma profonde reconnaissance mon cher Père **Mohamed** qui m'a toujours soutenu jusqu'au bout, Je souhaite que ce mémoire t'apportes la joie.*

*A ma sœur **Ouahiba**, mon exemplaire dans la vie Qui m'a soutenue, rassurée et aidée, Et m'a apporté des touches d'humour et de complicité*

*A mes deux petites princesses **Almas** et **Amira** A qui je souhaite un avenir radieux plein de réussite*

Merci de former une famille unie, aimante, qui m'a toujours soutenu et encouragé.

*A notre promotrice **Mekri Meriem** qui mérite tous mon respect. Merci pour ton investissement, ta gentillesse, ta disponibilité, d'avoir été si souvent à mon écoute, et merci d'avoir réalisé le rêve de ma chère maman.*

*A mes amis avec qui nous avons passé de merveilleux moments dans notre vie étudiante, et plus particulièrement à mon binôme et amie **Chaïma***

AICHA

Sommaire

Résumé

Abstract

ملخص

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction.....1

Synthèse bibliographique

I.	Généralités sur le lait.....	5
1.	Définition.....	5
2.	La composition du lait.....	5
2.1.	L'eau.....	6
2.2.	Matière grasse.....	7
2.3.	Protéines.....	12
2.4.	Glucides.....	13
2.5.	Minéraux.....	15
2.6.	Vitamines.....	15
2.7.	Enzymes.....	16
3.	Propriétés physico-chimiques du lait.....	17
3.1.	Masse volumique.....	17
3.2.	La densité.....	17
3.3.	Stabilité à la chaleur.....	17
3.4.	Acidité.....	18
3.5.	Le pH.....	18
II.	Procédés de conservation des laits.....	18
1.	Par le froid.....	18
1.1.	Réfrigération.....	18
1.2.	Congélation.....	19

1.3. Surgélation.....	19
2. Par la chaleur.....	19
2.1. Pasteurisation.....	19
2.2. Stérilisation.....	22
2.3. Lyophilisation.....	22
III. Qualité du lait.....	23
1. Qualité organoleptique du lait.....	23
1.1. Couleur.....	23
1.2. Odeur.....	23
1.3. Saveur.....	23
1.4. Viscosité.....	23
2. Qualité nutritionnelle.....	24
3. Qualité microbiologique.....	24
IV. Influence de la température sur le lait.....	26
1. La matière grasse.....	26
2. Les protéines.....	26
3. Le lactose.....	27
4. Modification des équilibres salins et micelles.....	28
5. Coagulation.....	28
6. Aspects bactériologiques.....	28

Matériel et Méthodes

I. Objectif de l'étude.....	30
II. Echantillonnage.....	30
III. Matériel.....	32
IV. Méthodes d'analyses physico-chimiques du lait.....	32
1. Densité.....	32
2. pH.....	33

3. Température.....	33
4. Acidité titrable en °D.....	33
5. L'extrait sec total (EST).....	34
V. Etude de l'effet des traitements thermiques sur les lipides	35
1. Extraction de la matière grasse du lait (méthode Rose-Gottlieb).....	35
2. Quantification des triglycérides du lait par RMN ¹ H proton	36
3. Analyse du profil en acide gras par Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS).....	37
VI. Etude de l'effet des traitements thermiques sur la teneur en sels minéraux	42
1. Préparation des échantillons.....	42
2. Dosage des sels minéraux par Spectrométrie d'absorption atomique.....	42
VII. Analyses statistiques.....	46

Résultats et discussions

I. Effet des traitements thermiques sur les paramètres physicochimiques du lait.....	48
1. pH.....	48
2. L'acidité.....	49
3. La densité.....	50
4. L'extrait sec total.....	52
II. Effet des traitements thermiques sur les lipides.....	53
1. Quantification des triglycérides et profil en acides gras libres.....	54
III. Effet des traitements thermiques sur les sels minéraux du lait.....	60
Conclusion générale.....	65
Références.....	68
Annexes.....	78

Résumé

L'objectif du présent travail est l'étude des effets des différents traitements thermiques (chauffage courant, chauffage par micro-ondes, réfrigération, congélation) sur la qualité physico-chimique et nutritionnelle : triglycérides, acides gras et sels minéraux de quelques laits commercialisés dans la région de Blida et de Tipaza. Les analyses ont été effectués sur 4 échantillons du lait qui sont considérés les plus consommés en Algérie.

Les résultats des analyses physico-chimiques montrent que les traitements thermiques ont une influence significative ($P \leq 0,05$) sur les paramètres physico-chimiques des laits analysés avec une diminution des valeurs du pH du lait pasteurisé après réfrigération suivie par congélation, et une augmentation de l'acidité, la densité et l'extrait sec total (EST) des échantillons analysés après réfrigération et ébullition.

La concentration des triglycérides (TG) analysé par RMN ^1H et le profil en acides gras (AG) analysé par GC/MS dans les différents échantillons du lait ont été significativement ($P \leq 0,05$) influencé par les différents traitements thermiques. Cette influence s'est traduite par une diminution de la teneur en triglycérides après la réfrigération, la congélation et l'ébullition, et une augmentation des concentrations en AG après ces mêmes traitements.

Les résultats de la teneur en sels minéraux analysé par SAA montrent que les traitements appliqués affectent d'une manière significative ($P \leq 0,05$) l'équilibre minéral dans les différents échantillons analysés. Ce changement varie selon le type et la durée des traitements.

Mots clés : lait, triglycérides, acides gras, sels minéraux, RMN ^1H , GC/MS, SAA.

Abstract

The objective of this work is to study the effects of different heat treatments (current heating, microwave heating, refrigeration, freezing) on physico-chemical and nutritional quality: triglycerides, fatty acids and mineral salts of some milks marketed in the region of Blida and Tipaza. The analyses were carried out on 4 samples of milk which are considered the most consumed in Algeria.

The results of the physico-chemical analyses show that thermal treatments have a significant influence ($P \leq 0,05$) on the physico-chemical parameters of the milks analysed with a decrease in the pH values of the pasteurized milk after refrigeration followed by freezing, and an increase in the acidity, density and total dry extract (TSE) of the samples analyzed after refrigeration and boiling.

The concentration of triglycerides (TG) analyzed by NMR 1H and the fatty acid profile (GA) analyzed by GC/MS in the different milk samples were significantly ($P \leq 0,05$) influenced by the different heat treatments. This influence resulted in a decrease in triglyceride content after refrigeration, freezing and boiling, and an increase in GA concentrations after these same treatments.

The results of the mineral salt content analysed by SAA show that the treatments applied significantly affect ($P \leq 0,05$) the mineral balance in the various samples analysed. This change varies depending on the type and duration of treatment.

Keywords: milk, triglycerides, fatty acids, mineral salts, NMR 1H, GC/MS, SAA.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثيرات العلاجات الحرارية المختلفة (التسخين الحالي، وتسخين الميكروويف، والتبريد، والتجميد) على الجودة الفيزيائية والكيميائية والتغذوية: الدهون الثلاثية والأحماض الدهنية والأملاح المعدنية لبعض الحليب المسوق في منطقة البليدة وتيبازة. أجريت التحليلات على 4 عينات من الحليب تعتبر الأكثر استهلاكًا في الجزائر.

تظهر نتائج التحليلات الفيزيائية الكيميائية أن المعالجات الحرارية لها تأثير كبير على الخصائص الفيزيوكيميائية للألبان التي تم تحليلها مع انخفاض في قيم الأس الهيدروجيني للحليب المبستر بعد التبريد يليه التجميد، وزيادة في الحموضة والكثافة والمستخلص الجاف الكلي للعينات التي تم تحليلها بعد التبريد والغليان. تأثر تركيز الدهون الثلاثية ومظهر الأحماض الدهنية في عينات الحليب المختلفة بشكل كبير من خلال المعالجات الحرارية المختلفة. أدى هذا التأثير إلى انخفاض محتوى الدهون الثلاثية بعد التبريد والتجميد والغليان، وزيادة تركيزات الأحماض الدهنية بعد هذه العلاجات نفسها.

تظهر نتائج محتوى الملح المعدني الذي تم تحليله أن العلاجات المطبقة تؤثر بشكل كبير على التوازن المعدني في مختلف العينات التي تم تحليلها يختلف هذا التغيير حسب نوع ومدة العلاج.

الكلمات الرئيسية: الحليب، الدهون الثلاثية، الأحماض الدهنية، الأملاح المعدنية،

SAA ،GC/MS ،NMR 1H

Liste des tableaux

Tableau 01 : Composition lipidique du lait	8
Tableau 02 : composition minérale du lait	14
Tableau 03 : composition vitaminique moyenne du lait cru.....	16
Tableau 04 : Différents barèmes de la pasteurisation	20
Tableau 05 : Avantages et inconvénients de la pasteurisation.....	21
Tableau 06 : Quelques propriétés des microorganismes du lait cru.....	25
Tableau 07 : Composition en acides gras (%) des échantillons du lait après les différents traitements thermiques.....	57

Liste des figures

Figure 01 : Composition globale du lait (g/l).....	6
Figure 02 : Schématisation de la membrane des globules gras du lait.....	9
Figure 03 : Formation d'un triglycéride.....	10
Figure 04 : Structure a) d'une lécithine ; b) d'une céphaline.....	12
Figure 05 : Modèle de micelle de caséine avec sous-unités.....	13
Figure 06 : Ligne de pasteurisation du lait.....	21
Figure 07 : Mesure de la densité du lait entier UHT par lactodensimètre.....	32
Figure 08 : Mesure du pH avec un pH-mètre.....	33
Figure 09 : Mesure de l'acidité titrable en °D du lait en poudre.....	34
Figure 10 : Dosage de l'extrait sec total à l'aide d'un dessiccateur (Originale).....	35
Figure 11 : Les différentes étapes de l'extraction de la matière grasse du lait par la méthode Rose-Gottlieb (Originale).	36
Figure 12 : L'estérification de la matière grasse du lait (Originale).....	37
Figure 13 :Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectrométrie de masse	39
Figure 14 : Principe de fonctionnement d'un chromatographe en phase gazeuse	41
Figure 15 : Extraction de la matière minérale du lait par calcination (Originale).....	42
Figure 16 : Dosage et récupération des sels minéraux du lait (Originale).....	43
Figure 17 : Spectromètre d'absorption atomique (Originale).....	44
Figure 18 : dispositif expérimental d'absorption atomique.....	45
Figure 19 : Effet des traitements thermiques sur le pH du lait pasteurisé.....	49
Figure 20 : Effet des traitements thermiques sur le pH du lait UHT.....	49
Figure 21 : Effet des traitements thermiques sur l'acidité titrable du lait UHT	50
Figure 22 : Effet des traitements thermiques sur l'acidité titrable du lait pasteurisé.....	50
Figure 23 : Effet des traitements thermiques sur la densité du lait pasteurisé.....	51
Figure 24 : Effet des traitements thermiques sur la densité du lait UHT.....	52
Figure 25 : Effet des traitements thermiques sur l'EST du lait pasteurisé.....	53
Figure 26 : Effet des traitements thermiques sur l'EST du lait UHT	53
Figure 27 : Spectre de résonance magnétique nucléaire (RMN) des triglycérides dans échantillon de lait UHT frais.....	55
Figure 28 : Composition en triglycérides (%) des échantillons du lait UHT après les différents traitements thermiques.....	55
Figure 29 : Composition en triglycérides (%) des échantillons du lait UHT après les différents traitements thermiques.....	56
Figure 30 : Chromatogramme des acides gras d'un échantillon de lait pasteurisé	

à l'état frais.....	56
Figure 31 : Composition en AGCC : acides gras chaines courtes, AGCM ; acides gras chaines moyennes et AGCL : acides gras chaines longues ; du lait pasteurisé LP et stérilisé UHT ; après les différents traitements thermiques.....	59
Figure 32 : Teneur en Ca dans les différents échantillons de lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.....	61
Figure 33 : Teneur en Mg, dans les différents échantillons du lait pasteurisé et UHT Après les traitements thermiques.....	62
Figure 34 : Teneur en Na dans les différents échantillons du lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.....	62
Figure 35 : Teneur en K dans les différents échantillons du lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.....	62
Figure 36 : Teneur en Fe dans les différents échantillons de lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.....	63
Figure 37 : Thermo-lacto-densimètre (Originale)	79
Figure 38 : pH mètre et Thermomètre (Originale).....	79
Figure 39 : Acidimètre Dornic (Originale)	79
Figure 40 : Dessiccateur pour dosage de l'EST à 44°C(Originale).....	79
Figure 41 : Agitateur-plaque chauffante (Originale).....	80
Figure 42 : Dessiccateur (Originale).....	80
Figure 43 : Bain marie Ultrason (Originale).....	80
Figure 44 : Évaporateur rotatif (Originale).	80
Figure 45 : Réfrigérateur (Originale).....	80
Figure 46 : Microonde (Originale).....	80
Figure 47 : Balance (Originale).....	81
Figure 48 : Etuve (Originale).	81
Figure 49 : Four à moufle (Originale)	81
Figure 50 : chromatographie en phase (gazeuse couplé à la spectrométrie de masse GCMS.....	81
Figure 51 : spectrométrie d'absorption atomique SAA (originale).....	81

Liste d'abréviations

AA : Acide Aminé

AA : Acide Arachidonique

AG : Acide Gras

AGE : Acide Gras Essentiel

AGL : Acide γ -linoléinique

AL : Acide Linoléique

ALA : Acide α -linoléinique

BP, LP : Lait pasteurisé partiellement écrémé conditionné dans un sachet d'un litre

Ca : Calcium

CRAPC : Centre de Recherche scientifique et technique en Analyse Physico-chimique.

CUHT, SUHT : Lait stérilisé (UHT) partiellement écrémé conditionné dans une boîte d'un litre

DGLA : Acide Dihomo- γ -linoléinique

DHA : acide Docosahexaénoïque

EPA : Acide Eicosapentaénoïque

EST : L'extrait sec total

FAO : Food and Agriculture Organisation

GC : la chromatographie en phase gazeuse

GC/MS : Chromatographie en phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse

HNO₃ : Acide nitrique

JORA : Journal Officiel de la République Algérienne

K : Potassium

Kcal : Kilocalorie

Kg : Kilogramme

m/z : Masse/Charge

Mg : Magnésium

MG : Matière Grasse

Na : Sodium

NaOH : solution d'hydroxyde de sodium

pH : potentiel Hydrogène

PTFE : Polytétrafluoroéthylène

RMN : Résonance magnétique nucléaire

SAA : Spectrométrie d'Absorption Atomique

SM : La spectrométrie de masse

UHT : Ultra Haute Température

V : Le volume

Introduction

Introduction

Le lait est un aliment noble caractérisé par sa composition équilibrée en différents nutriments de base (protéines, glucides et lipides) et sa richesse en vitamines et en minéraux notamment le calcium et le phosphore. De ce fait, il est considéré comme un élément essentiel pour certains groupes de consommateurs, particulièrement les enfants, les femmes enceintes et les personnes âgées **(Souza et al., 2011)**.

C'est un produit fragile et facilement altérable ce qui est dû à la complexité de sa structure physique et la grande diversité de ses constituants chimiques. Dès la réception du lait en usine et avant sa transformation, des traitements technologiques sont généralement appliqués pour en assurer sa stabilité. Le traitement thermique est généralement la première étape appliquée par l'industrie laitière pour améliorer la qualité de ce produit et allonger sa durée de conservation en réduisant la charge microbienne initiale présente dans le lait **(Donato et Guyomarc'h, 2009)**. Une fois commercialisé ce lait subit différents traitements thermiques par le consommateur tels que l'ébullition, le chauffage au micro-onde et la conservation par réfrigération et congélation.

Cependant, au cours des traitements thermiques du lait, certains composants peuvent subir des modifications indésirables, nuisibles à la qualité organoleptique et nutritionnelle, tel que la modification des formes du calcium et la dénaturation des protéines solubles, la perte d'acides aminés (lysine), l'oxydation des lipides et l'altération des caractéristiques sensorielles, d'où il est important qu'un contrôle rigoureux de la qualité physico-chimique et bactériologique du lait soit effectué **(Ould Mustapha, 2012) ; (Baltes, 1982)**.

L'objectif de la présente étude est l'évaluation des effets des différents traitements thermiques appliqués par le consommateur à savoir : l'ébullition, le chauffage courant, le chauffage au micro-ondes, la réfrigération et la congélation sur les paramètres physico-chimiques (pH, densité, acidité titrable, température et l'extrait sec total) et nutritionnelle (triglycérides, acides gras et sels minéraux) de différents laits (pasteurisé, stérilisé à UHT) commercialisés en Algérie.

Dans une première partie de ce manuscrit sera proposée une synthèse bibliographique décrivant des généralités sur le lait, sa composition, ses propriétés physico-chimiques, nutritionnelles et organoleptiques et les procédés de sa conservation. La deuxième partie est une revue pratique sur matériel et méthodes qui décrit les différentes techniques utilisées (analyse des paramètres physico-chimiques, quantification des triglycérides par RMN, identification et quantification des acides gras par GC/MS et des sels minéraux par SAA). La

troisième partie est consacrée à la présentation des résultats et de leur discussion. Une conclusion fera la synthèse des résultats obtenus et mettra en évidence les perspectives de ce travail.

Synthèse bibliographique

I. Généralités sur le lait

1. Définition

Le lait est un liquide biologique opaque blanc mat, plus au moins jaunâtre selon la teneur en matière grasse et en bêta carotène, d'odeur peu marquée et au goût douceâtre, il est secrété par les glandes mammaires des femelles mammifères après la naissance du jeune.

Selon le congrès international de la répression des fraudes à Genève : « le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée, il doit être recueilli proprement et ne doit pas contenir de colostrum » parce qu'il peut être un vecteur de transmission de germes pathogènes à l'homme et présenter un risque pour la santé humaine. **(Pougheon et Goursaud, 2001)**.

Selon **(Jeantet et al., 2008)**, le lait doit être collecté dans des bonnes conditions hygiéniques et présenter toutes les garanties sanitaires. Il est le plus souvent commercialisé après avoir subi des traitements de standardisation lipidique et d'épuration microbienne pour limiter les risques hygiéniques et assurer une plus longue conservation.

Le mot « lait » sans indication de l'espèce animale de provenance est réservé au lait de vache. Tout lait prévenant d'une femelle laitière, autre que la vache, doit être désigné par la dénomination « lait », suivie de l'indication de l'espèce animale dont il provient **(J.O.R.A, N°63 1993)**.

2. La composition du lait

Selon **Pougheon (2001)**, le lait est un milieu hétérogène dans lequel trois phases distinctes existent :

- I. La phase aqueuse contenant l'eau (87%) et les produits solubles pouvant donner naissance au lactosérum (lactose, protéines solubles, sels, composés azotés non protéiques, biocatalyseurs tels que vitamines hydrosolubles ou enzymes) ;
- II. la suspension colloïdale micellaire (2,6%) qui peut donner naissance au caillé obtenu par la coagulation des caséines suite à l'action de micro –organismes ou d'enzymes ;
- III. L'émulsion (4,2%) qui peut donner naissance à la crème, une couche de globules gras rassemblés à la surface du lait par effet de gravité

Les principaux constituants du lait sont donc par ordre décroissant :

- ❖ De l'eau très majoritairement ;
- ❖ Des glucides principalement le lactose ;
- ❖ Des lipides essentiellement des triglycérides rassemblés en globules gras
- ❖ Des protéines : caséines rassemblées en micelles, albumines et globulines solubles ;
- ❖ Des sels minéraux à l'état ionique et moléculaire ;
- ❖ Des éléments en traces à rôle biologique important : enzymes, vitamines, oligo-éléments.

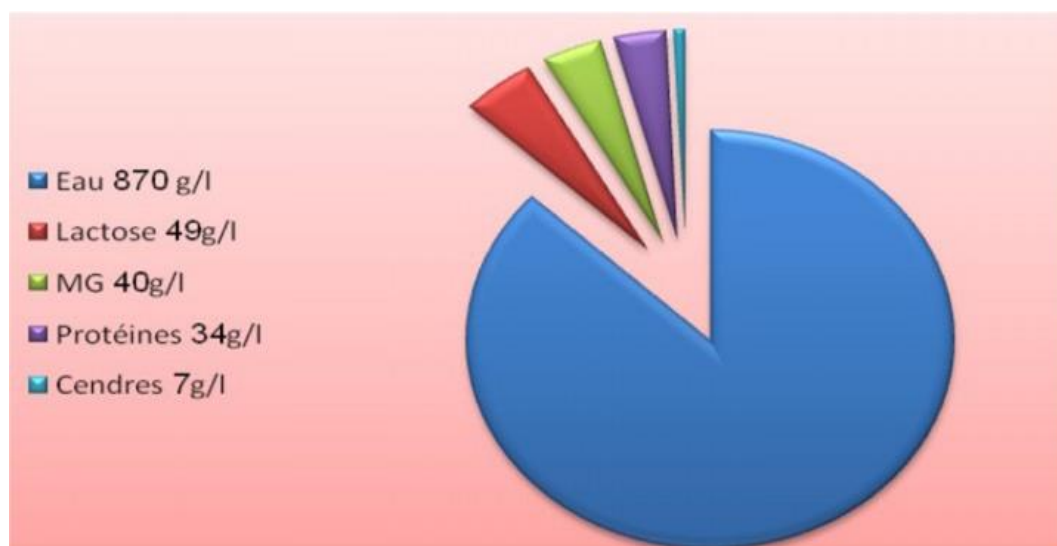


Figure n°01 : Composition globale du lait (g/l) (**Brule et al., 2008**).

2.1. L'eau

C'est l'élément le plus important en quantité, elle joue le rôle de dispersant des différents constituants du lait (**Alais, 1984**).

La présence d'un dipôle et de doublets d'électrons libres lui confère un caractère polaire. Ce dernier lui permet de former une solution vraie avec les substances polaires telles que les glucides, les minéraux et une solution colloïdale avec les protéines hydrophiles du sérum. Les matières grasses possèdent un caractère non polaire (hydrophobe), elles ne pourront pas se dissoudre, et donc formeront une émulsion du type huile dans l'eau. Il en est de même pour les micelles de caséines qui formeront une suspension colloïdale puisqu'elles sont solides. (**Amiot et al., 200**

2.2. Matière grasse

Les matières grasses du lait se composent principalement de triglycérides, de phospholipides et d'une fraction insaponifiable constituée en grande partie de cholestérol et de B-carotène. On peut extraire ces constituants à l'aide de solvants organiques non polaires tels que l'éther éthylique, l'éther de pétrole et le chloroforme. L'analyse quantitative des matières grasses par la méthode Mojonnier exploite d'ailleurs cette propriété. Le tableau 01 indique les proportions des différents constituants de la fraction lipidique du lait.

Tableau n°01 : Composition lipidique du lait (Vignola, C.L, 2002).

Constituants	Proportions (%)
Triglycérides	98
Phospholipides	1
Fraction insaponifiable	1

Les matières grasses du lait ont la forme de petits globules sphériques qui sont invisibles à l'œil nu. La dimension des globules de matières grasses est d'environ 0,1 à 20 μm ($1\mu\text{m} = 0,001 \text{ mm}$). Il est bon de noter que la dimension des globules de matières grasses varie selon l'espèce (les globules sont plus petits dans le lait de chèvre) ; selon la race (les globules sont plus petits chez la race Holstein que chez les Ayrshire et les Jersey) et selon la période de lactation (la dimension des globules diminue vers la fin de lactation). Le diamètre moyen des globules étant de 3 à 4 μm , on estime qu'il y a environ de trois à quatre milliards de globules de gras par millilitre de lait entier.

Les globules de gras dans le lait sont en émulsion de type « huile dans l'eau ». Chaque globule est formé de différentes couches de triglycérides : les triglycérides liquides, à bas point de fusion, sont au centre du globule et les triglycérides solides, à plus haut point de fusion, se superposent aux précédents. Le globule est formé à la périphérie d'une sorte d'enveloppe contenant premièrement des phospholipides, qui sont hydrophiles et hydrophobes ou lipophiles et qui jouent un rôle d'émulsifiant dans la stabilité du globule de gras. Des protéines de membrane viennent compléter la couche externe du globule. Ce sont des lipoprotéines, des enzymes et des agglutinines. Enfin, la présence de charges négatives sur la structure des protéines de membrane empêchent les globules de matières grasses de s'agglomérer dans les conditions normales d'entreposage.

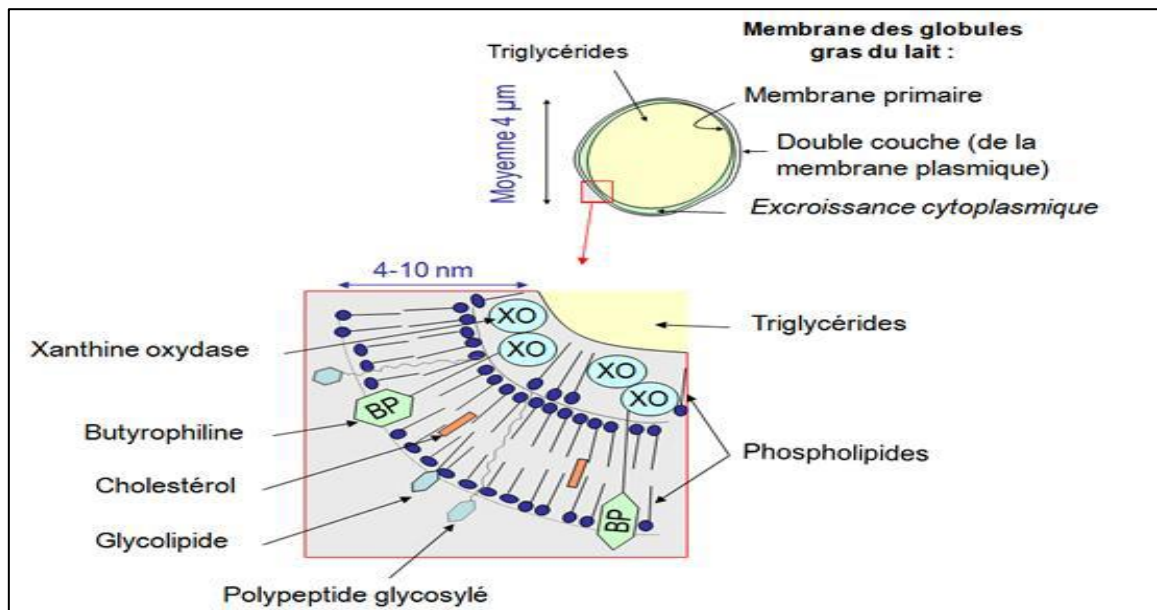


Figure n°02 : Schématisation de la membrane des globules gras du lait (Michalski et al., 2001).

La membrane d'un globule de matières grasses est relativement fragile. Certains traitements comme l'agitation excessive et l'homogénéisation peuvent provoquer sa rupture totale ou partielle. Cette rupture entraîne ensuite la dispersion des constituants dans le sérum ou les rend accessibles à différentes réactions de dégradation de nature microbologique, comme l'hydrolyse, ou de nature chimique, comme l'oxydation. Il faut donc s'assurer que les membranes des globules de matières grasses se reforment après ces traitements pour conférer une stabilité chimique aux différents constituants lipidiques. (Vignola, C.L, 2002).

Etudions la structure et les différentes propriétés physicochimiques des constituants des matières grasses du lait : les triglycérides, les acides gras, les phospholipides et la fraction insaponifiable.

1.1.1. Les triglycérides

Les triglycérides constituent près de 98% de la matière grasse présente dans le lait. Ce sont des esters du glycérol, c'est-à-dire qu'ils sont formés par condensation de trois molécules d'acides gras sur une molécule de glycérol, par perte de trois molécules d'eau. La figure 03 montre la réaction générale de formation d'un triglycéride; on peut bien voir la formation du lien ester entre la fonction alcool du glycérol et la fonction acide carboxylique de chaque acide gras.

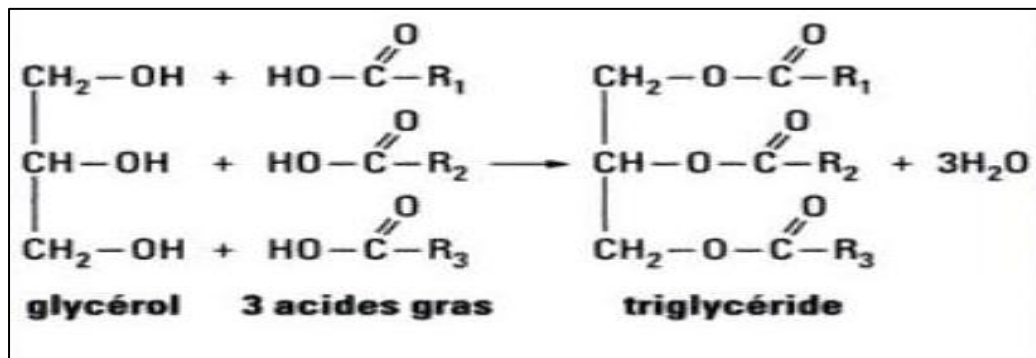


Figure n°03 : formation d'un triglycéride (Vignola, C.L, 2002).

Les triglycérides sont dits « purs » si les trois acides gras sont identiques et « mixtes » si au moins un des acides gras est différent. La majorité des triglycérides présents dans le lait sont mixtes; le nombre de combinaisons possibles des acides gras dans les molécules de triglycérides est considérable, ce qui fait de la matière grasse du lait une des graisses les plus complexes qu'on connaisse.

Comme nous le verrons plus loin, l'action des lipases du lait peut provoquer une hydrolyse partielle; le glycérol se retrouve alors partiellement estérifié; on l'appelle diglycéride si on est en présence de deux esters d'acides gras et monoglycéride s'il y a un seul ester d'acides gras.

Puisque la partie glycérol est identique dans tous les triglycérides, ce sont les acides gras qui leur confèrent leurs différentes propriétés physicochimiques. Ces propriétés varient suivant la composition en acides gras et la position de ces derniers sur la molécule. (Vignola, C.L, 2002).

1.1.2. Les acides gras

1.1.2.1. Définition

Les acides gras sont les constituants majeurs des lipides. (Fahy et al, 2005)

Selon (Guesnet et al, 2005), les acides gras sont des acides carboxyliques à longue chaîne carbonée avec un nombre pair d'atomes de carbone, une extrémité acide carboxylique (-COOH) et une extrémité méthyle (-CH₃)

La nomenclature des AG repose sur le nombre d'atomes de carbone et le nombre de doubles liaisons. Par convention, la notation des AG est la suivante : (C n : x ω -y) Où :

n : représente le nombre d'atomes de carbone.

x : représente le nombre de doubles liaisons dans la molécule.

y : la position de la double liaison la plus proche de l'extrémité méthyle.

1.1.2.2. Classification

Selon leur structure, les AG peuvent être classés de différentes manières:

- En fonction de la longueur de la chaîne carbonée qui varie de 4 à plus de 24 carbones.
 - Entre 4 et 10 atomes de carbone on parle des AG à chaîne moyenne ou courte
 - A partir de 12 atomes de carbone, on parle d'AG à longue chaîne.
- En fonction de leur degré d'insaturation, c'est par rapport au nombre de doubles liaisons (C=C).

On distingue alors les AG saturés, mono-insaturés et polyinsaturés.

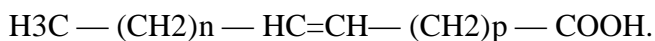
➤ Les acides gras essentiels

Définition

Les acides gras essentiels (parfois appelés vitamine F) sont dits indispensables, car l'organisme n'est pas capable de les synthétiser. Il est donc impératif de les apporter par le biais de l'alimentation. (**Robert et Shils, 1980**)

Classification

Les AGE comportent deux familles : les oméga-6 (n = 4) et les oméga-3 (n = 1), nommées selon la position de la première double liaison à l'extrémité méthyle terminal, leur formule générale est :



❖ Famille des oméga-3

L'acide α -linoléique (ALA) (18 :3 n-3) est le précurseur, il va être transformé grâce à des enzymes en acide eicosapentaénoïque (EPA) (20 :5), lui-même précurseur de deux groupes de molécules:

- Les eicosanoïdes (20 :4), dérive de l'acide eicosapentaénoïque (C20 :5 ω -3) comme certaines prostaglandines.
- L'acide docosahexaénoïque (DHA) (22 :6), qui est présent dans certains poissons gras.

❖ Famille des oméga-6

L'acide linoléique (AL) (18 :2 n-6) est le précurseur, il est transformé sous l'action d'enzymes en acide γ -linoléique (AGL) (18 :3), que l'on peut trouver directement dans l'alimentation. Ce dernier est lui-même précurseur de l'acide dihomogamma-linoléique (DGLA) (20 :3), constituant très important des phospholipides de la membrane cellulaire et précurseur à son tour :

- De l'acide arachidonique (AA) (20 :4), le jaune d'œuf et les gras animaux en sont des sources directes. (c'est le précurseur des eicosanoïdes (20 :4) de série 2). (Martin, 2000)

1.1.3. Les phospholipides

Les phospholipides du lait, classés comme lipides complexes, se distinguent par la présence de phosphore dans leurs structures. Ils contiennent du glycérol ou de la sphingosine relié à un ou deux acides gras et à un groupement phosphate auquel est rattaché un groupement azoté qui peut être la choline, l'éthanolamine ou la sérine (un acide aminé). Dans le lait, on distingue trois types de phospholipides : les lécithines, les céphalines et les sphingomyélines.

Les deux plus importants phospholipides sont les lécithines et les céphalines. Les deux se composent de glycérol estérifié par deux acides gras et par l'acide phosphorique auquel se rattache un groupement azoté. Pour les lécithines, le groupement azoté est la choline; chez les céphalines, il s'agit de l'éthanolamine ou de la sérine. La nature et la position des acides gras varient selon les différentes lécithines et céphalines. (Vignola, C.L, 2002).

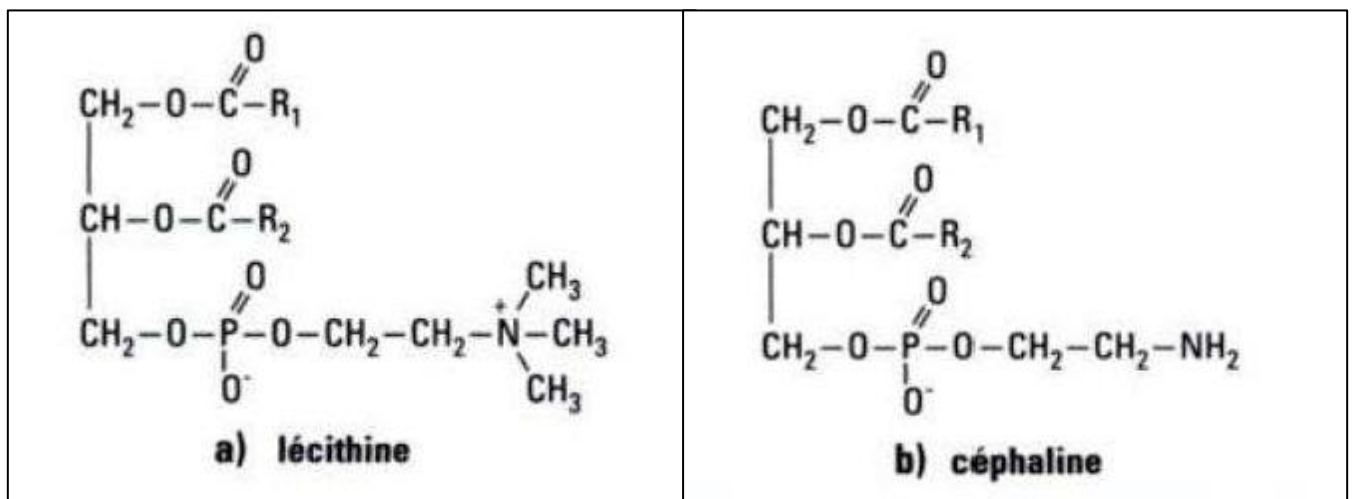


Figure n°04 : Structure a) d'une lécithine ; b) d'une céphaline (Vignola, C.L, 2002).

1.2. Protéines

Les protéines, en constituant une partie importante du lait et des produits laitiers, sont des éléments essentiels au bon fonctionnement des cellules vivantes (Jean Amiot et al., 2002).

Le lait des mammifères renferme différentes protéines (de nature caséinique ou lactosérique). Dans le lait de vache, les caséines (Alpha, beta, K, Y) représentent 80 %, suivies des protéines lactosériques (a-lactalbumine, beta-lactoglobuline, sérum-albumine, immunoglobulines) (Alais, 1975)

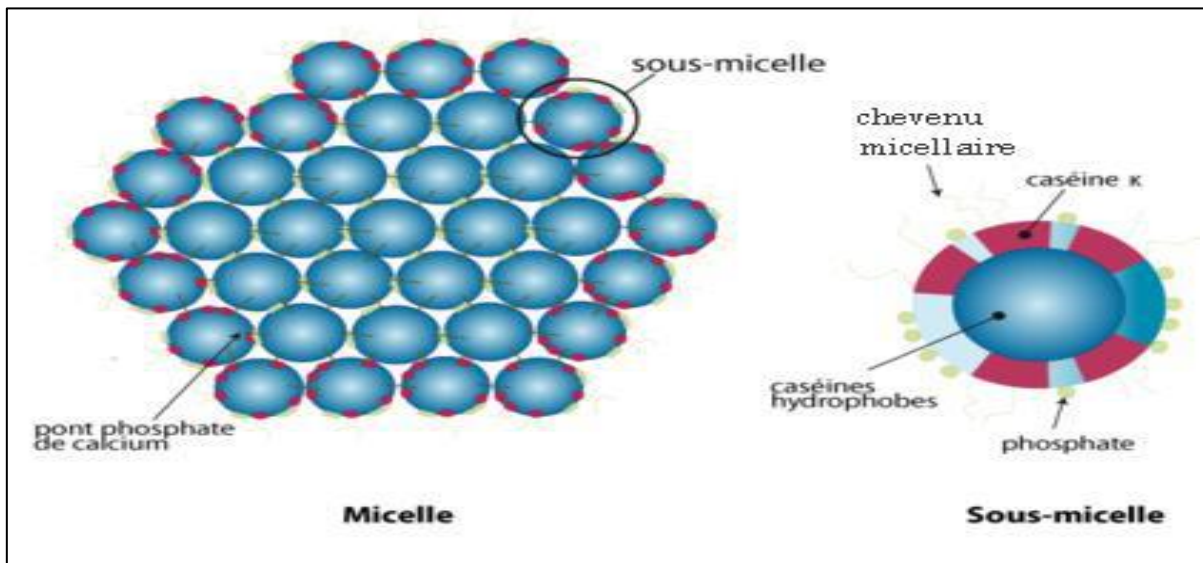


Figure n°05 : modèle de micelle de caséine avec sous-unités (Amiot et al., 2002).

Le lait de vache contient 3.2 à 3.5% de protéines réparties en deux fractions distinctes :

- La caséine : un complexe protéique phosphorylé à caractère acide qui précipite dans le lait à un pH de 4,6. Elle représente 80% des protéines totales.
- Les protéines sériques solubles à pH 4,6. Elles représentent 20% des protéines totales.

(Jeantet et Coll, 2007).

1.3. Glucides

Le sucre principal du lait est le lactose, disaccharide constitué par l'association d'une molécule de glucose et d'une molécule de galactose. On ne relève que 70 mg/l de glucose et 20 mg/l de galactose ainsi que des traces d'autres glucides. Le lactose est un sucre fermentescible, il est dégradé en acide lactique par des bactéries lactiques (lactobacilles et streptocoques) provoquant un abaissement du pH du lait, ce qui entraîne sa coagulation. Cette dernière est indispensable pour la fabrication de fromages et de laits fermentés (Fredote, 2005).

Le lactose est le seul sucre qui puisse être utilisé correctement par le jeune animal, car le tube digestif du très jeune animal possède une lactase mais ne possède pas de Saccharase, ni de maltase, ni d'amylase (Mekroud, 2011).

Tableau n°02 : composition minérale du lait (Alais, 1984) ; (Renner, 1983 et 1989).

Constituants	Teneurs moyennes
Minéraux	(g/litre)
Potassium	1.50
Sodium	0.50
Calcium	1.25
Magnésium	0.12
Phosphore	0.95
Chlore	1.00
Soufre	0.35
Oligo-éléments	(µg/litre)
Aluminium	600-1000
Arsenic	<50
Bore	150-300
Brome	150
Cadmium	<1
Chrome	15-30
Cobalt	0.5
Cuivre	20-40
Etain	100-1000
Fer	200-500
Fluor	70-200
Iode	10-300
Manganèse	10-30
Mercure	<1
Molybdène	70
Plomb	2-10
Sélénium	10-30
Silicium	1000-6000
Strontium	350
Zinc	3000-6000

1.4. Minéraux

Les minéraux sont des espèces ou des substances inorganiques qui ne sont ni d'origine animale ni végétale (composés naturels en général) ne contenant pas de squelette (C, H, O ou N). Ce sont des éléments inorganiques qui constituent la majeure partie des cendres sèches obtenus après l'inflammation de matières organiques, et par conséquent les techniques de séchage sont encore la principale méthode de détermination des minéraux totaux dans les denrées alimentaires. **(Nielsen, 2010)**

La teneur en minéraux et oligo-éléments du lait (7,3 g/litre) n'est pas constante mais influencée par un certain nombre de facteurs, tels que le stade de lactation, l'état nutritionnel de la mère et les facteurs environnementaux et génétiques. La littérature pour la concentration de nombreux minéraux et oligo-éléments montre une grande variation, qui est due d'une part à ces facteurs, mais aussi d'autre part à des erreurs d'analyse, contamination par la collecte et la transformation du lait, équipement et procédures. **(Renner, 1983).**

Les minéraux sont présents dans le lait soit en solution dans la fraction soluble, soit sous forme liée dans la fraction insoluble (ou colloïdale). Certains minéraux se trouvent exclusivement à l'état dissous sous forme d'ions (sodium, potassium et chlore) et sont particulièrement bio disponibles. Les autres (calcium, phosphore, magnésium et soufre) existent dans les deux fractions. Dans la fraction soluble, ils existent en partie sous forme libre (calcium et magnésium ionisés), en partie sous forme saline (phosphates et citrates) non dissociée (calcium et magnésium), ou encore sous forme complexe (esters phosphoriques et phospholipides). Dans la fraction colloïdale, les minéraux (calcium, phosphore, soufre et magnésium) sont associés ou liés à la caséine au sein des micelles.

1.5. Vitamines

Selon **Vignola (2002)**, les vitamines sont des substances biologiquement indispensables à la vie puisqu'elles participent comme cofacteurs dans les réactions enzymatiques et dans les échanges à l'échelle des membranes cellulaires. L'organisme humain n'est pas capable de les synthétiser.

Le lait est une source notable en vitamines, on distingue d'une part les vitamines hydrosolubles (vitamines de groupe B et vitamines C) en quantité constante, et d'autre part les vitamines liposolubles (A, D, E et K) **(Jeantet et al., 2008).**

Tableau n°03 : composition vitaminique moyenne du lait cru (Amiot et al., 2002)

Vitamines	Teneur moyenne (/100 mL)
Vitamines liposolubles	
Vitamine A (+carotènes)	40 µg
Vitamine D	2,4 µg
Vitamine E	100 µg
Vitamine K	5 µg
Vitamines hydrosolubles	
Vitamine C (acide ascorbique)	2 mg
Vitamine B1 (thiamine)	45 µg
Vitamine B2 (riboflavine)	175 µg
Vitamine B6 (pyridoxine)	50 µg
Vitamine B12 (cyan cobalamine)	0,45 µg
Niacine et niacinamide	90 µg
Acide pantothénique	350 µg
Acide folique	5,5 µg
Vitamine H (biotine)	3,5 µg

Enzymes

Selon **Pougheon (2001)**, les enzymes sont des substances organiques de nature protidique, produites par des cellules ou des organismes vivants, agissant comme catalyseurs dans les réactions biochimiques.

Le lait est un véritable tissu vivant contenant de nombreuses enzymes mais leur étude est difficile car on ne peut pas toujours facilement séparer les enzymes naturelles du lait de celles qui sont sécrétées par les micro-organismes présents dans le liquide. Il contient principalement trois groupes d'enzymes : les hydrolases, Les déshydrogénases (ou oxydases) et les oxygénases (**Veisseyre, 1975**).

2. Propriétés physico-chimiques du lait

2.1. Masse volumique

La masse volumique d'un liquide est définie par le quotient de la masse d'une certaine quantité de ce liquide divisée par son volume. Elle est habituellement notée ρ et s'exprime en Kg.m^{-3} dans le système métrique. Comme la masse volumique dépend étroitement de la température, il est nécessaire de préciser à quelle température (T) elle est déterminée. La masse volumique du lait entier à 20°C est en moyenne de : 1030Kg.m^{-3} . (Pointurier, 2003).

2.2. La densité

La densité d'un liquide est une grandeur sans dimension qui désigne le rapport entre la masse d'un volume donné du liquide considéré et la masse du même volume d'eau (Vierling, 2008).

La densité du lait est liée à sa richesse en matière sèche, un lait pauvre en matière sèche aura une densité faible (Goursoud, 1985).

Elle dépend aussi de leur degré d'hydratation, notamment en ce qui concerne les protéines. Plus un lait contient un pourcentage élevé en matière grasse, plus sa densité sera basse. A 15°C, la densité du lait est en moyenne de 1.032 (1.028-1.035) (Amiot et al., 2002) ; (Vignola, 2002).

2.3. Stabilité à la chaleur

Suivant les propos de (Wattiaux, 1997), lorsqu'il est exposé à de courtes périodes de chaleur intensive, le lait frais, peut maintenir sa structure normale. Cependant, l'exposition prolongée à la chaleur dégrade la structure des micelles de caséines et modifie la structure du lactose qui tend à réagir avec les protéines. La stabilité à la chaleur peut donc indiquer la qualité d'un lait. Un lait acide se déstabilise plus rapidement à la chaleur qu'un lait normal.

2.3.1. Point de congélation ou point cryoscopique

Le point de congélation du lait est légèrement inférieur à celui de l'eau pure puisque la présence de solides solubilisés abaisse le point de congélation (Neville et Jensen, 1995).

D'après (Mahaut et al., 2000), le lait se congèle à -0.55°C. C'est la caractéristique la plus constante du lait et sa mesure est utilisée pour déceler le mouillage. Si le point de congélation est supérieur à -0.53°C on suspectera une addition d'eau.

2.3.2. Point de l'ébullition

Le point d'ébullition est défini par **Vignola (2002)**, comme la température atteinte lorsque la pression de la substance ou la solution est égale à la pression appliquée. Il est légèrement supérieur au point d'ébullition d'eau, soit 100,5°C.

Ainsi comme pour le point de congélation, le point d'ébullition subit l'influence de la présence des solides solubilisés (**Amiot et al., 2002**).

2.4. Acidité

Selon **Jean et Dijon (1993)**, l'acidité du lait résulte de l'acidité naturelle, due à la caséine, aux groupes phosphate, au dioxyde de carbone et aux acides organiques ; et de l'acidité développée, due à l'acide lactique formé dans la fermentation lactique. L'acidité titrable du lait est déterminée par dosage par une solution d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphthaléine. Bien que l'acide lactique ne soit pas le seul acide présent, l'acidité titrable peut être exprimée en grammes d'acide lactique par litre de lait ou en degré Doronic (°D). 1°D = 0.1g d'acide lactique par litre de lait.

2.5. Le pH

Le pH d'un lait normal se caractérise par des valeurs comprises entre 6,6 et 6,8. Cette légère acidité est due aux anions phosphoriques et citriques ainsi que de la caséine (**Sina, 1992**).

Selon (**Alais et Linden, 1997**), le pH du lait de vache fraîchement trait se situe un peu en dessous de la neutralité, un faible changement du pH du côté acide a des effets importants sur l'équilibre des minéraux et sur la stabilité de la suspension colloïdale de caséine.

II. Procédés de conservation des laits

1. Par le froid

1.1. Réfrigération

La réfrigération est une technique, qui permet d'allonger la durée de conservation du lait. Le lait pasteurisé se conserve au réfrigérateur à 4-6 °C. Cette température freine les développements des germes mésophiles, par contre le traitement est sans effet sur les psychrophiles, qui se développent à la température de réfrigération (**Gosta, 1995**).

Selon **Cheftel et al (1992)**, les basses températures mises en jeu lors de la réfrigération permettent un ralentissement du métabolisme cellulaire et préservent la texture du lait.

Il est bien démontré, que la durée de conservation du lait pasteurisé dépend avant tout des contaminations que le lait subit après le chauffage, dans les circuits de refroidissement, de stockage, de conditionnement et dans les emballages eux-mêmes (**Mourgues et al, 1970**).

1.2. Congélation

D'après **Gosta (1995)**, c'est un procédé physique, qui a pour objet la conservation prolongée par le froid. Il est très important que le lait destiné à être conservé par le froid soit de bonne qualité hygiénique.

Le but d'emploi de froid est souvent d'inhiber, retarder ou arrêter d'une part les réactions enzymatiques dans le produit alimentaire et d'autre part la croissance des micro-organismes. En résumé, le froid constitue un moyen important de conservation du lait.

1.3. Surgélation

D'après (**Monnier, Colette et al, 2010**), la surgélation est un procédé qui transforme brutalement l'eau des denrées alimentaires en glace. Elle cristallise l'eau à l'aide des températures très basses (au-dessous de -30 °C) et stabilise ensuite les aliments à -18 °C .

La surgélation a l'avantage de ne former que de très petits cristaux de glace, évitant ainsi de déchirer l'enveloppe des cellules du produit. Elle permet aussi la préservation de l'aspect, les couleurs, les saveurs et les éléments nutritionnels des différentes denrées alimentaires (**Grogna, 2016**).

2. Par la chaleur

2.1. Pasteurisation

La pasteurisation est un traitement thermique appliqué à un produit en vue d'éviter les risques pour la santé publique que pourrait faire naître les microorganismes pathogènes liés au lait. En tant que traitement thermique, la pasteurisation ne doit entraîner que des modifications chimiques, physiques et organoleptiques minimales.

Elle consiste à chauffer le lait jusqu'à une température définie et à la maintenir pendant un temps donné suivie d'un refroidissement brusque, de manière à éliminer plus de 90 % de la flore microbienne contenue dans le lait et éviter la prolifération de ceux qui en restent (**Broutin et al., 2005**).

Tableau n°04 : Différents barèmes de la pasteurisation (**Meunier-Goddik et Sandra, 2002**).

Température (°C)	Temps
63	30 minutes
72	15 s
89	1.0 s
90	0.5 s
94	0.1 s
96	0.05 s
100	0.01 s

Certains microorganismes peuvent résister au traitement de la pasteurisation, on dira de ces microorganismes qu'ils sont thermostables (**Vignola, 2002**).

Selon la **FAO (2008)** :

- Le lait est chauffé à une température inférieure à 100°C dans un échangeur thermique conçue pour la pasteurisation haute température / courte durée ;
- Puis retenu dans un chambreur tubulaire pour la durée requise ;
- Puis refroidi rapidement.

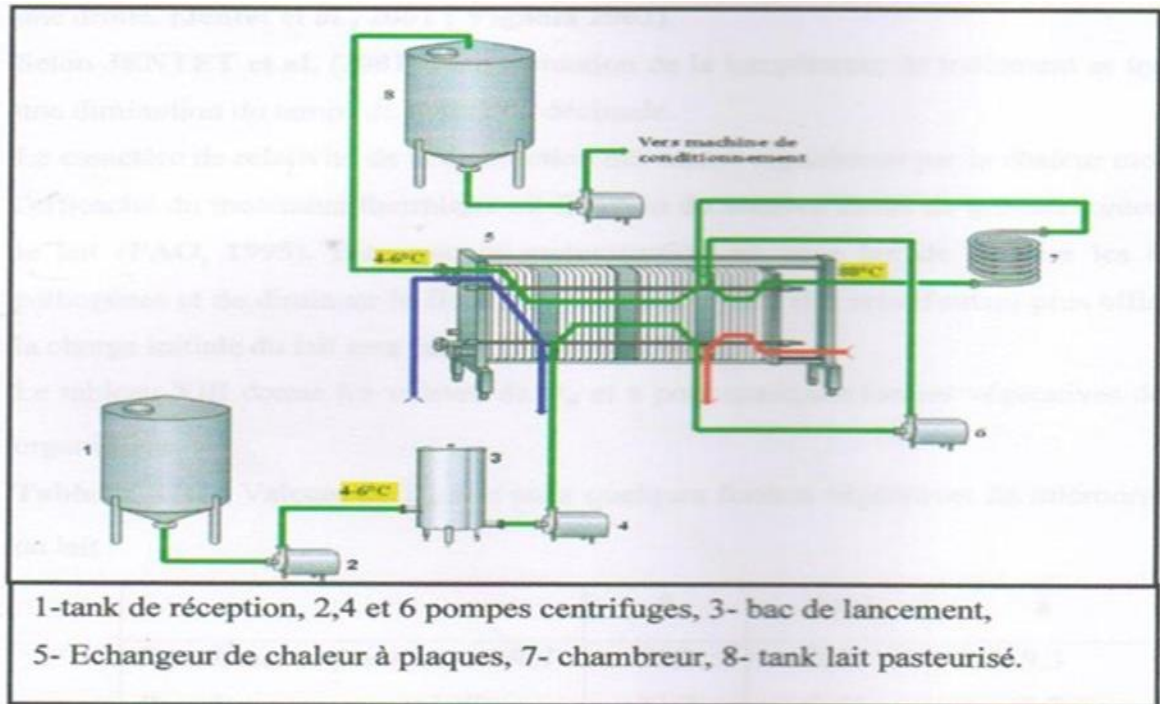


Figure n°06 : ligne de pasteurisation du lait (Vignonla, 2002).

Les avantages et les inconvénients de la pasteurisation sont résumés dans le tableau 5.

Tableau n°05 : Avantages et inconvénients de la pasteurisation (Ivan, 2003).

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - Traitement thermique doux (70-80C°) pendant 30min ; - Destruction des bactéries pathogènes et la plus grande partie de tous les autres germes. 	<ul style="list-style-type: none"> -Une série d'enzymes restent encore active ; -L'aliment qui a subi la pasteurisation ne se conserve que d'une façon limitée et doit se conserver au frais au maximum une semaine avant ouverture et 3 jours après l'ouverture à moins de 7C°; -La perte protéique ; -Une perte de la valeur nutritionnelle.

Stérilisation

Selon (Tebibel et al., 2008), la stérilisation est un procédé par lequel on obtient la destruction ou l'éradication totale des germes microbiens saprophytes et pathogènes, qu'ils soient sous leur forme végétative ou sporulée.

La stérilisation du lait, au préalable est obtenue par deux méthodes différentes : simple et U.H.T

2.1.1. La stérilisation simple

Les bouteilles du lait hermétiquement fermées passent dans une stérilisation en continue ou elles sont chauffées pendant 15 min à 115°C. Le lait traité porte la mention « lait stérilisé».

2.1.2. La stérilisation U.H.T (ultra haute température)

Utilise une température de 140°C pendant 2 à 3 s suivie immédiatement par un refroidissement après détente sous vide. Cette stérilisation est obtenue par divers procédés incluant le feu, la chaleur humide et la chaleur sèche (Fernane, 2017).

Le traitement thermique peut être soit direct (injection de vapeur d'eau), soit indirect. Il est réalisé à une température de 135-150 °C pendant 2,5 secondes environ (Leseur et Melik, 1999).

2.2. Lyophilisation

La lyophilisation est un processus de séchage à basse température permettant de retirer l'eau contenue dans un produit. Cela consiste en trois étapes : la congélation de ce dernier puis sa sublimation et enfin la désorption. Le procédé est réalisé en maintenant le produit à une basse température sous vide. Le produit obtenu est appelé lyophilisat. Le terme "lyophile" signifie en grec "affinité avec un solvant", en effet le lyophilisat ayant une structure poreuse, il présente une grande affinité pour les solvants aqueux. Cette structure lui permet le plus souvent de se dissoudre facilement par un solvant (Watson JJ et al., 2016).

Pour redonner au produit ses caractéristiques initiales, une autre étape de réhydratation est nécessaire. L'objectif primordial de la lyophilisation est :

- **Par la congélation** : l'inhibition des réactions chimiques et biochimiques avec pour conséquence le passage dans un état inerte.
- **Par la sublimation** : La déshydratation du produit, le rendant ainsi considérablement plus stable que lorsqu'il était hydraté, ce qui facilite sa conservation (Adams G et al., 2007) .

III. Qualité du lait

1. Qualité organoleptique du lait

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

1.1. Couleur

Le lait est de couleur blanc mat, qui est due en grande partie à la matière grasse et aux pigments de carotène (la vache transforme le B-carotène en vitamine A qui passe directement dans le lait). (**Fredot, 2005**).

Reumont (2009), explique que dans le lait, deux composants, les lipides sous forme de globules de matière grasse et les protéines sous forme de micelles de caséines diffractent la lumière. Ces agrégats dispersent les rayons lumineux sans les absorber et le rayonnement qu'ils renvoient, est identique en composition au rayonnement solaire, à savoir une lumière blanche.

1.2. Odeur

L'odeur est une caractéristique du lait du fait de la matière grasse qu'il contient fixe des odeurs animales. Elles sont liées à l'ambiance de la traite, à l'alimentation (les fourrages à base d'ensilage favorisent la flore butyrique, le lait prend alors une forte odeur) ou à la conservation (l'acidification du lait à l'aide de l'acide lactique lui donne une odeur aigrelette). **Vierling (2003)**.

1.3. Saveur

Le lait a une saveur légèrement sucrée due à la présence d'un taux de lactose (**Vierling, 1998**).

La saveur du lait normal frais est agréable. Les laits chauffés (pasteurisés, bouillis ou stérilisés) ont un goût légèrement différent de celui du lait cru. L'alimentation des vaches laitières à l'aide de certaines plantes de fourrages ensilés, peut transmettre au lait des saveurs anormales en particulier un goût amer. La saveur amère peut aussi apparaître dans le lait suite à une pullulation de certains germes d'origine extra-mammaire (**Thieulin et Vuillaume, 1967**).

1.4. Viscosité

, a montré que la viscosité du lait est une propriété complexe qui est particulièrement affectée par les particules colloïdes émulsifiées et dissoutes.

La teneur en graisse et en caséine possède l'influence la plus importante sur la viscosité du lait. Elle dépend également des paramètres technologiques.

La viscosité est une caractéristique importante de la qualité du lait, étant donné qu'une relation intime existe entre les propriétés rhéologiques et la perception de la qualité par le

consommateur. Ainsi, un consommateur d'Europe centrale évalue de manière très positive le lait concentré à forte consistance (filandreux). Il associe la teneur élevée des composants du lait à la viscosité élevée. **Rheotest (2010)**

2. Qualité nutritionnelle

Selon **Vignola (2002)**, Le lait; du fait de sa qualité nutritionnelle, organoleptique et spécifique ; est recommandé à tous les âges correspondants aux besoins différents de l'Homme. Il est une source excellente en protéines ; mais apporte aussi de teneurs élevées en calcium.

Il joue, un rôle très important dans l'alimentation Humaine, tant au point de vue calorique que nutritionnel. Un litre de lait correspond à une valeur d'environ 750 Kcal facilement utilisables. Comparativement aux autres aliments, il constitue un élément de haute valeur nutritionnelle. L'intérêt alimentaire du lait est que c'est une source de protides d'excellente valeur biologique, de calcium, de matière grasse et de vitamines (**Leroy, 1965**).

Pour les nouveau-nés, les protéines du lait constituent une source protéique adaptée aux besoins de croissance durant la période néonatal (**Derby, 2001**).

3. Qualité microbiologique

Le lait est un aliment dont la durée de vie est très limitée. En effet, son pH voisin de la neutralité, le rend très facilement altérable par les microorganismes et les enzymes, sa richesse et sa fragilité font du lait un milieu idéal aux nombreux microorganismes comme les moisissures, les levures et les bactéries qui se reproduisent rapidement (**Gosta, 1995**).

3.1. Flore originelle

Le lait, lorsqu'il est prélevé dans de bonnes conditions à partir d'un animal sain, contient peu de microorganismes (moins de 10^3 germes/ml). (**CUQ, 2007**). La flore originelle des produits laitiers est l'ensemble des microorganismes retrouvés dans le lait à la sortie du pis, les germes dominants sont essentiellement des mésophiles (**Vignola, 2002**). Il s'agit de microcoques, mais aussi streptocoques lactiques et lactobacilles. Ces microorganismes, plus ou moins abondants, sont en relation étroite avec l'alimentation (**Guiraud, 2003**), et n'ont aucun effet significatif sur la qualité du lait et sur sa production (**Varnamet Sutherland, 2001**).

3.2. Flore de contamination

Cette flore est l'ensemble des microorganismes contaminant le lait, de la récolte jusqu'à la consommation. Elle peut se composer d'une flore d'altération, qui causera des défauts sensoriels ou qui réduira la durée de conservation des produits, et d'une flore pathogène dangereuse du point de vue sanitaire (**Vignola, 2002**).

3.2.1. Flore d'altération

La flore d'altération causera des défauts sensoriels de goût, d'arôme, d'apparence ou de texture et réduira la durée de vie du produit laitier. Parfois, certains microorganismes nuisibles peuvent aussi être pathogènes. Les principaux genres identifiés comme flore d'altération sont les coliformes et certaines levures et moisissures (Essalhi, 2002).

3.2.2. Flore pathogène

D'après (Brisabois et al., 1997), la contamination du lait et des produits laitiers par les germes pathogènes peut être d'origine endogène, suite à une excrétion mammaire de l'animal malade ; elle peut aussi être d'origine exogène, il s'agit alors d'un contact direct avec des troupeaux infectés ou d'un apport de l'environnement (eaux), ou bien liées à l'Homme. Parmi ces germes, on cite souvent des bactéries infectieuses qui doivent être vivantes dans l'aliment lors de sa consommation pour agir : Salmonelle, Listeria, Bactéries toxigènes, Staphylocoques, Clostridium sulfito-réducteurs. Une fois ingérées, elles dérèglent le système digestif et apparaissent alors divers symptômes connus, tels que la diarrhée, les vomissements, les maux de tête... etc.

Tableau n°06 : Quelques propriétés des microorganismes du lait cru

Les microorganismes	Les caractéristiques	Les effets	Les références
<i>Clostridium</i>	Gram positif anaérobies strictes. Strictes mobile	Contamination du lait au moment de la traite.	(Bourgeois et Leveau, 1991).
<i>Escherichia coli</i>	Mobile Pathogène Anaérobies facultatives mobile	Capable de fermenter le glucose et le Lactose	(Carip, 2008).
<i>Salmonella</i>	Gram négatif Mobile aéro- anaérobies facultatifs	Capable de fermenter le glucose incapable de fermenter le lactose	(Carip, 2008).
<i>Slaphylococcus</i>	Gram positif Immobile Non capsulés Non sporulés Anaérobies facultatives	Capable de fermenter le glucose	(Lory et al., 2004) (Carip, 2008)

IV. Influence de la température sur le lait

1. La matière grasse

Suivant les propos de **Surel (1999)**, les traitements thermiques (pasteurisation, traitement U.H.T) ont une action sur la lactoglobuline qui s'associe également au globule gras par la formation de ponts disulfures, ce qui augmente la teneur en protéines de la membrane du globule gras sans que la taille de ce dernier en soit augmentée.

La pasteurisation n'altère pas les graisses polyinsaturées et donc les acides gras essentiels : l'acide linoléique est stable à haute température et ne se décompose qu'après un chauffage d'une heure à 180°C. Par contre, les laits stérilisés et UHT subiraient au cours du traitement thermique une réduction légère de leur teneur en acides gras essentiels (**Renner, 1989**).

1.1. Lipolyse

Les acides gras libres, net particulièrement ceux qui ont entre 4 et 12 atomes de carbone, entraînent l'apparition de mauvais goûts (de rance, de savon, ...) lorsque leur teneur atteint environ 2 mEq/100 g de MG (**Kuzdzal-Savoie, 1982**)

2. Les protéines

2.1. Protéines sériques

Selon **Credit et Dagleish (1996)**, les différentes protéines sériques n'ont pas la même résistance aux traitements thermiques. L'ordre de sensibilité à la chaleur est : immunoglobulines, sérumalbumines, β - lactoglobuline et en dernier a lactalbumine.

Le chauffage des protéines sériques entraîne l'ouverture des structures secondaires et tertiaires qui permet l'agrégation de ces protéines entre elles ou avec les micelles de caséine, et mène une perte de la structure native de la protéine. La dénaturation des protéines sériques résulte en le déplissement de leurs polypeptides, exposant ainsi des résidus habituellement cachés à l'intérieur de la structure globulaire. (**Singh et Waungana, 2001**) ; (**Calvo, 1995**).

2.2. Caséines

Le lait maintenu à basse température subit des modifications physico-chimiques importantes. La dissolution du phosphate de calcium qui participe à la structure micellaire associée à une dissolution des B-caséines, entraînent une déstabilisation des micelles de caséines (**Ichilczyk-Leone et al., 1991**).

La caséine coagule seulement après chauffage d'une heure à 125°C (**Andrian et Lepen, 1987**).

2.3. La protéolyse et les problèmes de conservation

La protéolyse peut être due à une protéase naturelle du lait (protéase alcaline ou plasmine) qui libère des caillots de purine, ou à des protéases microbiennes synthétisées par des bactéries psychrotrophes (*Pseudomonas*) notamment au cours du stockage (**Mahieu, 1985**).

Les protéases microbiennes sont très thermostables et peuvent résister à des traitements de 150°C pendant quelques secondes (on peut donc en retrouver dans les laits UHT). Elle peut produire un goût putride, lorsque la protéolyse s'accompagne d'une dégradation des acides aminés (**Veisseyre, 1979**).

2.4. Le phénomène de gélification

Ultra Haute Température (UHT) est le traitement qui permet une stérilisation du lait. L'intensité de ce traitement entraîne des modifications physico-chimiques des constituants du lait, et du fait de la thermostabilité des protéases microbiennes et de la plasmine, une déstabilisation et une gélification, accompagnées d'un développement de goûts amers, sont parfois observées pendant la conservation des laits UHT. La déstabilisation des laits U.H.T au cours de la conservation pourrait dépendre à la fois de la formation, lors du chauffage, de complexes entre la β -lactoglobuline et les caséines (**Corradini et Panini-Peci cités par Humbert, 1986**).

Miranda et Gripon (1986), rapportent que la gélification du lait est plus rapide quand la population microbienne augmente.

L'activité protéolytique des laits UHT et le niveau initial en bactéries psychrotrophes protéolytiques sont corrélés ($r = 0,79$) (**Mottar, 1984**).

Selon (**Gebre Egziabehr et al., 1980**) et (**Adams et al., 1976**), la protéolyse serait effective à partir de 104 psychrotrophes/ml de lait.

3. Le lactose

Veisseyre (1975), a pu montrer que le principal glucide du lait est le lactose, un disaccharide composé de α -D-glucose et de β -D-galactose. C'est un sucre réducteur pouvant réagir avec les matières azotées, entraînant l'apparition de composés bruns réducteurs. Cette réaction, catalysée par le fer et le cuivre ainsi que les phosphates, est la réaction de Maillard.

3.1. Réaction de Maillard

Walstra et Jenness (1984), ont défini la réaction de Maillard comme une réaction chimique des groupements aminés et des sucres réducteurs qui mène à la formation de composés bruns. Ce brunissement non enzymatique est influencé par la température, le pH, l'activité de

l'eau et la présence de certains sels et vitamines. Cette réaction, elle est soit désirable dans certains produits, soit le plus souvent indésirable en transformation laitière. Les groupements aminés en cause sont principalement des résidus lysine dans les protéines laitières puisque le contenu en acide aminé est très faible.

4. Modification des équilibres salins et micelles

L'effet de la température sur la solubilité du phosphate de calcium est contraire aux principes généraux de solubilité puisque sa solubilité diminue à mesure que la température augmente. Au chauffage, le déplacement de l'équilibre a lieu vers la forme colloïdale, ce qui augmente la minéralisation de la micelle (**Amiot et al., 2002**).

Les rapports entre les formes solubles et les formes colloïdales du calcium et des phosphates sont assez profondément modifiés par la chaleur (**Ustunol et Brown, 1985**), et par le refroidissement. (**Ichilczyk-Leone J et al., 1991**).

5. Coagulation

Singh (2004), mentionne que la coagulation du lait suite à un chauffage prononcé à des températures entre 120 et 140°C est une conséquence de la perte de stabilité de la micelle, résultant de nombreux changements physiques et chimiques de ses composants. Les traitements de chaleur modifient à la fois les micelles de caséines et l'environnement de la phase sérique autour d'elles.

6. Aspects bactériologiques

L'effet de la température se traduit par une destruction des microorganismes. Les conditions de chauffage, ainsi que les combinaisons température/temps, sont choisies de manière à limiter ou annuler le nombre de germes, sans modifier les caractéristiques physicochimiques du lait. La conservation du lait au froid, ralentit le développement microbien (flore de contamination) et inhibe la flore pathogène, mais favorise le développement de la flore psychrotrophe (**Veisseyre, 1979**).

Matériel et Méthodes

I. bjectif de l'étude

Notre étude a été réalisée au niveau des laboratoires de recherche du Centre de recherche Scientifique et technique en Analyses Physico-chimique (CRAPC), durant la période Mars- Juin de l'année 2022.

L'objectif de notre travail est l'évaluation des effets des traitements thermiques sur la qualité physico-chimique, la teneur en triglycéride, le profil en acides gras et la teneur en sels minéraux du lait de vache pasteurisé et stérilisé à UHT, commercialisé en Algérie (les wilayas de Tipaza et Blida). Ce travail s'inscrit dans le cadre des travaux de recherche de l'équipe Lait et Dérivés de la Division Produits Naturels et Sciences des Aliments (PNSA) du CRAPC.

Les différentes analyses ont été effectuées sur des échantillons de lait à l'état frais et après :

- Une conservation par :
 - Réfrigération à une température égale à (6°C) pendant 3 jours dans un réfrigérateur ;
 - Congélation à une température égale à (-10°C) pendant 8 jours.

- Un traitement thermique par :
 - Chauffage courant à une température égale à (70°) du lait stérilisé UHT ;
 - Ebullition à une température égale à (100°C) du lait pasteurisé.
 - Chauffage au micro-onde des deux types de lait;

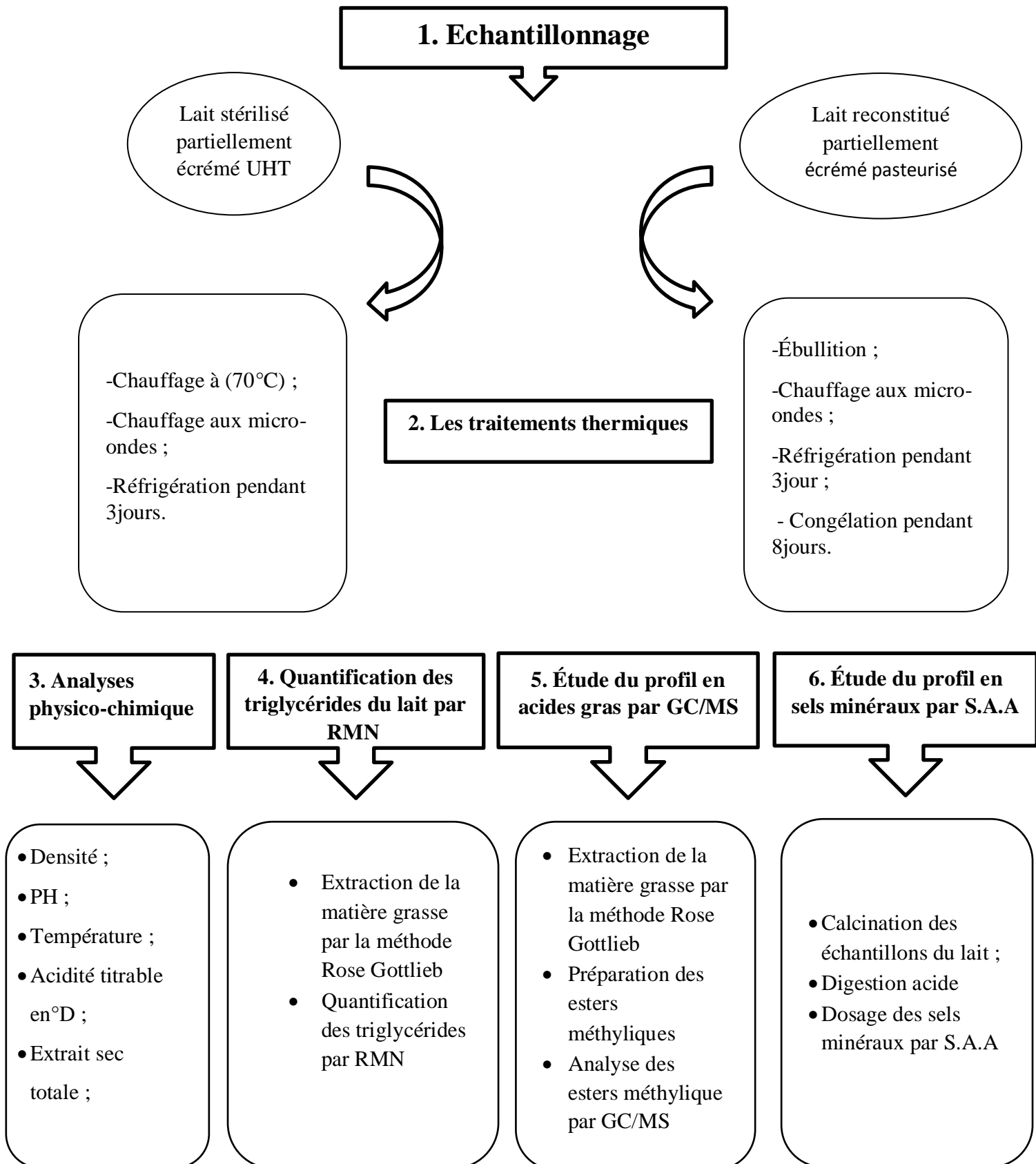
II. Echantillonnage

Cette étude est portée sur un nombre de quatre (04) échantillons de laits commercialisés dans les wilayas de Blida et Tipaza en Algérie.

Les différents types de lait analysés sont :

- 2 échantillons de lait stérilisé (UHT) partiellement écrémé conditionné dans une boîte d'un litre (CUHT, SUHT).
- 2 échantillons de lait pasteurisé partiellement écrémé conditionné dans un sachet d'un litre (BP, LP).

La méthodologie de travail suivie dans cette étude est représentée dans la figure suivante :



III. Matériel

Le matériel utilisé pour les paramètres physico-chimiques, l'extraction des acides gras et des sels minéraux est présentés dans (annexe I, II, III et IV).

IV. Méthodes des analyses physico-chimiques de lait

1. Densité

Principe

La densité du lait est le rapport entre la masse du même volume d'eau et la masse d'un volume donné de lait à 20°C (Pointurier, 2003).

La détermination de la densité est très importante car elle permet de détecter les fraudes comme le mouillage du lait, Elle est déterminée avec un lactodensimètre, à une température de 20°C, et exprimée en gramme par ml de lait.

Mode opératoire

- Une éprouvette de 250 ml stérile est remplie de lait à analyser en évitant la formation de mousse ou bulle d'air.
- Le lactodensimètre est rincé avec du lait puis il est introduit dans l'éprouvette en le tenant par l'extrémité de la tige graduée.
- Attendre trente secondes à une minute avant d'effectuer la lecture de la densité à 20°C° (voir la figure 07)



Figure n°07 : Mesure de la densité du lait entier UHT par lactodensimètre (Originale).

Lecture de résultat

Après la stabilisation du Lactodensimètre, on lit à la surface d'un côté la densité et de l'autre la température, Si le lactodensimètre est utilisé à une température autre que 20°C, une correction de la Lecture doit être faite de façon suivante :

- Si la température du lait est supérieure à 20°C, augmenter la densité lue de 0.0002 par degré au-dessus de 20°C.
- Si la température du lait est inférieure à 20°C, diminuer la densité lue de 0.0002 par degré au-dessous de 20°C.

2. Le pH

Le pH est une grandeur sans unité qui exprime le caractère acide ou basique d'un produit, à l'aide d'un pH-mètre. Suivant la valeur de ce pH, le produit est acide, neutre ou basique.

Mode opératoire

- Etalonner le pH à l'aide des deux solutions tampons (pH4 et pH7).
- Introduire l'électrode dans le bécher contenant le lait à analyser, après la stabilité de l'affichage sur l'écran du pH-mètre, on fait la lecture de la valeur du pH (voir la figure 08)
- A chaque détermination, retirer l'électrode et rincer avec l'eau distillée et sécher.

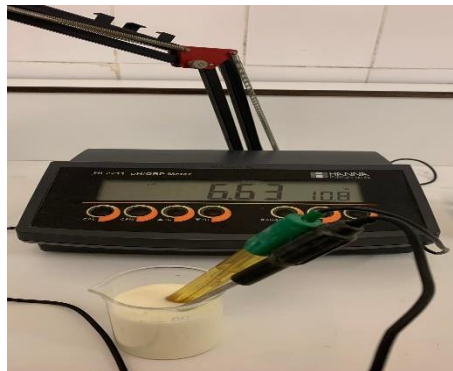


Figure n°08 : Mesure du pH avec un pH-mètre (Originale).

3. Température

La détermination de la température se fait par l'introduction du thermomètre dans le produit à analyser (le lait).

Lecture de résultat

La lecture se fait d'une façon horizontale, et après la stabilisation du thermolactodensimètre.

4. Acidité titrable en °D

L'acidité est déterminée par un titrage acido-basique, l'acide lactique est neutralisé par une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) en présence d'un indicateur coloré phénolphtaléine

(voir annexe III), qui indique la limite de la neutralisation par changement de couleur (rose pâle).
(Bachtarzi et al., 2015)

Mode opératoire

La méthode utilisée pour la détermination de l'acidité est la suivante :

- Transvaser 10 ml de lait dans un Bécher.
- Ajouter quelques gouttes de phénolphaléine.
- Titrer avec la soude (N/9) avec l'agitation jusqu'à un virage du milieu à la rose pâle. (voir la figure 09)



Figure n°09 : Mesure de l'acidité titrable en °D du lait (Originale).

Les résultats sont exprimés en degré Dornic (°D), en appliquant la formule suivant :

$$AT = V.10 (D^{\circ})$$

D'où :

AT : acidité titrable

V : Le volume correspond à la chute de la burette en ml.

5. L'extrait sec total (EST)

L'extrait sec total (la matière sèche du lait) est le produit résultant de la dessiccation du lait par évaporation d'une certaine quantité d'eau du lait et la pesée du résidu (JORA, 2013). Elle est exprimée par % massique ou g/l.

Mode opératoire

- Placer la capsule en aluminium dans un dessiccateur, puis tarer ;
- à l'aide d'une pipette (10ml) Verser 5ml du lait à analyser dans toute la capsule d'une façon homogène ;

- Fermer le couvercle de la capsule de l'appareil ;
- Attendre jusqu'à stabilité de l'affichage qui se manifeste par une sonnerie.(voir la figure 10)

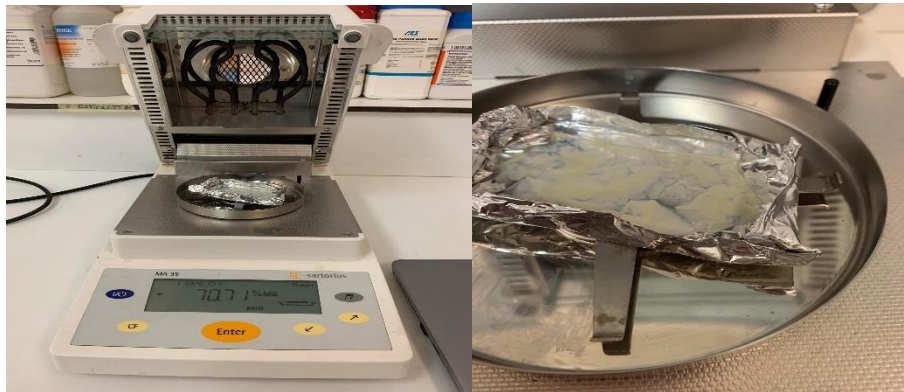


Figure n°10 : Dosage de l'extrait sec total à l'aide d'un dessiccateur (Originale).

V. Etude de l'effet des traitements thermiques sur les lipides

V.1. Extraction de la matière grasse du lait (méthode Rose-Gottlieb)

L'extraction de la matière grasse des différents échantillons du lait est réalisée selon la méthode « ROSE-GOTTLIEB».

Principe

Les lipides étant dans le lait, associés notamment aux protéines, il faut déstabiliser cette association, et pour cela il faut utiliser de l'éthanol (qui dénature les protéines) et de l'ammoniaque (qui permet de les solubiliser de nouveau), afin qu'elles ne gênent pas l'extraction des lipides par l'éther. Les lipides sont ensuite extraits par l'éther. Après extraction, le solvant organique contient les lipides, de l'éthanol mais encore une faible quantité d'eau. Afin d'éliminer au maximum la présence d'eau dans le milieu ensuite il faut ajouter de l'éther de pétrole qui permet le relargage de l'eau. Les couches éthero-alcooliques réunies sont évaporées à sec, et le résidu de matière grasse est pesé (**Gottlieb, 1960**).

Mode opératoire

- Dans un tube à essais, mélanger 10 ml du lait avec 2ml d'ammonia et 10 ml d'éthanol, puis agiter pendant 10 min sur un agitateur ;
- Mettre les tubes dans un bain marie (ultrason) pendant 10min ; (Figure A.11)
- Verser le mélange dans une ampoule à décanter, ajouter 1 ml d'ammonia et 10 ml d'éthanol à l'aide d'une pipette graduée (avec l'agitation) ;
- Ajouter 20 ml de diéthyl éther et agiter plusieurs fois en dégazant de temps en temps ;

- Verser 20 ml d'ether de pétrole à ce mélange et agiter ;
- Laisser reposer 30 min ; (Figure B.11)
- Récupérer la phase aqueuse dans un ballon stérile, éliminer les solvants à 50°C par un évaporateur rotatif ; (Figure C.11)
- Laisser sécher, ensuite mettre le ballon dans l'étuve (à 100°C) pendant 30 min, puis 45 min dans un dessiccateur et enfin le peser. (Figure D.11)



Figure n°11 : Les différentes étapes de l'extraction de la matière grasse du lait par la méthode Rose-Gottlieb (Originale).

V.2. Quantification des triglycérides du lait par RMN ^1H proton

- Dans un tube RMN de 5 mm, 10 mg de matière grasse extraite sont dissous dans 650 μL de chloroforme deutéré
- Une solution de 5% (v/v) de bi-pyridine est ajoutée à ce mélange
- Le mélange est agité à 2800 tr/min sur un vortex pendant une minute puis analysé par RMN 1H proton
- Tous les spectres RMN ont été déterminé sur un spectromètre RMN Bruker AVANCE III 600 MHz équipé d'une sonde inverse TXI 5 mm avec bobines à gradient Z, d'un Passeur

d'échantillons SampleXpress Lite, une unité de contrôle de température BCU-1, et le logiciel d'automatisation IconNMR 5.0.6 Build 32 de Bruker Biospin.

V.3. Analyse du profil en acide gras par Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS)

La méthode utilisée est la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse. Les acides gras libres sont difficiles à analyser par (GC/MS), du fait de leur faible volatilité et de leur tendance à s'adsorber. Ainsi ils sont analysés sous la forme d'esters méthyliques.

1. Préparation des esters méthyliques

Principe

Préparation d'ester méthylique des acides gras ayant 4 atomes de carbone à partir des acides gras neutre. Le but de l'estérification est la dissolution des acides gras (AG), et la préparation à la GC/MS.

Mode opératoire

- Peser 1g de l'échantillon dans un tube à essais, puis ajouter 10 ml de l'heptane.
- Verser dans le tube à vis 0.5 ml de la solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (voir annexe III), puis boucher et agiter pendant 20sec.
- Agiter, laisser décanter puis recueillir la couche supérieure qui contient les esters méthyliques.(voir figure 12)

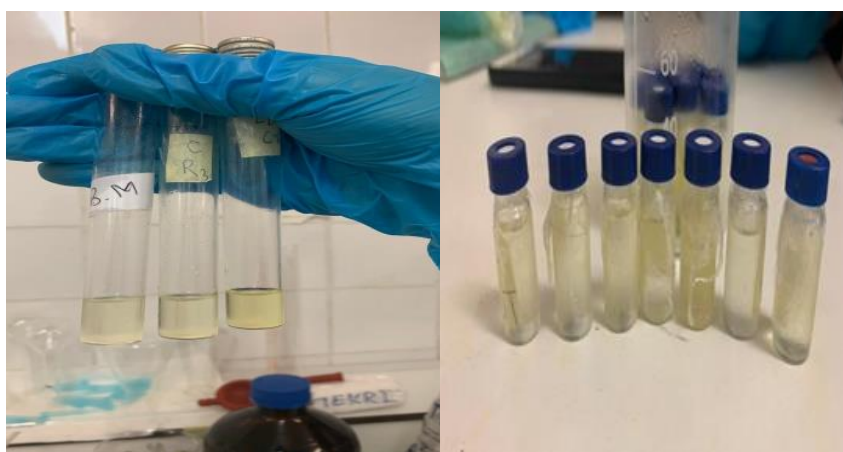


Figure n°12 : L'estérification de la matière grasse du lait (Originale).

Conditions chromatographiques en GC/MS

Le chromatographe utilisé est un GC "HewlettPackard.Co ; model 6890" SM (HewlettPackard.Co ; model 5973), équipé d'une colonne capillaire de type Restek Co ; Stabilwax-DA, d'une longueur de 60 m, d'un diamètre de 0,32 mm, et d'une épaisseur de 0,25 µm. Le gaz vecteur est de l'hélium avec un débit de 1mL/min. La détection est assurée par un Détecteur à ionisation de flamme (FID). Le logiciel utilisé pour l'intégration des pics est Chemstation. (Annexe IV)

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GC/MS

Introduction

L'analyse chimique de référence pour déterminer la composition en acides gras (AG) repose sur L'emploi de la chromatographie en phase gazeuse (GC) qui a été découverte par Archer John Porter MARTIN et Richard Laurence Millington SYNG, Cette technique d'analyse nous permet d'individualiser et de doser les acides gras après estérification complète de l'extrait lipidique qui permet la transformation des composés en produits plus volatils. (Synge R.L.M, 1941)

La chromatographie en phase gazeuse est une technique analytique séparative utilisée pour la caractérisation et l'identification des composés organiques volatils et semi-volatils.

Principe de fonctionnement

L'échantillon (un liquide volatile) est d'abord introduit en tête de colonne par l'injecteur. L'injecteur est traversé par le gaz porteur et porté à une température appropriée à la volatilité de l'échantillon. Une fois rendus volatiles, les différents composés de l'échantillon vont être emportés par le gaz vecteur à travers la colonne et se séparer les uns des autres en fonction de leur affinité avec la phase stationnaire qui va provoquer un phénomène de rétention chromatographique avec les différents composés.

Plus le composé a d'affinité avec la phase stationnaire, plus il mettra de temps à sortir de la colonne. La grandeur expérimentale brute est appelée temps de rétention. C'est le temps qui s'écoule entre l'injection de l'échantillon et l'apparition du signal maximum du soluté au détecteur. Pour favoriser le transport de tous les composés à travers la colonne, il faut déterminer la bonne température du four. En général, la température doit être supérieure à la température d'ébullition des composés. (Francis Aurousseau, 2009)

A la sortie de la colonne, les composés rencontrent un élément essentiel qui est appelé détecteur. Il évalue en continu la quantité de chacun des constituants séparés au sein du gaz

vecteur grâce à la mesure de différentes propriétés physiques du mélange gazeux. Le détecteur envoie un signal électronique vers un enregistreur qui dessinera les courbes de chaque pic en fonction de leur intensité.

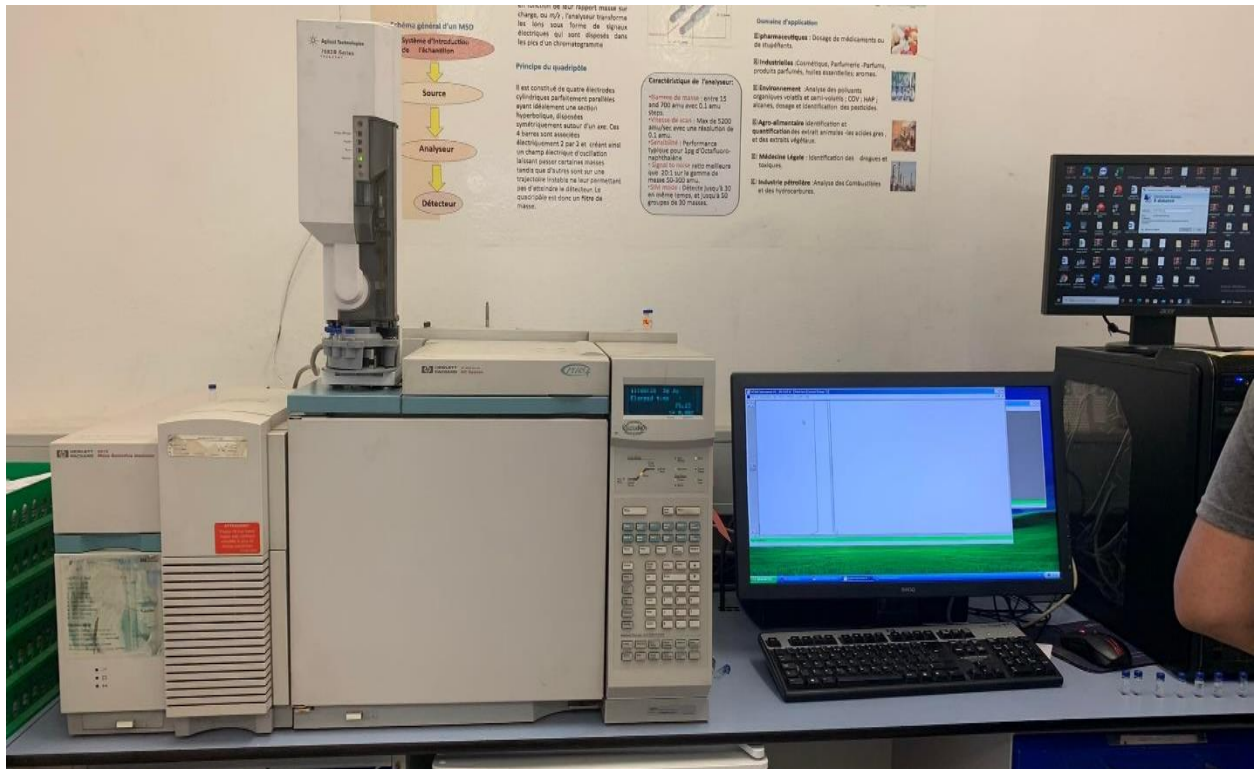


Figure n°13 : Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse (Originale).

Principaux modules d'un chromatographe

a) Injecteurs

L'injecteur est la porte d'entrée de l'échantillon dans le chromatographe. C'est un dispositif permettant la vaporisation de l'échantillon (solide, liquide ou gazeux) et sa dispersion au sein du gaz vecteur. Les caractéristiques des injecteurs, ainsi que les modes d'injection, diffèrent suivant les types de colonnes auxquels ils sont réunis. La qualité de séparation dépend de cette phase d'analyse. Cette opération est faite à l'aide d'une micro seringue. **(Francis Rouessac et al., 2004)**

b) Colonne

Il existe deux types de colonnes :

- Colonnes remplies :

Elles sont appelées aussi « colonnes classiques » ou « colonnes à remplissage », elles contiennent un matériel granulé procurant une grande surface de contact avec la phase mobile.

➤ Colonnes capillaires :

Appelées aussi « colonne de Golay » ; du nom de leur inventeur, elles offrent les moyens de séparation les plus efficaces ou les plus rapides. Elles sont en quartz fondu (silice très pure) et entourées d'une gaine de polymère souple, ce qui leur confère une grande résistance à la torsion. Leurs longueurs se situent entre 10 et 100m et leurs diamètres sont compris entre 0.10 et 0.70 mm (**Jean Tranchant, 1982**)

c) Four

Les colonnes sont placées dans des enceintes chauffées appelées four dont la température peut- être régulée et qui est également équipé d'un système de refroidissement rapide. (**Francis Aurousseau, 2009**).

d) Gaz vecteur

Le choix du gaz vecteur est conditionné par l'efficacité de la séparation et la sensibilité du détecteur. Le gaz vecteur qui est la phase mobile peut être de l'hélium, de l'azote, de l'hydrogène, ou de l'argon : son choix dépend de facteurs tels que : la disponibilité, la pureté, la consommation et le type de détecteur utilisé. (**J.Mendham et al., 2006**)

Ce gaz doit être exempt de traces d'hydrocarbures, de vapeurs d'eau et de dioxygène qui se comporte comme des impuretés préjudiciables pour certaines phases stationnaires polaires et qui réduisent la sensibilité des détecteurs. (**Francis Rouessac et al., 2004**)

e) Détecteurs

Différents types de détecteurs peuvent être utilisés : le spectromètre infrarouge, le spectromètre de masse et le détecteur à ionisation de flamme qui détectent presque tout le type d'analytes. Le spectromètre de masse tend aujourd'hui à supplanter tous les autres car il est le seul à fournir des informations structurales sur les composés séparés par chromatographie (**Bouchonnet, 2006**).

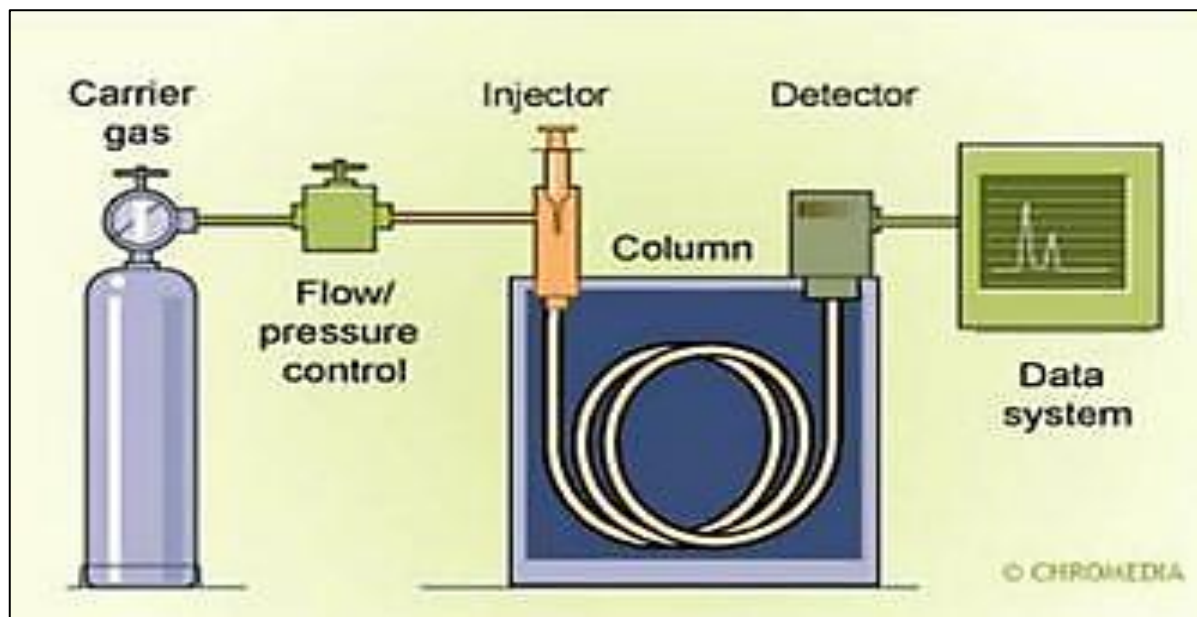


Figure n°14 : Principe de fonctionnement d'un chromatographe en phase gazeuse (Tidjani B, 2016).

Couplage avec la spectrométrie de masse (GC-MS)

La spectrométrie de masse (SM) est une méthode d'analyse destructive donnant accès à des informations utiles sur les molécules d'un échantillon. Elle permet de déterminer la masse moléculaire d'une substance et/ou d'obtenir des données structurales. Grâce à la SM, l'identification et la quantification des analyses peuvent être obtenus. Cette technique mesure les rapports masse/charge (m/z) de molécules ou de fragments de molécules ionisés à l'état gazeux. Le spectromètre de masse doit assurer les opérations suivantes : 1) vaporiser ; 2) Ioniser ; 3) Mesurer les rapports m/z . Classiquement, le spectromètre de masse est constitué de 3 parties principales :

- La source d'ionisation, son rôle est de faire passer les molécules en phase gazeuse et de les ioniser.
- L'analyseur, qui sépare les ions en fonction de leur rapport m/z .
- Le détecteur qui est couplé à un système informatique assure le traitement des données et l'élaboration des spectres de masse. (Naira P.V, 2015).

VI. Etude de l'effet des traitements thermiques sur la teneur en sels minéraux

VI.1. Dosage des sels minéraux par la Spectrométrie d'absorption atomique SAA

1. Préparation des échantillons

- Dans des capsules en porcelaine, peser 5ml de lait ;
- Placer les capsules dans un four à moufle réglé à 550 ± 15 °C pendant 5 heures jusqu'à obtention d'une couleur grise claire ou blanchâtre ; (Figure 15)
- Retirer les capsules du four et les mettre à refroidir dans le dessiccateur.

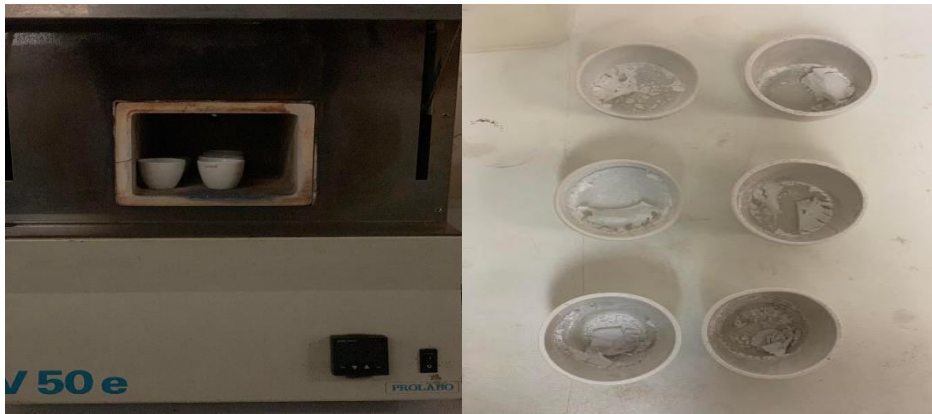


Figure n°15 : Extraction de la matière minérale du lait par calcination (Originale).

Pour la digestion nous avons utilisé des conteneurs de chambre en téflon doublés avec récipient en Polytétrafluoroéthylène (PTFE). Le protocole adopté pour cette analyse est inspiré de celui de **Souza et al, (2018)**, avec quelques modifications.

- Aux cendres du lait, ajouter 2ml d'acide nitrique HNO₃ à 65% ;
- Ajouter 1ml de peroxyde d'hydrogène H₂O₂ à 30% ;
- Ajouter 1ml de H₂O ;
- Placer les chambres de digestion dans l'étuve à 110°C pendant 2h (Figure A.16)
- Après digestion, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, puis compléter à 100 ml avec de l'eau ultra pure. (Figure B.16)

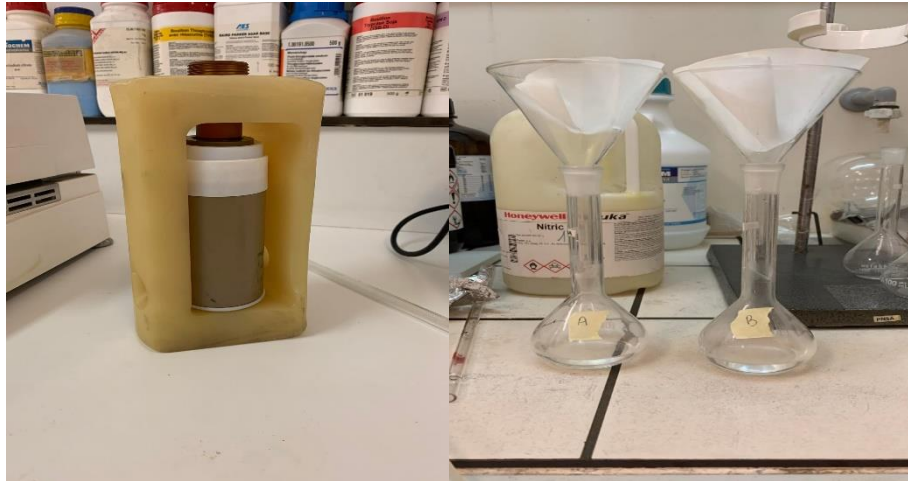


Figure n°16 : Dosage et récupération des sels minéraux du lait (Originale).

Les solutions sont ensuite analysées à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique de type Agilent 240 FS/240 ZAA. Les éléments analysés sont le : Ca, K, Mg, Na et le Fe.

2. Spectrométrie d'absorption atomique

Introduction

Il s'agit d'une méthode pour la détermination des sels minéraux dans les produits alimentaires. L'échantillon est minéralisé par une digestion sous pression avec de l'acide nitrique.

Principe

L'absorption atomique est un processus qui se produit lorsqu'un atome quitte son état fondamental vers un état excité par l'absorption d'une énergie, sous la forme d'un rayonnement électromagnétique, qui correspond à une longueur d'onde spécifique. Le spectre d'absorption atomique d'un élément est constitué d'une série de raies de résonance, tous originaires de l'état électronique fondamentale et finissent dans différents états excités. **(Pradyt, 2004)**



Figure n°17 : Spectromètre d'absorption atomique (Originale).

Appareillage

Les instruments de base pour la spectrométrie d'absorption atomique comportent quatre (4) parties principales :

a) Lampe à cathode creuse

La cathode possède une forme cylindrique creuse, fermée sur un côté. La lampe est scellée et contient un gaz rare (Argon ou Néon) à une pression de quelques mbar. Pour une intensité électrique de 10 mA (à environ 500 V) on a : Une émission d'électrons hautement énergétiques à la cathode qui provoque une ionisation du gaz de remplissage (Argon ou Néon), les cations formé bombarderont ensuite la cathode ce qui provoquera éjection d'un atome de métal excité, le retour à l'état fondamental de ce dernier s'accompagnera d'une émission d'énergie sous forme d'une radiation spécifique. (Brokaert J, 2005).

b) La flamme

Quand on utilise la flamme, on nébulise la solution grâce à un capillaire et un venturi qui fournit un fin aérosol de la solution (gouttelettes de quelques microns de diamètre), entraîné dans la flamme par les gaz qui l'alimentent. Il faut noter que seulement quelques pour-cent de la solution se retrouvent dans la flamme et qu'après des phénomènes complexes de vaporisation, dissociation, recombinaison, on obtient une proportion plus ou moins forte d'atomes libres susceptibles d'absorber le rayonnement. C'est pour cela que l'on est obligé de préparer des étalons ayant composition aussi voisine que possible que celle des échantillons afin de maîtriser au mieux les phénomènes physico-chimiques (nébulisation, vaporisation, réactions chimiques)

qui interviennent dans l'obtention des atomes libres à l'état fondamental (**Belhadj H et Nouali S, 2017**)

➤ **Atomisation par nébulisation dans une flamme**

Un ensemble mécanique robuste, appelé brûleur, alimenté par un mélange gazeux combustible/comburant, produit une flamme dont la base s'inscrit dans un rectangle de 10 cm de longueur et de 1 mm de largeur. L'axe optique de l'appareil est aligné dans sa plus grande dimension avec la flamme L'échantillon mis en solution aqueuse est aspiré et nébulisé dans ce mélange gazeux (**Francis Rouessac, 2004**).

c) Monochromateur

Le rôle du monochromateur consiste à éliminer toute la lumière, quelle que soit son origine, ayant une longueur d'onde différente de celle à laquelle on travaille (**Bendada K, 2011**).

d) Le détecteur

Dans les méthodes physiques d'analyse, l'appareil utilisé fournit un résultat qui sera le plus souvent un signal électrique représentatif de la grandeur à mesurer : le détecteur est donc un "transformateur" qui fournit un courant ou une tension à partir d'une caractéristique physico-chimique. En spectrophotométrie d'absorption, la grandeur physique observée est le flux lumineux reçu par un détecteur de photons. (**Bendada K, 2011**).

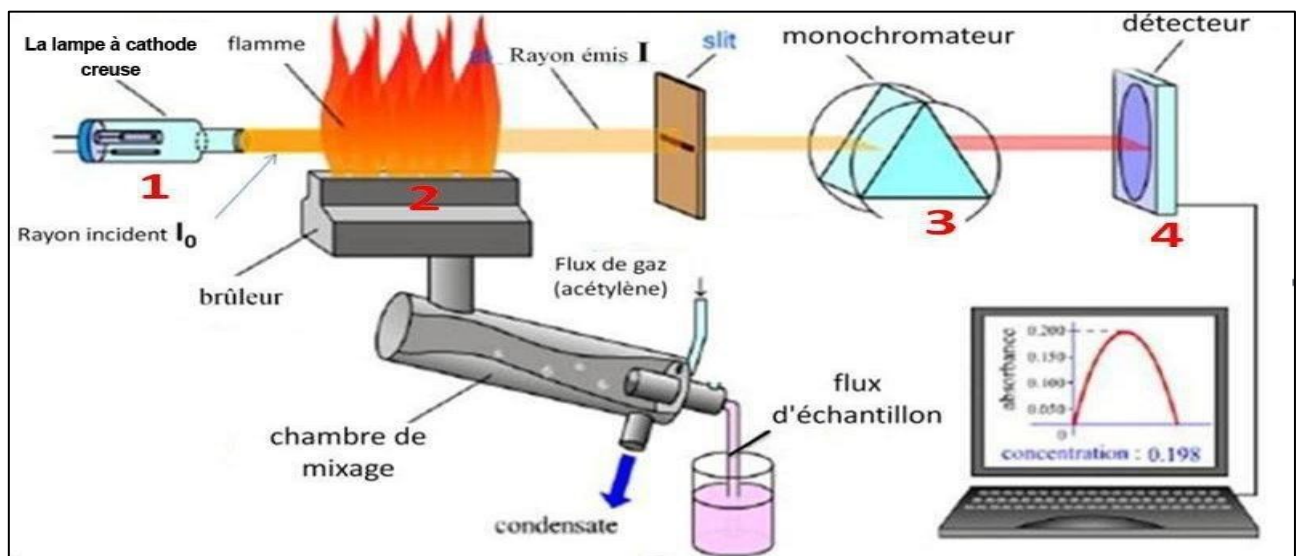


Figure n°18 : dispositif expérimental d'absorption atomique (**Bilak R, 2017**).

VII. Analyses statistiques

Pour comparer l'effet des différents traitements thermiques sur les échantillons de laits utilisés on a eu recours au test ANOVA sur Excel 2016 ($p \leq 0,05$). Toutes les analyses sont faites en triplicata pour chaque échantillon et les valeurs représentées sur les tableaux et les Histogrammes sont les moyennes des résultats obtenus pour chaque échantillon déjà décrits \pm l'erreur standard.

Résultats et Discussion

I. Effet des traitements thermiques sur les paramètres physicochimiques du lait

1. Le pH

Les résultats des moyennes de la mesure du pH des différents échantillons après les différents traitements thermiques sont représentés sur les figures 19 et 20.

L'analyse statistique des résultats indique une différence significative ($p \leq 0.05$) entre les valeurs du pH des deux types de lait pasteurisé et UHT, ces résultats montrent que les traitements thermiques ont une influence significative sur le pH des laits analysés, cette influence varie selon le type de traitement thermique appliqué et du lait analysé. Le pH du lait pasteurisé est affecté d'une manière hautement significative ($p \leq 0.05$) que celui du lait UHT.

Les valeurs du pH du lait pasteurisé à l'état frais sont comprises entre $6,57 \pm 0,01$ et $6,59 \pm 0,01$, ces valeurs ont diminuée d'une manière hautement significative après la réfrigération suivie par la congélation et l'ébullition. Le chauffage au micro-onde a affecté les valeurs du pH d'une manière moins significative. De même, les valeurs du pH du lait UHT ont diminué d'une manière moins significative après le chauffage courant, le chauffage au micro-onde et la réfrigération.

Ces changements des valeurs de pH peuvent être expliqués par certaines modifications physico-chimiques entraînés par la chaleur en raison de trois réactions : l'oxydation thermique du lactose en acides organiques (50% de l'abaissement du pH), l'hydrolyse du phosphate organique (phosphosérines) (30 %), et enfin la précipitation du phosphate de calcium tricalcique et le relâchement concomitant d'ions H^+ (20 %) (**Singh, 2004 ; Erdam et Yuksel, 2005 ; Walstra et al.,2006**).

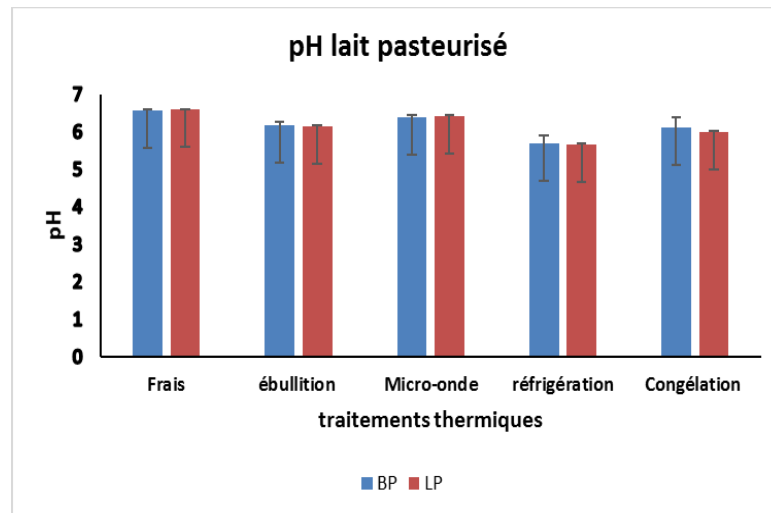


Figure n°19 : Effet des traitements thermiques sur le pH du lait pasteurisé.

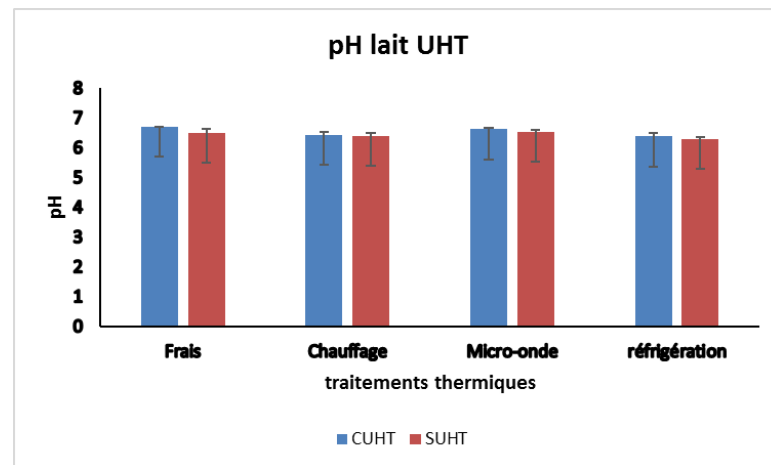


Figure n°20 : Effet des traitements thermiques sur le pH du lait UHT.

2. L'acidité

Les résultats de la mesure de l'acidité des échantillons du lait analysé sont illustrés sur les figures 21 et 22.

Les résultats ont révélé que les traitements appliqués aux laits augmentent de manière significative ($p \leq 0.05$) l'acidité titrable du lait. Le lait pasteurisé est plus affecté par les traitements thermiques que le lait UHT.

La réfrigération et la congélation ont augmenté d'une manière hautement significative ($p \leq 0.05$) l'acidité du lait pasteurisé. Par ailleurs l'acidification du lait UHT après la réfrigération est moins significative. Cette augmentation remarquable de l'acidité après la réfrigération peut être interprétée par le déclenchement de la multiplication des bactéries psychrophiles après avoir passé une phase de latence au cours des premiers jours, entraînant une production considérable de l'acide lactique. L'acidification faible du lait UHT par rapport à celle des laits pasteurisés,

peut être expliquée par l'activité microbienne du lait pasteurisé qui est supérieure à celle du lait stérilisé où tous les micro-organismes sont détruits.

L'acidification du lait stérilisé est due principalement de la flore de contamination après l'ouverture de l'emballage. Alors que l'acidification des laits pasteurisés provient principalement de l'activité des bactéries psychotropes qui commencent leur développement à partir de 3^{ème} jour (la phase exponentielle) après avoir passé une phase de latence (1^{er} au 3^{ème} jour). (Erdam et Yuksel, 2005).

Le chauffage au micro-onde affecte d'une manière moins significative l'acidité des échantillons du lait analysé.

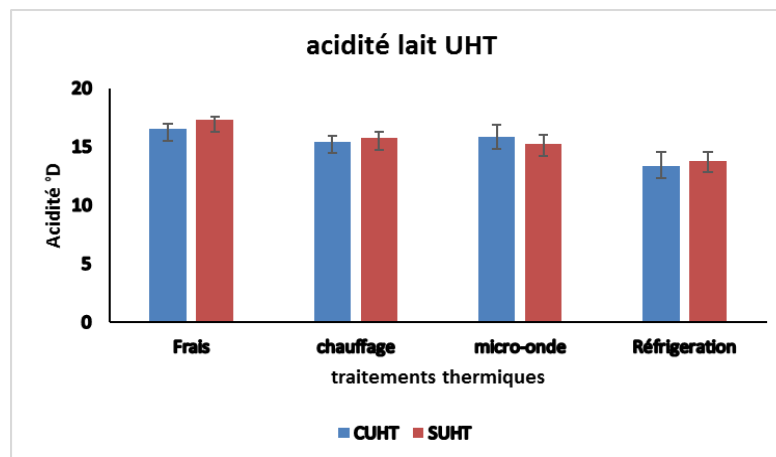


Figure n°21 : Effet des traitements thermiques sur l'acidité titrable du lait UHT.

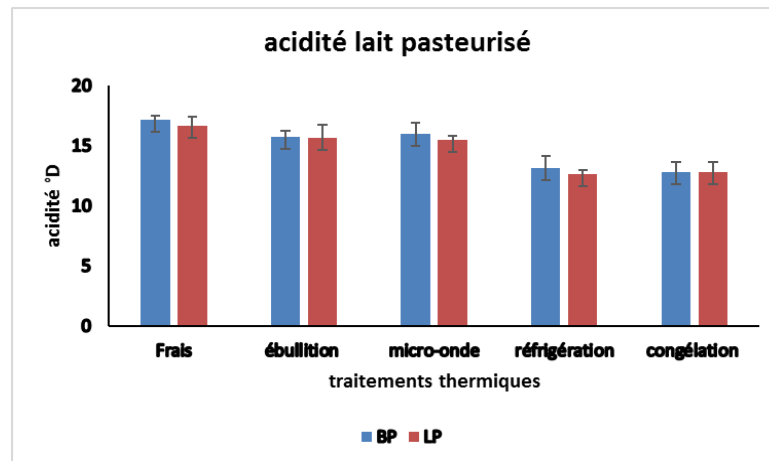


Figure n°22 : Effet des traitements thermiques sur l'acidité titrable du lait pasteurisé.

1. La densité

Les moyennes des valeurs de la densité des échantillons du lait analysés sont représentées sur les figures 23 et 24.

L'analyse statistique a montré que la réfrigération et l'ébullition augmentent de manière significative ($P \leq 0,05$) la densité des échantillons de lait, l'augmentation de la densité du lait UHT est moins significative par rapport à celle du lait pasteurisé après réfrigération. Cette augmentation après la réfrigération peut être expliquée par le début de la fermentation du lait par les bactéries lactiques pour la formation du caillé du lait. Cependant l'augmentation de la densité du lait pasteurisé analysés après l'ébullition peut être due à l'évaporation de l'eau au cours du processus de traitement thermique. Cela entraîne une augmentation du contenu total en solides dans les échantillons traités et, à son tour, une augmentation de la densité des échantillons de lait traité (Sharma, 2006 ; Nangraj, 2011).

Le chauffage courant et le chauffage au micro-onde n'ont pas d'effet sur la densité du lait ($p \geq 0,05$).

Les résultats ont aussi montré que la congélation a significativement ($P \leq 0,05$) diminué la densité du lait pasteurisé congelé, cette diminution est peut-être due au phénomène d'exsudation lors de la décongélation des échantillons du lait, ce qui entraîne la libération de l'eau après déchirement des cellules et des tissus.

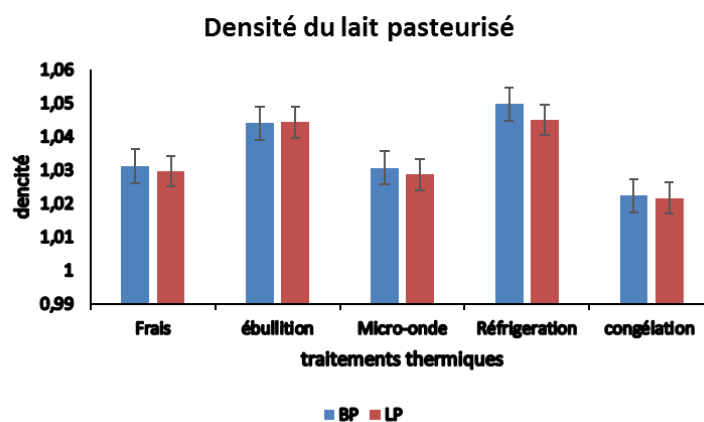


Figure n°23 : Effet des traitements thermiques sur la densité du lait pasteurisé.

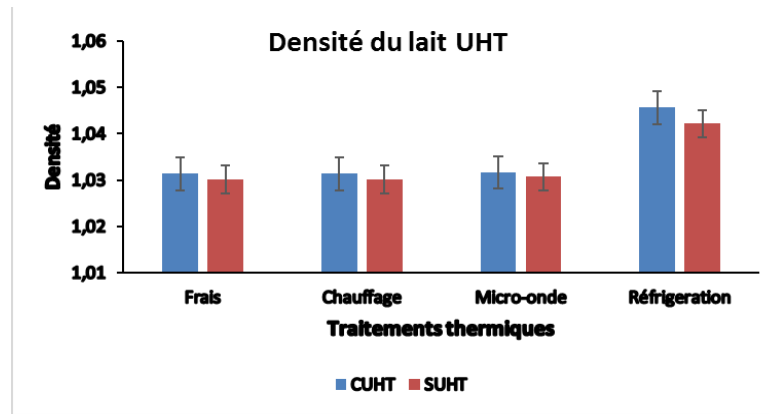


Figure n°24 : Effet des traitements thermiques sur la densité du lait UHT.

2. L'extrait sec total

L'analyse statistique des valeurs de l'extrait sec total (EST) du lait traité thermiquement et frais ; représentées sur les figures 25 et 26 ; a montré que la teneur moyenne en EST a significativement ($P \leq 0,05$) augmenté après l'ébullition et la réfrigération. Cette augmentation après la réfrigération peut être expliquée par la formation du caillé par les bactéries lactiques après le déclenchement de la fermentation du lait.

Hussain (2011) a constaté que le chauffage des échantillons de lait écrémé entraînait une augmentation de la teneur en cendres. Selon **Nangraj (2011)** l'augmentation de la température provoque l'évaporation d'une partie de l'humidité, ce qui entraîne une diminution de la teneur en eau du lait traité par rapport au lait frais.

L'augmentation de l'EST de tous les échantillons du lait analysé après chauffage au micro-onde et le chauffage courant n'est pas significative, cela peut être due à la diminution de l'intensité et de la durée du chauffage.

La congélation a significativement ($P \leq 0,05$) diminué l'EST du lait pasteurisé analysé. La diminution de l'EST peut être expliquée par une lipolyse et une protéolyse provoquées par les enzymes et les bactéries psychrophiles qui sont résistantes aux températures de pasteurisation et de stérilisation (**Deeth et Fitz-Gerald, 2006**). La protéolyse conduit à la formation d'acides aminés libres puis de produits de leur décarboxylation ou de leur désamination .

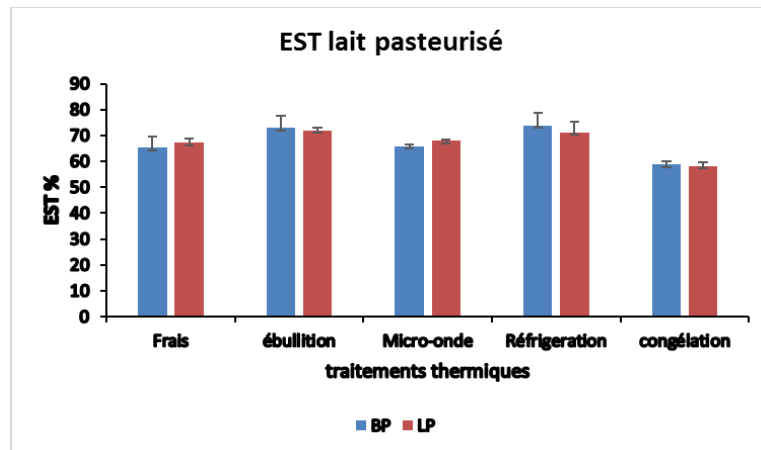


Figure n°25 : Effet des traitements thermiques sur l’EST du lait pasteurisé.

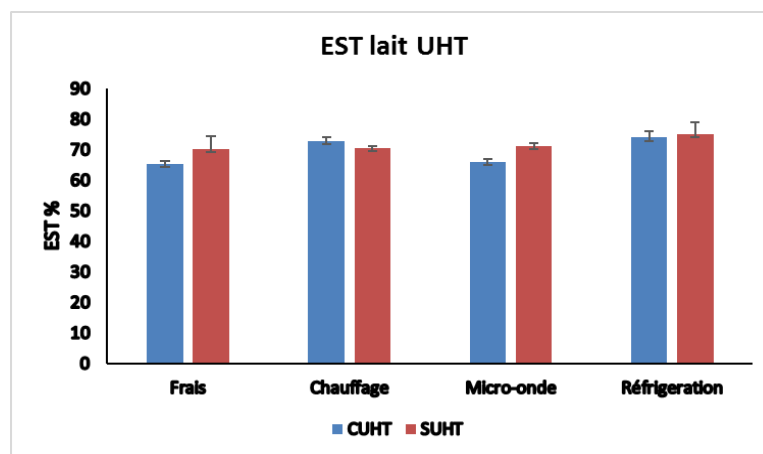


Figure n°26 : Effet des traitements thermiques sur l’EST du lait UHT.

II. Effet des traitements thermiques sur les lipides

Les lipides, principale source d'énergie du lait de vache, sont à l'origine de diverses propriétés physiques, organoleptiques et technologiques (Lopez et al., 2005). Ils possèdent également des propriétés anti-inflammatoires contre les maladies chroniques, telles que les maladies cardiovasculaires, le cancer et l'obésité (Lordan et Zabetakis, 2017), notamment les acides gras insaturés (AGI) tels que l'acide oléique (Benito et al., 2006) et les Oméga 3 (Benito et al., 2006 ; Brick et al., 2016). Ainsi, l'examen des propriétés thermiques des lipides du lait est d'une importance particulière en ce qui concerne la valeur nutritionnelle et fonctionnelle, et pour des applications technologiques dans l'industrie laitière (Lopez et al., 2006).

Cependant, peu d'études ont examiné les effets du traitement thermique sur les lipides du lait, en particulier les triglycérides (TG), qui représentent environ 98 % du contenu total en lipides (matières grasses) (Amara-Dali et al., 2007). Une explication possible de ce manque d'études est que les méthodes d'analyse disponibles ne permettent pas d'identifier facilement les

TG dans le lait. L'analyse des lipides du lait est basée sur le profilage des AG libres (AGL), qui ne permet pas d'identifier les AGL sous forme de TG (Sokol et al., 2015). Dans notre étude, les lipides des échantillons du lait après les différents traitements thermiques ont été extraits par la méthode Rose-Gottlieb ; ensuite nous avons optimisé une méthode de quantification des triglycérides par RMN, en dernier lieu l'étude du profil en AG est réalisée par GC-MS.

1. Quantification des triglycérides et profil en acides gras libres

Le pourcentage en triglycérides dans les échantillons de lait après les différents traitements thermiques est calculé en se basant sur le spectre de résonance magnétique nucléaire (RMN) obtenue pour chaque échantillon (Figure 27).

Les concentrations des TG sont significativement plus faibles dans les échantillons du lait UHT que dans les échantillons du lait pasteurisé ($P \leq 0,05$). Les concentrations de TG ont diminué d'environ 41% en moyenne après la réfrigération du lait UHT (figure 28) ; et de 38%, 30% et 22% après la réfrigération, la congélation et l'ébullition du lait pasteurisé respectivement (figure 29).

Cependant, aucune différence significative dans les concentrations de TG n'a été observée dans les échantillons du lait UHT et pasteurisé après le chauffage courant et le chauffage par micro-onde. Ces données suggèrent que les TG ont subi une lipolyse et que le degré de lipolyse était plus intense dans le lait UHT que dans le lait pasteurisé. Ces résultats sont cohérents avec une étude dans laquelle les TG étaient le principal constituant éliminé pendant le traitement UHT causé par la lipolyse (Liu et al., 2018).

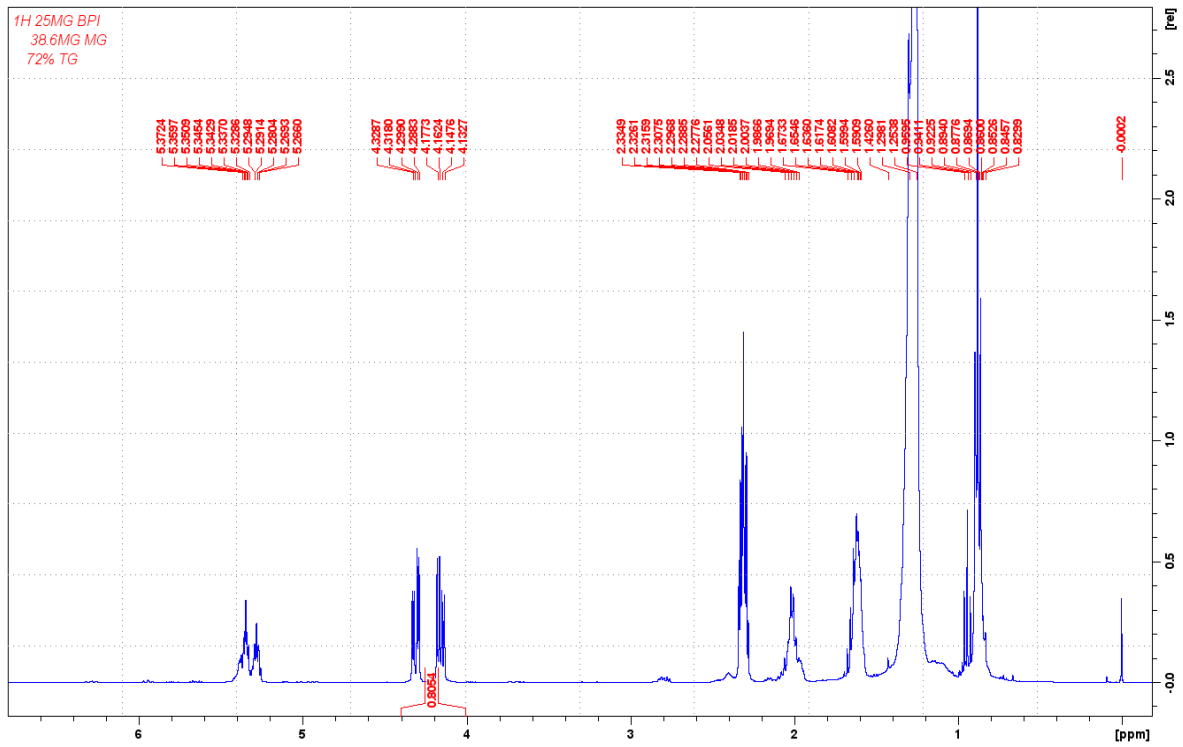


Figure n°27 : Spectre de résonance magnétique nucléaire (RMN) des triglycérides dans échantillon de lait UHT frais.

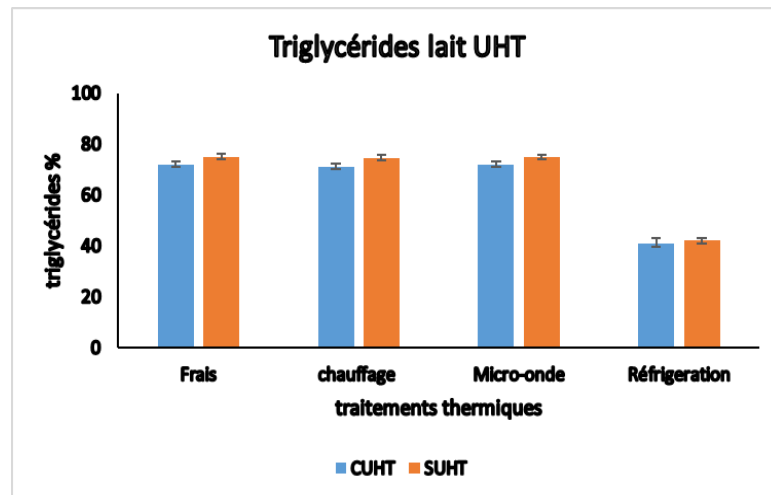


Figure n°28 : Composition en triglycérides (%) des échantillons du lait UHT après les différents traitements thermiques.

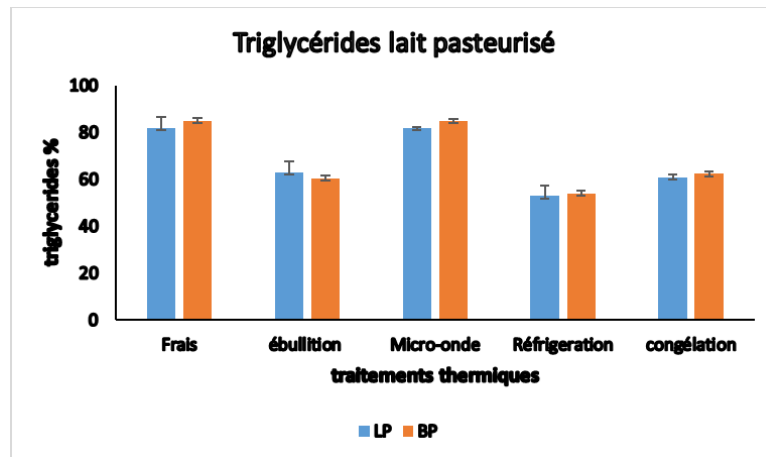


Figure n°29 : Composition en triglycérides (%) des échantillons du lait UHT après les différents traitements thermiques.

L'étendue de la lipolyse dans le lait peut être évaluée en mesurant la teneur en acides gras (AG) (**Pereda et al., 2008**). La composition en acides gras des différents échantillons après les différents traitements thermiques est représentée sur le tableau 07, le chromatogramme d'un échantillon de lait est représenté sur la figure 30.

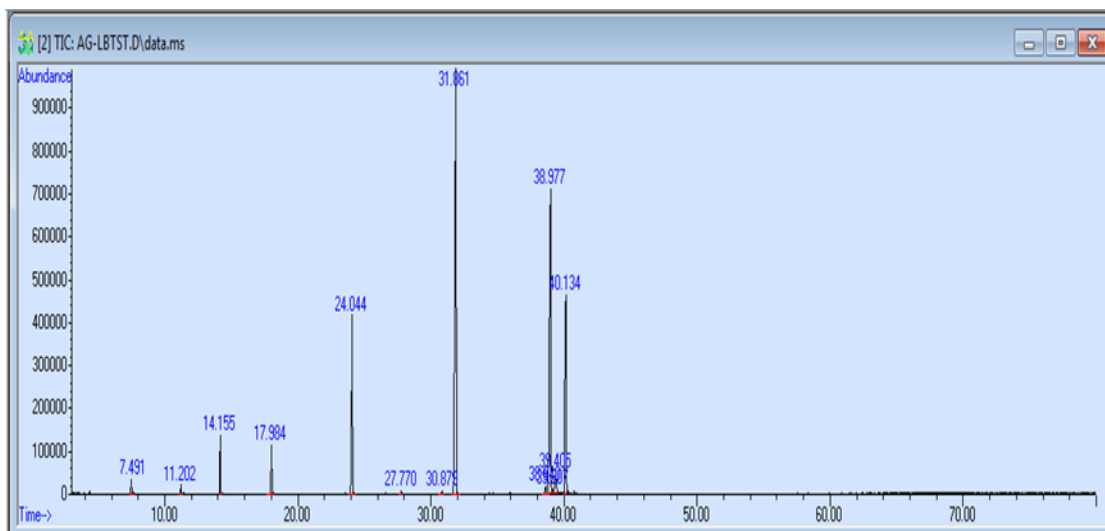


Figure n°30 : Chromatogramme des acides gras d'un échantillon de lait pasteurisé à l'état frais.

Tableau n°07 : Composition en acides gras (%) des échantillons du lait après les différents traitements thermiques.

Acide gras %		Lait Pasteurisé					Lait UHT				P-value	
		Traitements										
Nom commun	formule	frais	ébullition	micro-onde	réfrigération	congélation	frais	chauffage	micro-onde	réfrigération		
Butyric	C40	0,35	0,45	0,34	0,52	0,48	0,53	0,49	0,31	0,65	<0,01	
Caproic	C6:0	0,55	0,65	0,52	0,71	0,68	0,49	0,41	0,42	0,58	<0,01	
Caprylic	C8:0	0,46	0,35	0,44	0,45	0,42	0,32	0,35	0,34	0,32	0,3	
Capric	C10:0	2,42	2,39	2,37	2,4	2,41	2,27	2,05	2,01	2,11	0,18	
Lauric	C12 :0	3,34	3,29	3,32	3,42	3,4	3,38	3,29	3,68	3,83	<0,04	
Myristic	C14:0	9,52	10,05	9,56	10,56	10,38	10,52	10,45	10,56	11,79	<0,01	
	C14:1	0,87	1,18	0,5	1,32	1,25	0,87	0,78	0,85	1,01	<0,01	
Palmitic	C16:0	33,11	34,04	33,25	34,33	34,32	35,46	35,44	35,73	36,49	<0,01	
Palmitoleic	C16:1	0,61	0,62	0,68	0,59	0,64	0,41	0,42	0,48	0,5	0,5	
Stearic	C18:0	13,56	15,02	14,68	15,59	15,34	14,05	14,86	15,22	15,59	<0,01	
Oleic	C18:1n9c	21,71	23,55	21,78	23,9	23,69	22,32	22,4	22,6	23,2	<0,01	
elaidic	C18:1n9t	3,12	3,53	3,1	3,89	3,55	4,04	4,03	4,22	4,96	<0,01	
Linolelaidic	C18:2n6t	1,06	1,44	1,09	2,05	1,99	1,36	1,44	1,39	1,96	<0,03	
Linoleic	C18 :2n6c	0,33	0,42	0,23	0,55	0,41	0,33	0,32	0,4	0,51	<0,05	

La concentration totale en AG dans le lait UHT (95.82 %) est significativement plus élevée que celle du lait pasteurisé (90.66%). La réfrigération, la congélation et l'ébullition ont augmenté d'une façon significative ($p \leq 0.05$) les concentrations en AG respectivement. Cependant, il n'y avait pas de différence significative dans la concentration d'AG dans les différents échantillons après le chauffage courant et le chauffage au micro-onde.

Ces données impliquent que le traitement thermique peut provoquer une lipolyse des TG, et que la lipolyse provoquée dans le lait UHT est plus profonde que dans le lait pasteurisé (**Deeth, 2006 ; Ray et al., 2013**).

La figure 31 montre la composition en AG à chaîne courte (C4:0-C8:0 ; AGCC), des AG à chaîne moyenne (C10:0-C14:0 ; AGCM) et des AG à chaîne longue (C16:0-C18:2 ; AGCL) des échantillons du lait pasteurisé (BP et LP) et stérilisé (CUHT, SUHT) après les différents traitements thermiques. Les AGCC représentent environ 1.5 % de la teneur totale en AG dans tous les échantillons de lait, tandis que les AGCM et AGCL en représentent respectivement 20.5 et 78 %. Comme on peut le voir dans le tableau 07, l'acide myristique (C14:0) était le principal AG dans le groupe AGCC, tandis que les acides palmitique (C16:0), stéarique (C18:0) et oléique (C18:1) sont les principaux AG dans le groupe AGCL et également les principaux AG dans les échantillons de lait. Ceci est conforme à la composition des AG détectés dans le lait pasteurisé par **De Jong et Badings (1990)**.

L'augmentation relative de la concentration de AGCC pendant La réfrigération, la congélation est l'ébullition peut s'expliquer par la spécificité de l'enzyme LPL à agir sur les liaisons esters primaires avec une certaine préférence pour les positions *sn*-1 et *sn*-3 des triglycérides (**Deeth, 2006**). En général, la position *sn*-3 est occupée par les AGCC. Les acides gras, en particulier les AGCC et les AGCM, ont un goût prononcé qui, à des concentrations élevées, est décrit comme rance, butyrique et astringent (**Duncan et Christen, 1991**). Les acides gras contribuent peu au développement de saveurs désagréables ; cependant, les acides gras insaturés tels que l'acide oléique C18:1 et l'acide linoléique C18:2 sont vulnérables à l'oxydation et à la production d'une saveur métallique.

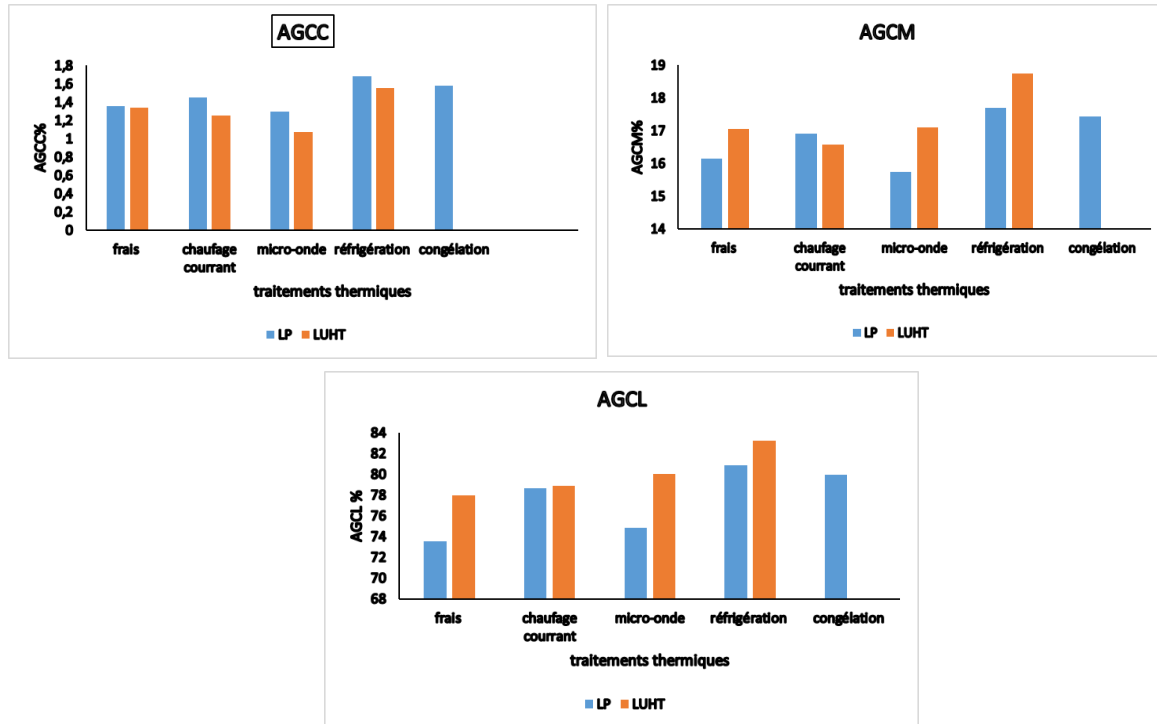


Figure n°31 : Composition en AGCC : acides gras chaînes courtes, AGCM ; acides gras chaînes moyennes et AGCL : acides gras chaînes longues ; du lait pasteurisé LP et stérilisé UHT ; après les différents traitements thermiques.

Normalement, la lipolyse des TG en AG ne se produit pas car la membrane des globules gras du lait protège les globules gras de l'hydrolyse par la lipoprotéine lipase LPL (Deeth, 2006). La LPL est sécrétée par les bactéries psychrotrophes, et représente la majeure partie de l'activité lipolytique du lait de vache, et elle est résistante à la pasteurisation et au traitement UHT (Evers, 2004 ; Deeth, 2006 ; Ray et al., 2013). Cependant, le traitement UHT peut provoquer la dénaturation et le dépôt de protéines sur les membranes (Dalglish, 1990 ; Corredig et Dalglish, 1996 ; Yang et al., 2018), qui ont un effet significatif sur les interactions entre les protéines du lactosérum (principalement β -LG), les globules gras et les membranes (Corredig et Dalglish, 1996 ; Lu et al., 2018).

Il est intéressant de noter qu'aucun effet significatif n'a été observé après le chauffage à 70°C et le chauffage au micro-onde, peut-être parce que la température et le temps n'étaient pas assez élevée pour perturber les membranes (Corredig et Dalglish, 1996). De plus, toute la lipolyse indésirable n'est pas causée par la LPL ; d'autres lipases extracellulaires résistantes à la chaleur ayant des caractéristiques différentes de celles de la LPL sont présentes pour la lipolyse (Sorhaug et Stepaniak, 1997 ; Deeth, 2006). A des températures plus élevées, la membrane subirait une plus grande perturbation et la surface de lipide exposée serait plus

grande (Deeth, 2006). La lipolyse des TG fournit une preuve indirecte de l'existence d'enzymes résistantes à la chaleur dans le lait. Ces résultats sont cohérents avec les études précédentes dans lesquelles la diminution des TG et l'augmentation des AG dans le lait ont également été causées par la lipolyse initiée par la LPL (Deeth, 2006 ; Lu et al., 2018).

Les TG représentent une source d'énergie, et certains composants ont une bioactivité spécifique nécessaire à la santé humaine (Vinet et Zhe-danov, 2011). La lipolyse des TG génère des AG, qui contribuent aux défauts de goût (rancissement, astringence ou amertume) et altèrent la fonctionnalité du lait (Deeth, 2006 ; Ray et al., 2013). Les AG sont plus sensibles à l'oxydation que les TG (Aubourg, 2001), en particulier les AG qui comportent des chaînes courtes ou moyennes (C4:0-C12:0). Nos résultats sont cohérents avec une étude montrant que la teneur en AG du lait était augmentée après un traitement UHT en raison de l'augmentation de la lipolyse et de l'oxydation des TG (Pereda et al., 2008). Nos résultats indiquent que l'ébullition, la réfrigération et la congélation pourrait avoir un effet négatif sur le goût et la qualité nutritionnelle et la bioactivité des lipides du lait, entraînant une perte d'effets positifs sur la santé humaine. Par conséquent, chauffage au micro-onde représente une alternative plus sûre et plus saine pour les consommateurs qui boivent habituellement du lait UHT (Claeys et al., 2013, 2014).

III. Effet des traitements thermiques sur les sels minéraux du lait

Les éléments minéraux analysés dans les échantillons sont : Na, K, Mg, Ca, Fe.

Les résultats obtenus sont illustrés dans les figures (32, 33, 34, 35, 36).

Selon les résultats obtenus, nous remarquons un changement de la teneur en minéraux dans les différents échantillons analysés. Ce changement varie selon le type et la durée des traitements appliqués.

La teneur en Ca (Figure 32) a significativement diminué de 44 à 45 % dans les échantillons du lait pasteurisé après ébullition. Cette diminution a été moins significative (11 à 15 %) dans les échantillons du lait UHT après un chauffage de 2 min à 70°C. La différence de la teneur en Ca des 4 échantillons après chauffage au micro-onde n'est pas significative ($p \geq 0.05$). Cependant la réfrigération et la congélation ont significativement ($p \leq 0.005$) augmenté les concentrations en Ca des 4 échantillons analysés. Dans le lait pasteurisé les concentrations en Ca ont augmenté de 14 à 18%, alors que dans les échantillons du lait UHT

les concentrations en Ca ont augmenté de 21 à 24%. La congélation des échantillons du lait pasteurisé a augmenté les concentrations en Ca de 28% dans le lait pasteurisé.

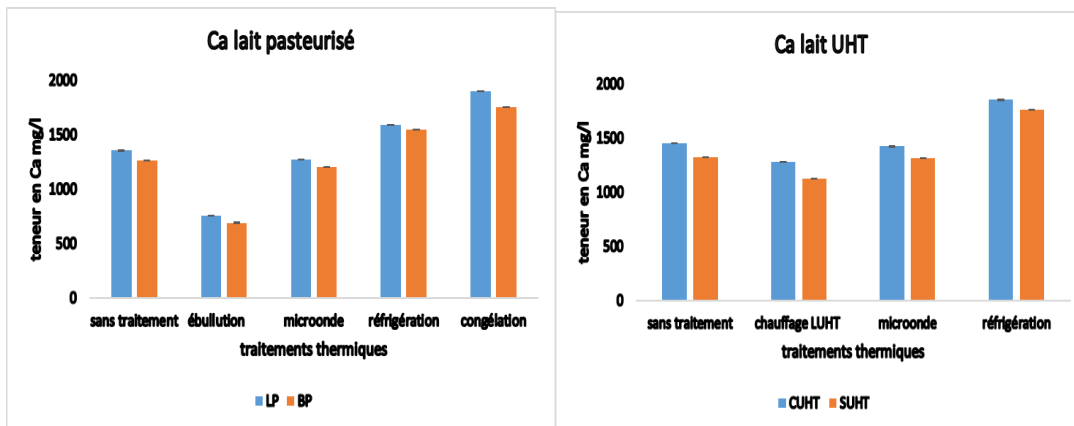


Figure n°32 : Teneur en Ca dans les différents échantillons de lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.

De même, les concentrations des autres minéraux (Figure 33, 34, 35) ont été affectés par les traitements thermiques mais d'une manière moins significative. Les concentrations en Mg, Na et K, ont diminué de 10, 15 et 14 % respectivement dans le lait pasteurisé après l'ébullition, et de 11, 14 et 10% respectivement dans le lait UHT après chauffage à 70°C.

Le chauffage au micro-onde n'a pas affecté les concentrations en Mg, Na et K dans les différents échantillons analysés.

La réfrigération et la congélation ont augmenté de manière significative Les concentrations en Mg, Na et K dans les différents échantillons analysés (Figure 33, 34, 35).

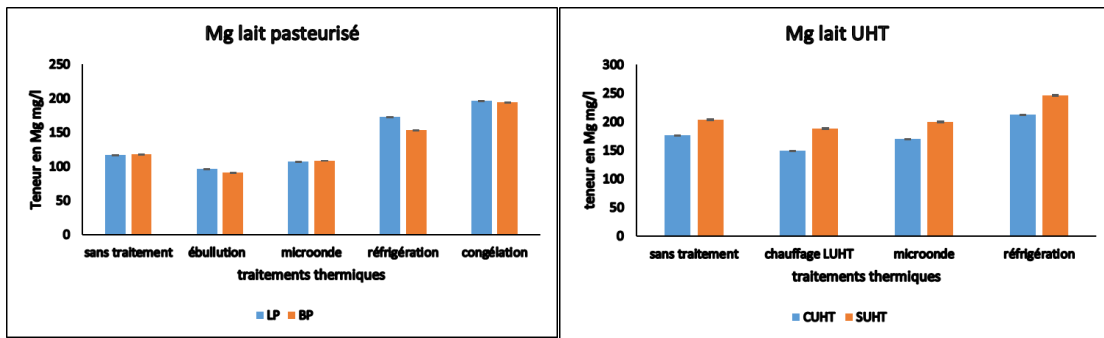


Figure n°33 : Teneur en Mg, dans les différents échantillons du lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.

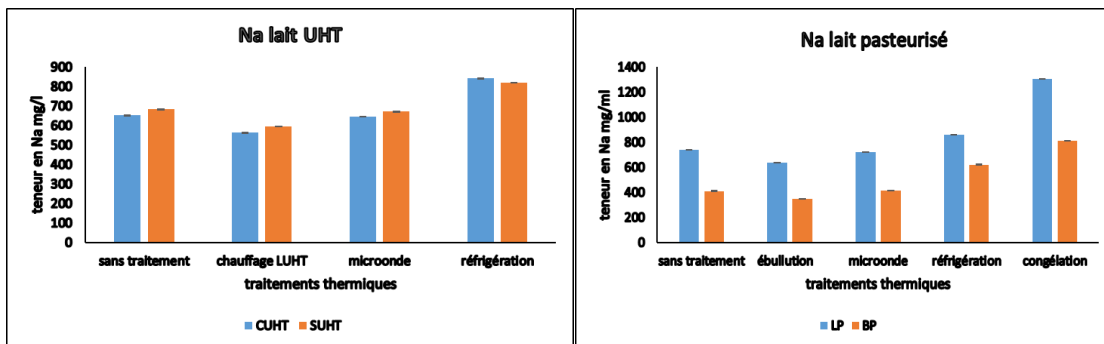


Figure n°34 : Teneur en Na dans les différents échantillons du lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.

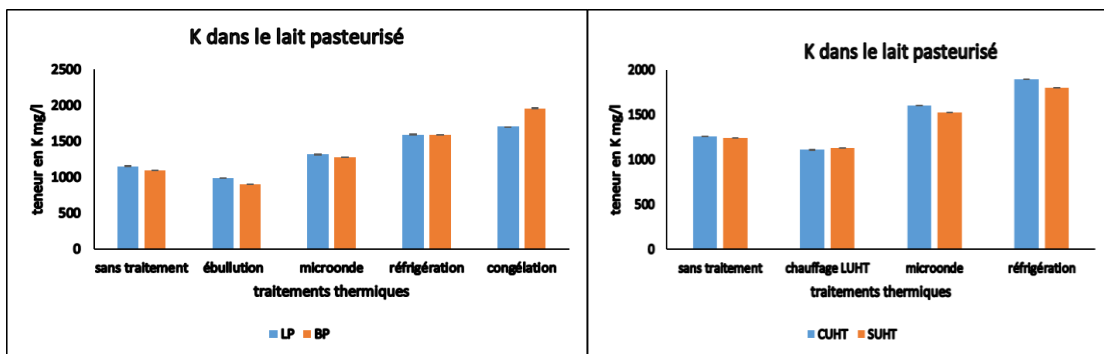


Figure n°35 : Teneur en K dans les différents échantillons du lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.

Les résultats du dosage du fer dans les différents échantillons ne montrent pas de différences significatives après les différents traitements thermiques et la réfrigération, cependant une augmentation significative a été observée après la congélation dans le lait pasteurisé (Figure 36).

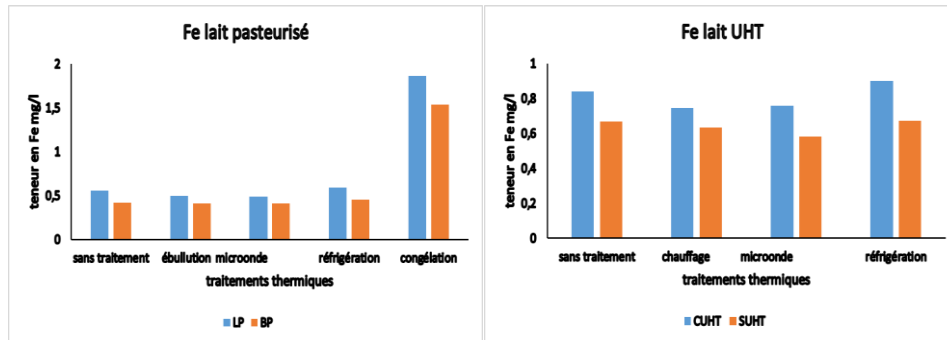


Figure n°36 : Teneur en Fe dans les différents échantillons de lait pasteurisé et UHT après les traitements thermiques.

La diminution des concentrations en Ca des échantillons après l'ébullition et le chauffage peut être expliquée par la formation et la précipitation du phosphate de calcium et la difficulté de la solubilité de ce dernier à des températures élevées. **Holt (1995)** a déclaré que la diminution de Ca et de P dans la phase aqueuse due au chauffage à 90 ° C peut être attribuée à une augmentation de la taille ou du nombre de microgranules de CCP plutôt qu'à une simple précipitation de phosphate de calcium dans la phase aqueuse.

L'ampleur des modifications de l'équilibre minéral entre les phases colloïdale et aqueuse dépend de l'intensité du traitement thermique. (**Fox et al., 2015**).

Aoki et al., (1990) ont expliqué que Lors du refroidissement, certains des sels colloïdaux se dissolvent, la solubilisation étant plus élevée à des températures plus basses. Cette augmentation des taux de sels solubles doit être attribuée à la libération de molécules de caséine. Cette solubilisation, en particulier celle de la β -caséine est une conséquence de l'affaiblissement des interactions hydrophobes entre les molécules de caséine au sein de la structure micellaire. La libération des caséines déplacerait une partie du CCP vers la phase aqueuse. De cette manière, la dissociation des caséines de la micelle lors de la conservation au froid modifiera l'équilibre minéral dans le lait.

Bien que la conservation à des températures de réfrigération et de congélation entraînent une augmentation de la teneur en macro-éléments minéraux, le chauffage à 60- 65 ° C réduit les effets du refroidissement (**Green et Grandison, 1993**).

Dans une première étude **de Muldoon et Liska (1972)**, les modifications de l'équilibre minéral du lait par traitement thermique à une température comprise entre 60 et 94 °C se sont révélées irréversibles, même après stockage à 2 °C pendant 10 jours. D'autre part, **Pouliot, Boulet et Paquin (1989)** ont observé que la réversibilité des changements induits par la chaleur (85 C pendant 40 min) dans Ca et P était de 90e95% et 93e99%, respectivement, augmentant après un stockage ultérieur à 4 C pendant 24h. **Law (1996)** a rapporté qu'après un stockage de 22 h à 4, 20 et 30 C, la distribution de Ca et P entre les phases soluble et colloïdale dans le lait traité thermiquement (85 C pendant 10 min) était similaire à celle dans lait cru stocké à la température correspondante. Cependant, des traitements thermiques sévères (plus de 95 C pendant plusieurs minutes) ont provoqué des changements irréversibles dans la distribution minérale, probablement en conséquence d'une augmentation du CCP et de la modification de la structure du CCP (**Holt, 1995**).

Il y a beaucoup moins d'informations sur les effets des traitements thermiques sur la distribution et les concentrations des oligo-éléments dans le lait par rapport à celles des macroéléments. Les oligo-éléments peuvent être perdu pendant le traitement thermique par la formation de complexes avec ou sans protéines.

Conclusion

Et perspectives

Conclusion et perspectives

Différentes marques de lait pasteurisé et stérilisé UHT sont répondues sur le territoire national, Ces différentes marques et catégories de lait doivent répondre à des critères de qualité après les différents traitements thermiques et modes de conservation par le consommateur algérien.

Dans cette étude nous avons choisi le marché de Blida et de Tipaza où nous avons évalué la qualité physico-chimique, la teneur en triglycérides, le profil en acides gras et la teneur en sels minéraux de quelques laits (pasteurisé et stérilisé à UHT) après différents traitements thermiques appliqués par le consommateur (chauffage courant, chauffage au Micro-ondes, réfrigération, congélation)

On a pu conclure à travers ce travail que les traitements thermiques ont une influence significative sur les propriétés physico-chimiques du lait mais cette influence varie en fonction de la propriété étudiée, du type du lait, et du traitement appliqué :

- Les valeurs du pH du lait pasteurisé à l'état frais sont comprises entre $6,57 \pm 0,01$ et $6,59 \pm 0,01$, ces valeurs ont diminué d'une manière hautement significative après la réfrigération suivie par la congélation et l'ébullition, tandis que le chauffage au micro-onde et le chauffage courant ont affecté les valeurs du pH d'une manière moins significative.
- Les résultats de la mesure de l'acidité des échantillons du lait après les différents traitements thermiques indiquent que la réfrigération et la congélation augmentent l'acidité du lait pasteurisé, cependant le chauffage au micro-onde affecte d'une manière moins significative l'acidité des échantillons du lait analysé.
- La réfrigération affecte la densité du lait UHT d'une manière moins significative par rapport à celle du lait pasteurisé. Le chauffage courant et le chauffage au micro-onde n'ont pas d'effet sur la densité du lait.
- La teneur moyenne en EST du lait traité a augmenté après l'ébullition et la réfrigération. Par contre, L'augmentation de l'EST de tous les échantillons du lait analysé après chauffage au micro-onde et le chauffage courant n'est pas significative.

La quantification des TG dans les échantillons du lait analysé après les différents traitements thermiques indique que la réfrigération, la congélation et l'ébullition diminuent d'une manière significative les concentrations en TG dans le lait pasteurisé et UHT. Cependant, aucune différence significative dans les concentrations en TG n'a été observée

dans les échantillons du lait UHT et pasteurisé après le chauffage courant et le chauffage par micro-onde.

Par conséquent La réfrigération, la congélation et l'ébullition ont augmenté d'une façon significative les concentrations en AG dans les échantillons du lait analysé. Cependant, il n'y avait pas de différence significative dans la concentration d'AG dans les différents échantillons après le chauffage courant et le chauffage au micro-onde.

Ces résultats indiquent que l'ébullition, la réfrigération et la congélation pourrait avoir un effet négatif sur le goût et la qualité nutritionnelle et la bioactivité des lipides du lait, entraînant une perte d'effets positifs sur la santé humaine. Par conséquent le chauffage au micro-onde représente une alternative plus sûre et plus saine pour les consommateurs qui boivent habituellement du lait UHT.

Concernant l'effet des traitements thermiques sur la teneur en sels minéraux on a remarqué un changement de la teneur en minéraux dans les différents échantillons analysés. Ce changement varie selon le type et la durée des traitements appliqués.

Nous pouvons conclure que les traitements thermiques affectent d'une manière importante l'équilibre minéral du lait, l'importance de ce déséquilibre varie selon l'intensité et la durée du traitement thermique. Le lait UHT chauffé au micro-onde est le moins affecté par ces changements. Les traitements thermiques affectent la biodisponibilité des éléments minéraux dans le lait surtout le Calcium, cela pose problème dans le cas où le lait est l'aliment de base comme chez les enfants de moins de 2ans.

Comme perspectives, nous préconisons d'approfondir cette étude en réalisant le dosage des vitamines, et des protéines après les différents traitements thermiques.

Références Bibliographiques

- Adams D M, JT Barach, et L Speck 1976.** Effect of psychrotrophic bacteria from raw milk on milk proteins and stability of milk proteins to ultra high temperature treatment. **J. Dairy Sei**, (59 : 821).
- Adams G., 2007.** The principles of freeze-drying. *Methods Mol Biol.*;368:15-38
- Adrian, J. et Lepen, B., 1987.** Le lactose. In : CEPIL. Le lait matière première de l'industrie alimentaire, INRA, Paris .p: 99-111.
- Alais C ,1984.** Science du lait : principes des techniques laitières, Edition sepaic .Paris
- Alais C, 1975.** Science du lait principe des techniques litières.3ème édition. Paris, pp : 1-60
- Alais, C, 1984.** Science du lait – principes des techniques laitières. Paris, Editions Sepaic. 4c éd. 814 pages.
- Alais, C., et Linden, G., 1997.** Biochimie alimentaire. Edition Masson.
- Amara-Dali, W. B., P. Lesieur, F. Artzner, N. Karray, H. Attia, and M. Ollivon. 2007.** Anhydrous goat's milk fat: thermal and structural behaviors studied by coupled differential scanning calorimetry and X-ray diffraction. 2. Influence of cooling rate. *J. Agric. Food Chem.* 55:4741–4751. <https://doi.org/10.1021/jf063210p>.
- Amiot et Britten M., 2002.** Science et technologie du lait. Manuel de transformation du lait. Ed. TEC et DOC. pp. 362-378.
- Amiot J, 2002,** Composition propriétés physicochimiques, valeur nutritif, qualité. *International dairy journal*.
- Amiot J., fourner S., Lebeuf Y., Paquin P., Simpson R. et Turgeon H., 2002.** Composition, propriétés physicochimiques, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyse du lait In **VIGNOLA C.L**, science et technologie du lait-Transformation du lait, Ecole polytechnique de Montréal. (600 pages) ISBN :1-3-25-29-73.
- Amiot J., Fournier S., Lebeuf Y., Paquin P et Simpson R., 2002.** Composition, propriétés physicochimiques, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyse du lait: transformation du lait/ Ecole polytechnique de Montreal. pp : 1-74.
- Aoki, T., Yamada, N. and Kako, Y. (1990).** Relation Between Colloidal Calcium Phosphate Cross-linkage and Release casein from Bovine Casein Micelles on Cooling' in *Agric. Biol. Chem.* 54, 2287- 2292
- Aubourg, S. P. 2001.** Fluorescence study of the pro-oxidant effect of free fatty acids on marine lipids. *J. Sci. Food Agric.* 81:385– 390.
- Bachtarzi N., Amourache L., Dehkal G., 2015.** Quality of raw milk for the manufacture of a camembert -type soft cheese in a dairy of constantine (Eastern Algeria). *International Journal of Innovation and Scientific Research.* 2015. Vol. 17. P : 34-42.
- Baltes, W., 1982.** Chemical changes in food by the Maillard reaction. *Food Chemistry*, 9, 73, 79.

- Belhadj Hasna, Nouali Salima, 2017.** Optimisation d'une méthode de dosage : spectrométrie d'absorption atomique électrothermique pour la détermination du cadmium. Mémoire de Master. Université Abou Bekr Belkaid. Tlemcen. 143p.
- Bendada.K, Boulakradeche.M W., 2011.** Optimisation des conditions de dosage par spectroscopie d'absorption atomique (SAAF et SAAET) : Application à la détermination de la pollution et de la bioaccumulation des métaux lourds: Université des sciences et de la technologie Houari Boumediene (U.S.T.H.B).
- Benito, P., J. Caballero, J. Moreno, C. Gutiérrez-Alcántara, C. Muñoz, G. Rojo, S. Garcia, and F. C. Soriguer. 2006.** Effects of milk enriched with ω -3 fatty acid, oleic acid and folic acid in patients with metabolic syndrome. Clin. Nutr. 25:581–587.
- Bilak R, 2017.** Validation de la méthode d'analyse du potassium K₂O par spectroscopie d'absorption atomique dans les phosphates. Mémoire de Master. Université Abdelmalek Essadi, Tétouan. 73p.
- Bouchonnet S., 2006.** La spectrométrie de masse en couplage avec la chromatographie en phase gazeuse, Ed. TEC&DOC.
- Bourgeois, C.M. and Leveau, J.Y. (1991).** Technical Analysis and Control in the Food Industry. In: Plusquellec, A., Ed., Plants Products, Lavoisier—Technical and Documentation Apria, Paris, 379.
- Brick, T., Y. Schober, C. Böcking, J. Pekkanen, J. Genuneit, G. Loss, J.-C. Dalphin, J. Riedler, R. Lauener, W. A. Nockher, H. Renz, O. Vaarala, C. Braun-Fahrlander, E. von Mutius, M. J. Ege, P. I. Pfefferle, A. Karvonen, P. Tiittanen, M.-L. Dalphin, B. Schaub, M. Depner, S. Illi, and M. Kabesch. 2016.** ω -3 fatty acids contribute to the asthma-protective effect of unprocessed cow's milk. J. Allergy Clin. Immunol. 137:1699–1706.e13.
- Brisabois A, Lafarge V, Brouillard A, de Buyser ML, Collette C, Garin-Bastuji B et Thorel MF, 1997.** Les germes pathogènes dans le lait et les produits laitiers: situation en France et en Europe. Rev. sci. tech. Off. int. Epiz., 16 (1). pp: 452-471.
- Brokaert, José A. C., 2005.** Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasmas. Deuxième édition revue et augmentée. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KG&A, Weinheim (Federal Republic of Germany). 414p. ISBN: 978-3-527-31282-5.
- Broutin, C., Diedhiou, Y. & Dieng, M. (2005).** Guide de bonnes pratiques d'hygiène Edition Groupe de recherche et d'échanges technologiques. Sénégal.
- Brule G, 2004.** Progrès technologiques au sein des industries alimentaires impact sur la qualité des produits, La filière laitière, Rapport commun de l'Académie des technologies et de l'Académie d'Agriculture de France.
- Brulé G, Jeantel R., Croguennec, T., Mahaut, M., & Schuck, P, (2008).** Les produits laitiers. 2ème édition tec & Doc. Lavoisier. Paris.1-19.
- Calvo, 1995.** Heat-Induced Interactions between Serum Albumin, Immunoglobulin, and κ Casein Inhibit the Primary Phase of Renneting. Journal of Agricultural and Food Chemistry 43 : 2823-2827.

- Carip C, 2008.** Microbiologie hygiène bases microbiologiques de la diététique. Edition tec & doc Lavoisier, Paris, pp. 153-675.
- Cheftel J.C et Cheftel H, 1992.** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Vol 1, 7^{ème} édition, Tec et Doc, Paris.
- Claeys, W. L., S. Cardoen, G. Daube, J. De Block, K. Dewettinck, K. Dierick, L. De Zutter, A. Huyghebaert, H. Imberechts, P. Thiange, Y. Vandenplas, and L. Herman. 2013.** Raw or heated cow milk consumption: Review of risks and benefits. *Food Control* 31:251– 262.
- Claeys, W.L., Verraes,C., Cardoen,S., de Block ,J.et Huyghebaer,A. et al., 2014.** Consumption of raw or heated milk from different species: An evaluation of the nutritional and potential healthbenefits. *Food Control*, 42: 188-201.
- Corredig, M., and D. G. Dalgleish. 1996.** Effect of different heat treatments on the strong binding interactions between whey proteins and milk fat globules in whole milk. *J. Dairy Res.* 63:441–449.
- Credit M, Dalgleish D, G., 1996.** Effect of temperature and pH on the interactions of whey proteins with casein micelles in skim milk *Food research International*, 29(1) : 49-55.
- Cuq JL, 2007.** Microbiologie Alimentaire. Edition Sciences et Techniques du Languedoc. Université de Montpellier. pp: 20-25.
- Dalgleish, D. G. 1990.** Denaturation and aggregation of serum proteins and caseins in heated milk. *J. Agric. Food Chem.* 38:1995–1999.
- De Jong, C.; Badings, H. T. 1990.** Determination of free fatty acids in milk and cheese. Procedures for extraction, clean up, and capillary gas chromatographic analysis. *J. High Resolut. Chromatogr.* 13, 94–98.
- Deeth, H. C. 2006.** Lipoprotein lipase and lipolysis in milk. *Int. Dairy J.* 16, 555–562.
- Deeth, H. C.; Fitz-Gerald, C. H., 2006.** Lipolytic Enzymes and Hydrolytic Rancidity. In *AdVanced Dairy Chemistry, Volume 2: Lipids*, 3rd ed.; Fox, P. F., McSweeney, P. L. H., Eds.; Springer: New York, pp 481-554.
- Derby, 2001.** Lait, nutrition et santé, Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris.556p.
- DIJON C, 1993.** Au fil du lait, ISBN 2-86621-172-3.
- Donato L. & Guyomarc'h F, 2009.** Formation and properties of the whey protein/k-casein complexes in heated skim milk-A review. *Dairy Science Technology*, 89, p. 3- 29.
- Duncan, S. E.; Christen, G. L. 1991.** Sensory detection and recovery by acid degree value of fatty acids added to milk. *J. Dairy Sci.* 74, 2855–2859.
- Erdem, Y. K., & Yuksel, Z. 2005.** Sieving effect of heat-denatured milk proteins during ultrafiltration of skim milk. I. The preliminary approach. *Journal of dairy science*, 88(6), 1941-1946.
- Essalhi M, 2002.** Relation entre les systèmes de production bovine et les caractéristiques du lait .Mémoire d'ingénieurs. Institut Agronomique et vétérinaire, Hasan II, Rabat .104p.

- Evers, J. M. 2004.** The milkfat globule membrane—Methodologies for measuring milkfat globule (membrane) damage. *Int. Dairy J.* 14:747–760.
- Fahy E, Subramaniam S, Brown A, 2005.** A comprehensive classification system for lipids: *J Lipid Res.*, 46, 839-61.
- FAO, 1995.** Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine. Bibliothèque David Lubin, 271 p, Rome. ISBN : 92-5-203534-6
- Fernane Boumedine H, 2017.** Etude des bactéries thermorésistante du lait. Université Mustapha Stambouli, Maskara. 147p.
- Fox, P. F., Uniacke-Lowe, T., McSweeney, P. L. H., & O'Mahony, J. A. (2015).** Dairy chemistry and biochemistry (2nd ed.). Cham, Switzerland: Springer International Publishing.
- Francis Aourousseau, 2009.** Association CIBAC, "aspects théoriques de la chromatographie en phase gazeuse (C.P.G.)", <https://iutcv.univparis12.fr/cibac/Annexes/CPG>, page14-28, janvier 2009.
- Francis Rouessac, 2004.** Annick Rouessac, analyse chimique, méthodes et techniques instrumentales modernes, p : 63-68 ,6eed : DUNOD.
- Fredote E, 2005.** Connaissance des aliments : bases alimentaires et nutritionnelles et diététique, Tec et Doc, Lavoisier .397p.
- Gebre-Egziaber, A., ES, Humbert and G, Blankenagel.** Heat-stable proteases from psychrotrophs in milk. *J. Food Protec*, 43 : 197.
- Gosta B, 1995.** Les composants du traitement du lait. Le lait en poudre. In : manuel de transformation du lait .Edition .Tetra pack processing système AB. Sweden, pp -442 -375-384.
- Gottlieb R, 1960.** Official methods of analysis, 9ème ed, Washington.
- Goursoud J, 1985.** Chapitre1 : composition et propriétés physico-chimiques dans : Lait et produits laitiers de vache. Edition : Tec et Doc Apria, Paris.
- Green, M.L. and Grandison, A.S. (1993).** Secondary (Non-enzymatic) Phase of Rennet Coagulation and Post-coagulation Phenomena' in *Cheese: Chemistry, Physics and Microbiology*, Vol. 1: General Aspect (Fox, P.F.; ed.), pp. 101±140, Chapman & Hall, London, UK
- Grogna P, 2016.** Conservation des fruits et légumes. Itinéraires BIO, BIOWALLONIE: p10-13.
- Guesnet, P, Alessandri, J.M., Astorg P., 2005.** Les rôles physiologiques majeurs exercés par les acides gras polyinsaturés (AGPI) : Oléagineux, Corps gras et Lipides. 12, 333-43.
- Guiraud JP., 2003.** Microbiologie Alimentaire. Edition Dunod. Paris. pp : 136-139
- Holt, C. (1995).** Effect of heating and cooling on the milk salts and their interaction with casein. In P. F. Fox (Ed.), *Heat-induced changes in milk* (2nd ed., pp. 105e133). Brussels, Belgium: International Dairy Federation
- Humbert G., 1986.** La protéase alcaline (plasmine) du lait : dosage, purification et implications en technologie laitière. Thèse de Doctorat es-Sciences, Université de Nancy 1, France.
- Hussain, I., T. Zahoor., F. M. Anjum., S. Rehman and U. Farooq. 2003.** *Pak. J. of Food Sci.* 13 (1-2): Pp. 5.

- Hussain, I. 2011.** Effect of UHT processing and storage conditions on physico-chemical
- Ichilczyk-Leone J., Amram Y., Schneid N., and lenoir J., 1991.** Le refroidissement du lait et son comportement en fromagerie.
- Ivan R, 2003.** Questions sur le lait. Edition : Agence fédérale pour la sécurité de la chaîne alimentaire (Bruxelles): 14 – 15.
- Jean C et Dijon C., 1993.** Au Fil du lait. 847p
- Jean Tranchant, 1982.** Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse, p : 01- 420, 3^{eed} : Masson.
- Jeantet R, Croguennec T, Mahaut M, Schuck P, Brule G., 2008.** Les produits laitiers, 2^{ème} édition, Tec et Doc, Paris, 164 pages.
- Jeantet R, Croguennec T, Mahaut M, Schuck P, Brule G., 2008.** Les produits laitiers, 2^{ème} édition, Tec et Doc, Lavoisier, 17-185p
- Jeantet R., Croguennec T., Schuck P. et Brule G., 2007.** Science des aliments technologie des produits alimentaires tec et doc, Lavoisier : 17 (456pages).
- J.Mendham, R.C.Denney, J.D.Barnes, M.J.K.Thomas, 2006.** Analyse chimique quantitative de Vogel p : 315-332, 6^{eed} : De boeck.
- J.O.R.A.N°63. (1993).** Arrêté interministériel de 27 octobre 1993. Relatif aux spécifications microbiologiques et physico-chimiques de certaines denrées alimentaires. -J.O.R.A. N° 35. (1998). Critères microbiologiques des laits et des produits laitiers
- Journal Officiel De La République Algérienne 2013,** arrêté du 16 aout 2012 rendent obligatoire une méthode de détermination de la teneur en matière sèche dans le lait, la crème et le lait concentré non sucré. (JO n 54-2013).Pp 25-27
- Kuzdzal-Savoie, S., 1982.** La lipolyse dans les crèmes et les beurres : acidité libre et appréciation organoleptique. La Technique Laitière, 967, 12-15.
- Law, A. J. R. (1996).** Effects of heat treatment and acidification on the dissociation of bovine casein micelles. Journal of Dairy Research, 63, 35-48.
- Leroy, 1965.** Le producteur du lait «guide du contrôle laitier et beurrier agrude»
- Leseur, R., Melik, N., 1999.** Lait de consommation. In LUQUEE F.M. Laits et produits laitiers vache brebis chèvre. Paris : Tec et Doc, p. 5 (637 pages).
- Liu, Z., S. Rochfort, and B. Cocks. 2018.** Milk lipidomics: What we know and what we don't. Prog. Lipid Res. 71:70–85.
- Lopez, C., P. Lesieur, C. Bourgaux, and M. Ollivon. 2005.** Thermal and structural behavior of anhydrous milk fat. 3. Influence of cooling rate. J. Dairy Sci. 88:511–526.
- Lopez, C., V. Briard-Bion, B. Camier, and J.-Y. Gassi. 2006.** Milk fat thermal properties and solid fat content in Emmental cheese: A differential scanning calorimetry study. J. Dairy Sci. 89:2894–2910.
- Lordan, R., and I. Zabetakis. 2017.** Invited review: The anti-inflammatory properties of dairy lipids. J. Dairy Sci. 100:4197–4212.

- Lu, J., J. Pickova, J. L. Vázquez-Gutiérrez, and M. Langton. 2018.** Influence of seasonal variation and ultra high temperature processing on lipid profile and fat globule structure of Swedish cow milk. *Food Chem.* 239:848–857.
- Mahaut M., Jeantet R., Schuck P., Brule G., 2000.** Les produits industriels laitiers. Ed, TEC & DOC, Lavoisier, Paris, pp. 2-14.
- Mahieu, 1985.** Modification du lait après récolte. Laites et produits laitiers. Lavoisier, Paris, tome 1.
- Martin A., 2000.** Apports nutritionnels conseillés pour la population française. Paris: Tec & Doc.
- Mekroud H., 2011.** Effet de température sur la production laitière dans la région de Sétif. Mémoire de Magister en science agronomique, Université de Sétif. 122p.
- Meunier-Goddik L et Sandra S., 2002.** Liquid Milk Products I Pasteurized Milk. *Encyclopedia of Dairy Sciences.* Amsterdam : Academic Press 3, pp : 1627-1632.
- Michalski MC, Michel F, Sainmont D, Briard V, 2001.** Apparent zeta-potential as a tool to assess mechanical damages to the milk fat globule membrane. *Colloids Surf. B*, 23, 23-30.
- Miranda G., and J.C Gripon, 1986.** Origine, nature et incidences technologiques de la protéolyse dans le lait.
- Monnier L., C. Colette, 2010.** "La saga alimentaire : ses heurs et ses malheurs au cours des siècles (1re partie)." *Médecine des Maladies Métaboliques* 34093(10): 691-696.
- Mottar J., 1984.** Thermo-résistance des bactéries psychrotrophes du lait cru et de leurs protéinases. *Lait.* 64 : 365.
- Mourgues R., Auclair J., 1970.** Conservation à 4° C et 8° C du lait pasteurisé en l'absence de recontaminations. 18e Congr. Intern. Laiterie, Sydney, 1F, 172.
- Muldoon, P. J., & Liska, B. J. (1972).** Effects of heat treatment and subsequent storage on the concentration of ionized calcium in skimmilk. *Journal of Dairy Science*, 55, 35e38.
- Naira, P.V. (2015).** Contribution au profilage des acides organiques urinaires, chez l'enfant, thèse de doctorat, université Paris-sud école doctorale 470. 205p.
- Nangraj, N. K. 2011.** Effect of pasteurization on physico-chemical characteristics and shelf life of buffalo milk. Thesis submitted to Sindh Agriculture University Tandojam, Pakistan.
- Neville M.C. et Jensen R., 1995.** The physical properties of human and bovine milk In **JENSENR**, Handbook of milk composition general description of milk, Academic Press, Inc: 82(919 pages).
- Nielsen S., 2010.** In *Food Analysis*, (Ed) Springer, New York, NY. doi:10.1007/978-1-4419-1478-1
- Ould Mustapha A., N'diyae D., Ouid Kory B., 2012.** Etude de la qualité du lait pasteurisé des industries laitières situées à Nouakcote (Mauritanie). *Sciences du vivant Biologie.* Editions Mersenne: Volume N°4-4706.

- Pereda, J., V. Ferragut, J. M. Quevedo, B. Guamis, and A. J. Trujillo. 2008.** Effects of ultra-high-pressure homogenization treatment on the lipolysis and lipid oxidation of milk during refrigerated storage. *J. Agric. Food Chem.* 56:7125–7130.
- Pointurier H., 2003.** La gestion matière dans l'industrie laitière, Tec et Doc, Lavoisier, France: 64 (388 pages). Somesthésie-Neurosciences, Faculté de Médecine Montpellier-Nîmes
<http://www.yopdf.en>
- Pointurier H., 2003.** La gestion matière dans l'industrie laitière, France: Lavoisier, pp. 64 (388 pages).
- Pougheon S. et Goursaud J., 2001.** Le lait et ses constituants caractéristiques physicochimiques. In : lait nutrition et santé. Ed. Tec et Doc. Lavoisier Paris. pp : 4-41.
- Pougheon S., 2001.** Contribution à l'étude des variations de la composition du lait et ses conséquences en technologie laitière. Thèse de Doctorat, école nationale vétérinaire Toulouse.
- Pouliot, Y., Boulet, M., & Paquin, P. (1989).** Experiments on the heat-induced salt balance changes in cow's milk. *Journal of Dairy Research*, 56, 513e519.
- Pouliot, Y., Boulet, M., & Paquin, P. (1989).** Observations on the heat-induced salt balance changes in milk. I. Effect of heating time between 4 and 90 C. *Journal of Dairy Research*, 56, 185e192.
- Pouliot, Y., Boulet, M., & Paquin, P. (1989).** Observations on the heat-induced salt balance changes in milk. II. Reversibility on cooling. *Journal of Dairy Research*, 56, 193-199.
- Pradyt Patnaik, 2004.** Dean's Analytical Chemistry Handbook (McGraw-Hill Handbooks). Second edition. 1114 p. ISBN: 0071410600
- Ray, P. R., K. Chatterjee, C. Chakraborty, and P. K. Ghatak. 2013.** Lipolysis of milk: A review. *Int. J. Agric. Sci. Vet. Med.* 1:58–74.
- Renner E., 1983.** Milk and dairy products in human nutrition. München, Volkswirtschaftlicher Verlag. 450 pages.
- Renner E., 1989.** Micronutriments in milk and milk-based food products. London, Elsevier Applied Science. 311 pages.
- Reumont P., 2009.** Licencié Kinésithérapie, <http://www.medisport.be>.
- Rheotest M., 2010.** Rhéomètre et viscomètre à capillaire des produits.
- Robert S., Shils E., 1980.** Modern Nutrition in Health and Disease, 6ème ed, Philadelphie: Lea and Febinger, pp. 134–138.
- Sharma, R. 2006.** Fluid milk processing. In: Production processing and quality of milk products, International book distributing Co. Lucknow, India, Pp. 62-67.
- Sina L., 1992.** Contrôle de qualité du lait et des produits laitiers fabriqués par la Soca. Thèse de Doctorat, Université Cheikh Anta Diop, Dakar.
- Singh H., 2004.** Heat Stability of milk. *International Journal of Dairy Technology* 57(2-3).
- Singh H., Waungana A., 2001.** Influence of heat treatment of milk on cheesemaking properties. *International Dairy Journal.* 543-551.

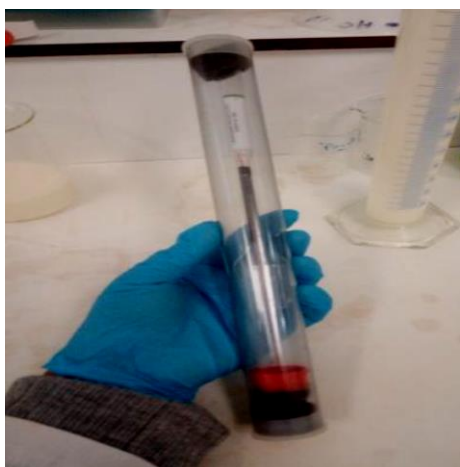
- Sokol, E., T. Ulven, N. J. Faergeman, and C. S. Ejsing. 2015.** Comprehensive and quantitative profiling of lipid species in human milk, cow milk and a phospholipid-enriched milk formula by GC and MS/MSALL. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 117:751–759.
- Sørhaug, T., and L. Stepaniak. 1997.** Psychrotrophs and their enzymes in milk and dairy products: Quality aspects. *Trends Food Sci. Technol.* 8:35–41.
- Souza S.S, Cruz A.G., Walter E.H.M., Faria J.A.F, Celeghini R.M.S, Ferreira M.M.C., Granato D. & Sant'Ana A de S, 2011.** Monitoring the authenticity of Brazilian UHT milk: a chemometric approach. *Food Chemistry*, 124p. 692-695.
- Surel O., Ali-Haimoud-Lekhal., 1999.** Composition de la matière grasse du lait de vache et influence des traitements technologiques. *Revue Méd. Vét.* 150 (8-9), 681-690.
- Synge R.L.M, 1941.** A new form of chromatogram employing two liquid phases. A theory of chromatography, pp. 1358-1368.
- Tebibel N., Kahlouche B. & Athamani-Guemouri S., 2010.** Microbiologie. Office des publications universitaires. 70, 74, 93, 95, 115,124
- Thieulin et Vuillaume, 1967.**Eléments pratiques d'analyse et d'inspection du lait de produits laitiers et des oeufs-revue générale des questions laitières 48 avenue, Président Wilson, Paris : 71-73.388p
- Tidjani Bahar, 2016.** Impact d'une phase bactérienne sur la dissolution d'un polluant résiduel en milieu poreux. Thèse de Doctorat. Université de Lorraine. 173p.
- Ustunol, Brown J., 1985.** Effects of heat treatment and posttreatment holding time on rennet clotting of milk. *Journal of Dairy Science.*
- Varnam AH et Sutherland P., 2001.** Milk and Milk Products: Technology, Chemistry, and Microbiology. Volume 1 Food products series. An Aspen Publication. New York. pp: 35-37.
- Veisseyre R., 1975.** Technologie du lait : constitution, récolte, traitement et transformation du lait. III^{ème} Edition. Paris : la maison rustique.714p.
- Veisseyre R., 1979.** Technologie du lait : constitution, récolte, traitement et transformation du lait. Edition : la maison rustique.
- Vierling E., 1998.** Aliments et boissons filières et produits biosciences. Edition. Dion. Paris. 278p
- Vierling E., 2003.** Aliment et boisson filière et produits .2^{ème} édition, dion éditeur, centre régional de la documentation pédagogique d'Aquitaine.270p.
- Vierling E., 2008.** Aliments et boissons filières et produits. 3^{ème} édition Biosciences et techniques. Paris. pp :15-16 .
- Vignola C.L., 2002.** Science et technologie du lait-Transformation du lait, Ecole polytechnique de Montréal, ISBN : 29-34.600p
- Vignola C., 2002.** Science et technologie de lait. Ecole polytechnique de Montréal. P70.
- Vignola C., 2002.** Science et Technologie du lait Transformation du lait. Edition Presses Internationales Polytechnique, Canada. pp. 3-75.

- Vinet, L., and A. Zhedanov. 2011.** A ‘missing’ family of classical orthogonal polynomials. *J. Phys. A Math. Theor.* 44:085201.
- Walstra, P., J. T. M. Wouters and T. J. Geurts. 2006.** Milk for liquid consumption. In: *Dairy Science and Technology*. Taylor and Francis Group, LLC. New York, USA. Pp. 421-446.
- Walstra et Jenness, 1984.** *Dairy chemistry and physics*. John Wiley and Sons, New-York, y467 p.
- Watson JJ, Pati S, Schreiber MA., 2016.** Plasma Transfusion: History, Current Realities, and Novel Improvements. *Shock*. Nov;46(5):468-479.
- Wattiaux M.A., 1997.** *Dairy essentials (1st edition) : Lactation and milking*, The Babcock Publications, University of Wisconsin-Madison, 73-100 pp.
- Yang, Y., N. Zheng, X. Zhao, J. Yang, Y. Zhang, R. Han, Y. Qi, S. Zhao, S. Li, F. Wen, T. Guo, C. Zang, and J. Wang. 2018.** Changes in bovine milk fat globule membrane proteins caused by heat procedures using a label-free proteomic approach. *Food Res. Int.* 113:1–8.

Annexes

Annexe I

Les appareils utilisés pour les analyses physico-chimiques et l'étude de l'effet des traitements thermiques sur le profil en acide gras, la teneur en triglycérides, et la teneur en sels minéraux des différents échantillons du lait :



Thermo-lacto-densimètre (Originale).



pH mètre et Thermomètre (Originale)



Acidimètre Dornic (Originale).



Dessiccateur pour dosage de l'EST à 44°C (Originale)



Agitateur-plaque
chauffante (Originale).



Dessiccateur (Originale).



Bain marie Ultrason
(Originale).



Évaporateur rotatif
(Originale).



Réfrigérateur (Originale)



Microonde (Originale).



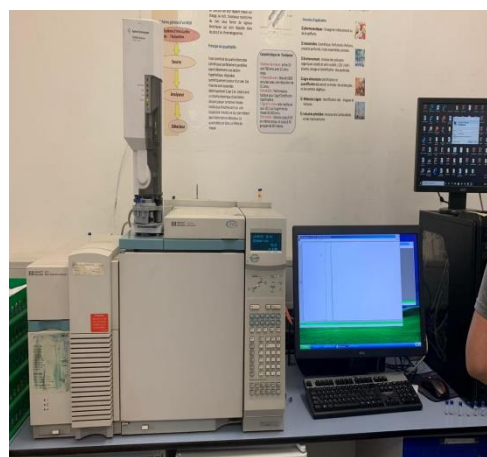
Balance (Originale).



Etuve (Originale).



Four à moufle (Originale) .



chromatographie en phase gazeuse

couplé à la spectrométrie de
masse GCMS (Originale).



spectrométrie d'absorption
atomique SAA (originale).

Annexe II

➤ Matériel pour les paramètres physico-chimiques

1. Appareillage

- Acidimètre Dornic
- Dessiccateur
- Thermo-lacto-densimètre
- pH mètre

2. Verrerie

- Spatule métallique
- Poire
- Eprouvette de 250ml
- Béchers de 100ml, 200ml
- Pipette gradué de 10ml
- capsule en aluminium

3. Réactifs

- Eau (L'eau distillée ou bien l'eau de pureté au moins équivalente)
- Solution titrée d'hydroxyde de sodium (NaOH) 0.1N
- Solution de phénolphtaléine à 1%(m/v) dans l'éthanol à 95%

➤ Matériels pour l'étude de l'effet de traitement thermique sur le profil en acide gras, la teneur en triglycérides, et la teneur en sels minéraux des différents échantillons du lait.

1. Appareillage

- Microonde
- Réfrigérateur
- Plaque chauffante
- Congélateur
- Ultrason (bain marie)
- Hotte
- Évaporateur rotatif
- Agitateur
- Dessiccateur
- Etuve
- Balance
- Four à moufle
- Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GCMS
- résonance magnétique nucléaire RMN
- spectrométrie d'absorption atomique SAA

2. Verrerie

- Bécher de 100ml, 200ml, 500ml
- Spatule métallique
- Tubes à essais stériles
- Pipettes graduées de 10ml, 20ml, 1ml

- Poire
- Ampoules à décanter stérile + support
- Ballons stériles
- papier filtre
- entonnoir
- fiole jaugée de 100 ml
- Micropipette stérile
- Viales
- capsules en porcelaine

3. Réactif

- Solution d'Ammonia
- Solution de l'éthanol
- Solution diéthyl éther
- Solution d'éther de pétrole
- Solution d'heptane
- Solution méthanoliques d'hydroxyde de potassium (KOH)
- Solution acide nitrique HNO₃ à 65%
- Solution peroxyde d'hydrogène H₂O₂ à 30%
- Eau (L'eau distillée, et l'eau ultra pure).

Annexe III

➤ Préparation des solutions

Préparation de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (NaOH) 0.1N

- Dans un bécher, peser 0,4 g d'hydroxyde de sodium à l'aide d'une spatule.
- Poser le bécher sur la paille et ajouter 50ml d'eau distillée.
- Agiter la solution pour dissoudre le produit.
- Verser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml.
- Compléter jusqu'au trait de jauge avec d'eau distillée.
- Fermer la fiole et agiter pour rendre la solution homogène.

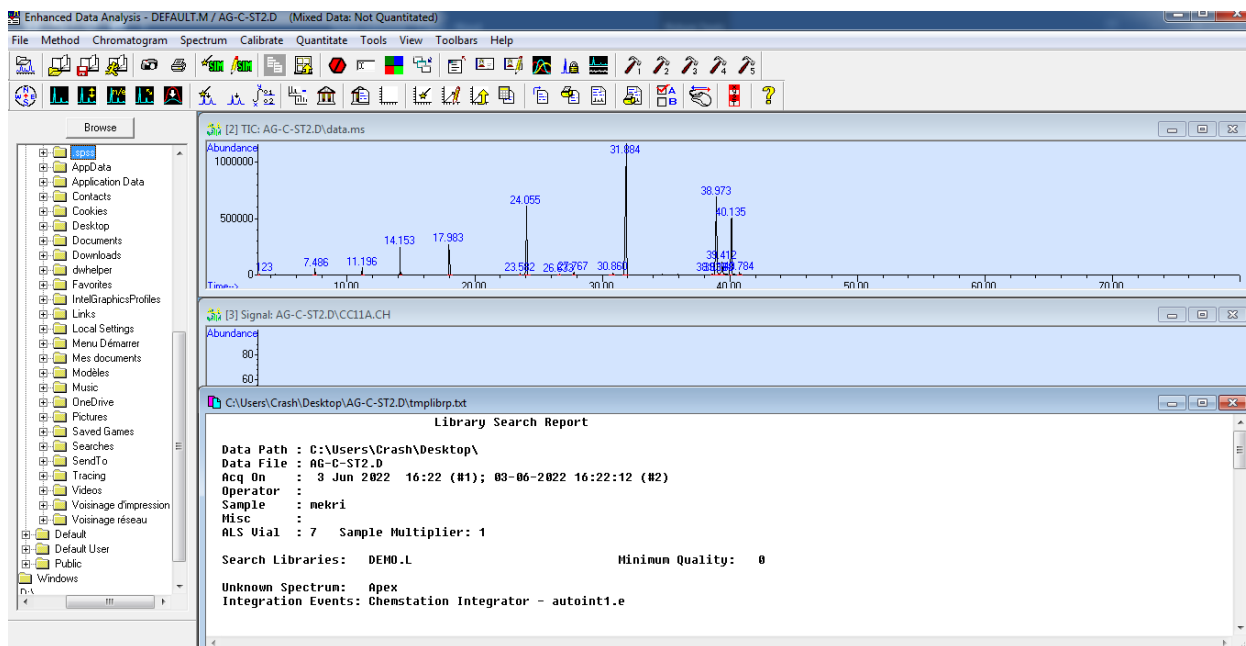
Préparation d'une solution de phénolphaléine à 1%(m/v) dans l'éthanol à 95%

- Dans un bécher, peser 1g de phénolphaléine à l'aide d'une spatule ;
- Ajouter 50ml d'alcool éthylique à 95°;
- Agiter la solution pour dissoudre le produit ;
- Verser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml ;
- Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'alcool éthylique ;
- Fermer la fiole et agiter pour rendre la solution homogène.

Préparation d'une solution méthanoliques d'hydroxyde de potassium (KOH)

- Dans un bécher, peser 11,2g d'hydroxyde de potassium à l'aide de la spatule ;
- Ajouter 50ml de méthanol contenant moins de 0,5% d'eau (m/m) ;
- Agiter la solution pour dissoudre le produit ;
- Verser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml ;
- Compléter jusqu'au trait de jauge avec de méthanol ;
- Fermer la fiole et agiter pour rendre la solution homogène.

Annexe IV



Logiciel de traitement des résultats de la GC/MS.