

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE**  
**SCIENTIFIQUE**

**Université SAAD DAHLAB BLIDA**

**Faculté Des Sciences Agro-Vétérinaires et Biologique**

**Département des Sciences Agronomiques**



**MEMOIRE DE FIN D'ETUDE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE**  
**MASTER ACADEMIQUE EN SCIENCE DE LA NATURE ET DE LA VIE**

**Option: Nutrition et contrôle des aliments**

**Thème**

**L'influence de NEP (Nettoyage En Place) sur la qualité du jus d'orange**  
**pulpeux Minute Maid, entreposés à différentes températures**  
**(4±1°C ,23±1°C et 45±1°C)**

**Présenté par :**

**MEZIANE Imane**

**Devant le membre de jury :**

Mr. KHALI M.	MCA	USDB	Promoteur
Mm. DOUMANDJI A.	MCA	USDB	Co-promotrice
Mm.ACHEHAB H.	MCB	USDB	Presidente
Mr.BOUSBIA N.	MCB	USDB	Examinateur
Mm.FELIDJ M.	MAA	USDB	Examinatrice

**ANNEE UNIVERSITAIRE 2012/2013**

## **Remerciements**

*Avant tous, je remercie ALLAH tout puissant de m'avoir accordé la force, le courage et les moyens pour accomplir ce modeste travail.*

*Je tiens à exprimer mes remerciements et mes reconnaissances à l'égard de :*

*Monsieur KHALI M. et Madame DOUMANDJI A. (Maitre de Conference A) pour l'aide très précieuse, les conseils utiles qu'ils m'ont apporté et d'avoir dirigé ce travail.*

*Aux membres du jury, qui nous ont fait l'honneur d'examiner ce travail.*

*Mr. BOUSBLA N. (Maitre de Conference B), Mm. FELIDJE M. (Maitre de Conference B), Mm. ACHEHAB H. pour leur lecture du manuscrit et l'honneur de faire partie du jury.*

*Je remercie Mr GHEMARI R. (Chef service à l'unité de fruital) et Mr KACI K. (Responsable de laboratoire microbiologie FRUITAL) qui m'ont facilité la tâche de pratiquer mon stage au niveau de leurs unité de production.*

*Je remercie également , toute l'équipe de laboratoire contrôle de qualité de l'unité de Fruital Coca-cola Adel, Hamza G., Hamza, Rachid, Lounes, Rabah, Bilal, Redouane, Samir, Mahdi, Sid ahmed, Omar et Hakima ; qui m'ont donné la chance de travailler, pour leurs gentillesse et pour leur soutien morale.*

*Je remercie tout les enseignants du département d'Agronomie surtout les enseignant de la spécialité Nutrition et Contrôles des Aliments .*

*Enfin, je profite de cette occasion pour exprimer ma gratitude envers toute personne ayant collaboré à l'élaboration de ce travail.*



## DEDICACES

*Je dédie ce projet de fin d'étude*

*A la prunelle de mes yeux: mes parents qui m'ont veillé jours et nuit, pour m'avoir éduqué, orienté et guidé mes pas sur les sentiers de la réussite, aux prix de multiples sacrifices; qui ont toujours cru en moi ;*

*A ma grande frangine « fatma zohra » ainsi que son mari « mohamed » et ses deux petits-enfants « Ilyes » et « Massine »*

*A ma chère frangine « Radia » ainsi que son mari « Rahim » et le petit chouchou "Younes"*

*A ma chère sœur « Zineb » pour son soutien qui m'a apporté et son mari « Amine »*

*A mes deux fameux frères « Abd el raouf » et « Adlane » que dieu vous protège ;*

*A ma petite sœur « Haniya » ; que dieu vous protège pour nous*

*A mes oncles et tantes qui n'ont pas cessé de m'encourager et de prier sur moi, puisse Dieu les préserver et les accorder santé, bonheur, et longue vie ;*

*A mes chers cousins et cousines ; je vous souhaite que du bonheur et réussite ; surtout Salim, Bilal, Madina, Aicha , Fatma, Zola, Hanaa et Sarah.*

*A Chère Imane qui m'a beaucoup aidée, je te souhaite que du bonheur et réussite.*

*A mes chères amies ; Thoraya , Ratiba , Ibtissem, et sarah idiri*

*A toute la promo et surtout : Khadidja , Amina , Samiha, Romaiassa, Fafa, Amira, Lamia, Wissem.*

*A tous ceux qui m'ont soutenus et encouragés .*

## Résumé

Notre recherche porte sur l'influence du *Cleaning In Place* sur la qualité de jus pulpeux orange (*Munite Maid Pulpy*) au niveau de l'unité FRUITAL (Coca-Cola), et l'étude de la stabilité des paramètres physico-chimiques, microbiologiques et organoleptiques de ce jus au cours du stockage à différentes températures (4°C, ambiante et 45°C) pour une durée de 40 jours.

Le contrôle physicochimique et microbiologique du *CIP*, permet de juger l'efficacité de ce nettoyage en place et leur effet sur le produit fini.

Les résultats physico-chimiques et microbiologiques ont montré l'efficacité du nettoyage en place, par le contrôle de la dernière eau de rinçage qui a donné un résultat significatif.

Les résultats physicochimiques du produit au cours du stockage aux trois températures montrent une variation dans tous les paramètres physico-chimiques testés (pulposité, degré de Brix, pH, acidité, densité, vitamine C, et indice de formol); ces degrés de variation diffèrent en fonction des températures. Les variations remarquables sont celles observés à la température 45°C.

Les résultats microbiologiques du produit fini au cours du stockage, montrent une très bonne qualité microbiologique qui est conforme aux normes de la compagnie qui est tenue de TAB, levures et moisissures et les germes totaux.

**Mots clés :** Jus d'orange *pulpy*, Nettoyage En Place, analyses physico-chimiques et microbiologique, température, stabilité.

## Summary

Our research was based on the influence of Cleaning In Place on the quality of pulpy orange juice at the unit FRUITAL (Coca-Cola) , and study the stability of microbiological and organoleptic physico-chemical parameters of the juice in the storage at different temperatures (4°C, ambient and 45°C) for a period of 40 days.

The physicochemical and microbiological control of CIP, can judge the effectiveness of the cleaning up and their effect on the finished product.

The physico-chemical and microbiological results have shown the effectiveness of cleaning up, by controlling the final rinse water which gave significant results.

The physicochemical results of the product during storage at three temperatures (4 ° C, ambient and 45 ° C) show a variation in all physicochemical parameters (pulpiness, degree Brix, pH, acidity, density, vitamin C, and index formalin), the degrees of variation differ depending on temperature variations is remarkable that the temperature 45 ° C.

For microbiological results of finished product during storage, show very good microbiological quality that is consistent with company standards. (TAB, yeasts and molds and total bacteria).

**Keywords:** Pulpy orange juice, Cleaning In Place, physico-chemical and microbiological analyzes, temperature, stability,

## الملخص

استند بحثنا على تأثير التنظيف في الموقع على نوعية العصير بلب البرتقال في وحدة فرويتال , و دراسة استقرار الخصائص الفيزيوكيميائية و الميكروبيولوجية لهذا العصير مخزن في درجات حرارة مختلفة (4م, المحيطية, 45م) لمدة 40 يوما

المراقبة الفيزيوكيميائية و الميكروبيولوجية للتنظيف في الموقع , يمكننا من الحكم على فعالية هذا التنظيف و تأثيره على نوعية المنتج النهائي

النتائج الفيزيوكيميائية و الميكروبيولوجية للتنظيف في الموقع أثبتت فعاليتها من خلال تحليل آخر ماء من الشطف الذي أعطى نتائج جيدة و معبرة.

النتائج الفيزيوكيميائية للمنتج النهائي المخزن في درجات حرارة مختلفة , أثبتت تفاوتها في جميع النتائج الفيزيوكيميائية (نسبة لب البرتقال , درجة بريكس , الكثافة , الكمون الهيدروجيني , الحموضة , فيتامين ج , مؤشر الفورمالين ) , هذا التفاوت يختلف بدلالة درجة الحرارة , التغيرات اللافتة للنظر هي تلك ذات درجة حرارة 45م .

بالنسبة للنتائج الميكروبيولوجية للمنتج النهائي أثناء التخزين , أثبتت جودة ميكروبيولوجية عالية التي تنسجم مع معايير الشركة (الخمائر و الفطريات و المجموع البكتيري ) .

الكلمات الجوهرية عصير بلب البرتقال , التنظيف في الموقع , تحاليل فيزيوكيميائية و ميكروبيولوجية , درجة الحرارة , الاستقرار



## Liste des abréviations

**Abs** : absence

**AFNOR** : association française de normalisation

**AFSA** : agence française de la sécurité alimentaire

**ATP** : adénosine triphosphate

**AQR** : apport quotidien recommandé

**BNE** : Brunissement non Enzymatique

**°B** : degré Brix

**°C** : degré Celsius

**CIP**: cleaning in place=NEP : Nettoyage en place

**CMA** : Concentration Maximal Admissible

**CMC** : Carboxyle Méthyle Cellulose

**CT** : coliformes totaux

**D** : densité

**DLC** : date limite de consommation

**DMA**: Density Meter A

**DPD**: Diéthyle Phénylène Diamine

**E** : Europeen

**EDTA** : éthylène diamine tétra acétique

**EFSA** :Autorité Européenne de securité des aliments

**°F** : degré Français

**FAO**: Food agricultural organization

**Fig.** : figure

**GT** : germes totaux

**H** : heure

**HMF** : hydroxyle méthyle furfural

**IAA** : industrie agroalimentaire

**IF** : Indice de Formol

**Inlbs** : Newton mètre.

**IR** : infra rouge

**Kg** : kilogramme

**L** : Litre

**LDL**: low density lipoprotein

**Max.** : maximum

**M.air.T** : code de l'appareil du contrôle microbiologique de l'air **NG** : Niveau Guide

**Moy** : moyenne

**MTGE** : Milieu Tryptone Glucose Extrait de levure

**N** : normalité

**NF** : Norme française

**NET** : noire eriochrome T

**NF** : norme française

**NTU** : Unité de Turbidité Néphélométrie

**O.D.S** : Opérateur De la Station du traitement de l'eau

**OGA** : Oxytetracycline Glucose Agar

**OMS** : organisation mondiale de la santé

**p** : probabilité

**pH** : potentiel d'hydrogène

**PM** : poids molaire

**ppm** : particule par million

**S** : seconde

**Sup / inf** : supérieur / inférieur

**TA** : Titre Alcalimétrique

**TAB** : thermo-acidophil bacteria :bactéries thermo-acidophiles

**TAC** : Titre Alcalimétrique Complet.

**TDS** : taux des sels dissous

**T°c** : température

**Tps** : temps

**UFC** : Unité formant colonie

**UV** : ultra violet

**V** : volume

**V** : volume

**%** : Pourcentage

**μS** : micro Siemens

## Liste des figures

<b>Figure 1</b> : Caractéristique morphologique d'une orange.....	3
<b>Figure2</b> : Structure du saccharose.....	7
<b>Figure 3</b> : Structure de la vitamine C.....	9
<b>Figure 4</b> : Diagramme de traitement des eaux à la station FRUITAL.....	20
<b>Figure 5</b> :Variation de température en fonction de temps dans le tunnel de pasteurisation.....	23
<b>Figure 6</b> :Diagramme de fabrication de la boisson jus pulpy orange au niveau de l'unité FRUITAL.....	24
<b>Figure 7</b> : Schéma des quatre principes d'action du NEP.....	25
<b>Figure 8</b> : Système de NEP au niveau de l'unité FRUITAL.....	25
<b>Figure 9</b> : Recherche et dénombrement des différents germes par la méthode de filtration.....	44
<b>Figure 10</b> : Les étapes de contrôle microbiologique de l'air par aspiration.....	46
<b>Figure 11</b> : Les étapes de l'ensemencement de l'ATP mètre.....	47
<b>Figure 12</b> : Evolution de la pulposité au cours du stockage à différents températures.....	59
<b>Figure 13</b> : Evolution de degré de Brix au cours du stockage à différents température.....	60
<b>Figure 14</b> : Schéma de l'action corrective lors de l'inversion de sucre.....	61
<b>Figure 15</b> : Evolution de pH au cours du stockage à différents température.....	61
<b>Figure 16</b> : Evolution de l'acidité au cours du stockage à différents température.....	62
<b>Figure 17</b> : Evolution de la densité relative au cours du stockage à différents température.....	64
<b>Figure 18</b> : Evolution de la concentration de la vitamine C au cours du stockage à différents température.....	65
<b>Figure 19</b> : Evolution de l'indice de formol au cours du stockage à différents température.....	66

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1</b> : Caractéristiques des différentes zones de tunnel de Pasteurisation à l'unité <i>Fruital</i> .....	22
<b>Tableau 2</b> : Caractéristiques des différents bains de lavage des bouteilles.....	26
<b>Tableau 3</b> : Matériel et réactifs utilisé pour les analyses physicochimiques et microbiologiques.....	Annexe V
<b>Tableau 4</b> : Démarche expérimentale pour le produit fini.....	30
<b>Tableau 5</b> : Germes recherchés dans différents échantillons.....	42
<b>Tableau 6</b> : Les différents milieux de culture ; la durée et température d'incubation avec le volume d'échantillon pour chaque germes recherché par la méthode de filtration.....	44
<b>Tableau 7</b> : Effet de <i>CIP</i> sur la qualité du produit fini.....	52
<b>Tableau 8</b> : Effet de la température et la durée de stockage sur la teneur en pulpe du produit fini. ....	53
<b>Tableau 9</b> : Résultats des analyses physico chimiques de l'eau de sanitation.....	55
<b>Tableau 10</b> : Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau de forage (eau brute).....	56
<b>Tableau 11</b> : Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau filtre à sable.....	57
<b>Tableau 12</b> : Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau filtre à charbon.....	57
<b>Tableau 13</b> : Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau adoucie.....	58
<b>Tableau 14</b> : Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau osmosée.....	59
<b>Tableau 15</b> : Résultats des analyses physicochimiques de sucre.....	59
<b>Tableau 16</b> : Résultats des analyses physicochimiques de sirop simple.....	60
<b>Tableau 17</b> : Résultats des analyses physicochimiques de sirop fini.....	61
<b>Tableau 18</b> : Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur le produit fini avant soutirage.....	61

<b>Tableau 19 :</b> Evolution de la pulposité au cours du stockage à différents températures.....	Annexe VII
<b>Tableau20 :</b> Evolution du degré de Brix au cours du stockage à différents températures.....	Annexe VII
<b>Tableau 21 :</b> Evolution du pH au cours du stockage à différents températures..	Annexe VII
<b>Tableau 22 :</b> Evolution de l'acidité au cours du stockage à différents températures.....	Annexe VII
<b>Tableau 23 :</b> Evolution de la densité relative au cours du stockage à différents températures.....	Annexe VII
<b>Tableau 24:</b> Evolution de la concentration de la vitamine C au cours du stockage à différents températures.....	Annexe VII
<b>Tableau 25 :</b> Evolution de l'indice de formol au cours du stockage à différents températures.....	Annexe VII
<b>Tableau 26 :</b> Résultats des analyses microbiologiques sur l'eau de sanitation.....	71
<b>Tableau 19 :</b> Résultats des analyses microbiologiques sur l'eau de process.....	72
<b>Tableau 20 :</b> Résultats des analyses microbiologiques sur le sucre.....	73
<b>Tableau 21 :</b> Résultats des analyses microbiologiques sur le sirop simple et le sirop fini.....	73
<b>Tableau 22 :</b> Résultats des analyses microbiologiques de l'ambiance.....	70
<b>Tableau 23 :</b> Résultats des analyses microbiologiques de matériels de production...	74
<b>Tableau 24 :</b> Résultats des analyses microbiologiques du produit fini au cours du stockage à différents températures.....	76
<b>Tableau 25 :</b> Résultats des analyses organoleptiques sur la boisson au jus d'orange « jus pulpy orange ».....	77

## Table de matières

<b>Introduction</b> .....	1
<b>Chapitre I : Généralités sur l’orange et les jus d’orange</b>	
I. Généralités sur l’orange et les jus d’orange.....	3
I.1. Généralités sur l’orange.....	3
I.1.1.L’oranger .....	3
I.1.2.L’orange .....	3
I.1.3.Structure et morphologie d’orange .....	3
I.1.4.Qualités nutritionnelles de l’orange .....	4
I.2. Généralités sur les jus d’orange.....	4
I.2.1.Définition du jus.....	4
I.2.2.Classification des jus.....	5
I.2.2.1.Pur jus de fruits.....	5
I.2.2.2.Jus de fruits à base de concentré.....	5
I.2.2.3.Nectar de fruits.....	5
I.2.2.4.Jus de fruits déshydraté/en poudre.....	6
I.2.2.5.Jus de fruit concentré.....	6
I.2.3.Biochimie des jus de fruits :.....	6
I.2.4.Définition de jus pulpeux orange.....	7
I.2.4.1.Matières premières et additifs.....	7

I.2.4.1.1.L'eau.....	7
I.2.4.1.2. Le Sucre.....	7
I.2.4.1.3.La pulpe .....	8
I.2.4.1.4.Le concentré de jus d'orange.....	8
I.2.4.1.5.L'additif alimentaire.....	8
I.2.5.Effet des jus sur la santé .....	11
I.2.6.Altérations de jus de fruit.....	12
I.2.6.1.Brunissement non enzymatique.....	12

## **Chapitre II : Généralités sur les CIP**

II. Généralités sur les CIP .....	13
II.1.Définition de CIP.....	13
II.2.Les opérations de nettoyage en place.....	13
II.3.Facteurs déterminant l'efficacité du nettoyage.....	13
II.3.1.Le temps .....	14
II.3.2.La température.....	14
II.3.3.Le choix des détergents.....	14
II.3.4.Action mécanique.....	15
II.4.Agents et solutions de désinfection.....	15
II.4.1.Eau chaude .....	15
II.4.2.Vapeur .....	15
II.4.3.Chlore .....	15

II.4.4. Iodophores .....	15
II.4.5. Composés d'ammonium quaternaire.....	16
II.4.6. Acide peracétique et peroxyde d'hydrogène .....	16
II.5. Sélection des unités de NEP.....	16
II.5.1. Le NEP avec utilisation d'un détergent fraîchement préparé.....	16
II.5.2. Le NEP avec réutilisation des détergents.....	16
II.5.3. Les systèmes centralisés.....	17
II.5.4. Les systèmes décentralisés.....	17

### **Chapitre III :Processus de fabrication de jus d'orange *pulpy* : *Minute Maid***

III. Processus de fabrication de jus d'orange <i>pulpy</i> : <i>Minute Maid</i> .....	18
III.1. La technologie de fabrication.....	18
III.1.1. Contrôle de l'eau de process .....	18
III.1.1.1. La filtration .....	18
III.1.1.1.1. La filtration sur sable.....	18
III.1.1.1.2. Filtration sur charbon actif.....	19
III.1.1.1.3. Filtration sur filtre à cartouche .....	19
III.1.1.1.4. Déminéralisation par osmose inverse.....	19
III.1.1.1.5. Adoucisseur .....	19
III.1.1.1.6. La désinfection par ultra-violet.....	19
III.1.2. Les étapes de préparation de la boisson.....	21
III.1.2.1. La préparation du sirop simple.....	21
III.1.2.2. Préparation de pectine.....	21
III.1.2.3. Incorporation des concentrés .....	21

III.1.2.4.Préparation de la pulpe.....	21
III.1.2.5.Préparation de la boisson jus <i>pulpy</i> orange .....	21
III.1.2.6.Pasteurisation.....	22
III.1.2.7.Conditionnement.....	23
III.1.3.Nettoyage et désinfection.....	25
III.1.3.1.Nettoyage en place du matériel .....	25
III.1.3.2.Lavage des bouteilles .....	26
III.1.3.2.1. Le prélavage .....	26
III.1.3.2.2.Le lavage.....	26
III.1.3.2.3. Le rinçage.....	26

#### **Chapitre IV : Matériel et méthodes**

IV. Matériel et méthodes .....	28
IV.1.Matériel.....	28
IV.2.Méthodes.....	28
IV.2.1.Méthode de sanitation.....	28
IV.2.1.1.Fréquence de sanitation.....	28
IV.2.1.2.Procédure de nettoyage et sanitation en cinq étapes.....	29
IV.2.2.Méthode d'échantillonnage .....	29
IV.2.2.1.Plan d'échantillonnage .....	30
IV.2.3.Analyses physico-chimique.....	30
IV.2.3.1.Analyse physico-chimique sur le produit de sanitation.....	32
IV.2.3.2.Matières premières.....	32
IV.2.3.2.1.Les contrôles physicochimiques de l'eau de process.....	35

IV.2.3.2.2. Contrôle physicochimique de sucre .....	35
IV.2.3.3. Les produits intermédiaires .....	36
IV.2.3.4. Produit fini .....	37
IV.2.4. Analyses microbiologiques : .....	42
IV.2.4.1. Recherche et dénombrement des différents germes .....	42
IV.2.4.2. Les analyses microbiologiques de l'ambiance.....	46
IV.2.5. Les analyses organoleptiques.....	49
IV.2.5.1. Eau de process.....	49
IV.2.5.2. Le sucre.....	49
IV.2.5.3. Boisson au jus d'orange stockée .....	50
IV.2.6. Analyse statistique.....	51
IV.2.6.1. Notion d'analyse de la variance (ANOVA).....	51

## **Chapitre V : Résultats et discussion**

V.1. Résultats des analyses statistiques.....	52
V.1.1. Effet de CIP sur la qualité du produit fini.....	52
V.1.2. Effet de température et la durée de stockage sur la qualité du produit fini....	52
V.2. Résultats des analyses physico-chimiques : .....	55
V.2.1. L'eau de sanitation.....	55
V.2.2. L'eau de process .....	56
V.2.3. Sucre.....	59
V.2.4. Produit intermédiaire .....	60
V.2.4.1. Sirop simple .....	60
V.2.4.2. Sirop fini .....	60

V.2.5.Produit fini avant soutirage.....	61
V.2.6.Résultats des analyses physicochimiques du produit fini au cours du stockage à différents températures.....	62
V.2.6.1.Evolution de la pulposité au cours du stockage.....	62
V.2.6.2.Evolution du degré de Brix au cours du stockage.....	63
V.2.6.3.Evolution du pH au cours du stockage.....	64
V.1.5.4.Evolution de l'acidité au cours du stockage.....	65
V.1.5.5.Evolution de la densité relative au cours du stockage.....	66
V.1.5.6.Evolution de la vitamine C au cours du stockage.....	67
V.1.5.7.Evolution de l'indice de formol au cours du stockage.....	69
V.2. Résultats des analyses microbiologiques.....	70
V.2.1. Eau de sanitation.....	70
V.2.2. Eau de process .....	71
V.2.3.Sucre.....	72
V.2.4.Produit intermédiaire.....	73
V.2.5.Résultats microbiologiques de l'ambiance .....	74
V.2.6.Résultats microbiologiques des équipements de production.....	74
V.2.7.Résultats des analyses microbiologiques du produit fini au cours du stockage.....	75
V.2.8. Résultats des analyses organoleptiques du produit fini .....	76
<b>Conclusion</b> .....	<b>79</b>

## **Références bibliographiques**

## **Annexes**



# Introduction

---

## Introduction

Avec l'accroissement de la population mondiale, l'industrie agroalimentaire a entrepris des adaptations structurelles pour répondre aux nouvelles exigences des consommateurs (**Gurria, 2008**). Elle englobe toutes les activités allant de la production des denrées alimentaires brutes à l'approvisionnement du consommateur (**Ait abdelouahab, 2008**) ; ces préoccupations ne sont plus seulement d'ordre quantitatif mais également d'ordre qualitatif (**Brangel et al., 2007**).

La qualité d'hygiène est une exigence fondamentale dans les IAA mais de nombreuses entreprises considèrent les procédures de nettoyage comme un mal nécessaire qui prend beaucoup de temps (**Moerman, 2007**) car toutes les industries possèdent d'énormes équipements et des machines pour le processus de fabrication ; donc les industries ont besoin des mécanismes qui peuvent être de longue durée et très efficace afin de fournir des produits de meilleure qualité, les surfaces, les récipients et le matériel en contact avec le produit alimentaire doivent être constamment maintenus à un bon niveau de propreté (**Bonnefoy et al., 2002**). Le système NEP (Nettoyage En Place) ou *CIP (Cleaning In Place)*, a l'avantage de permettre un nettoyage efficace, rationnel qui permet aussi d'économiser la main d'œuvre, de simplifier et d'éviter le gaspillage d'eau et de détergent (**Weber, 1985**), et contribue également à prolonger la durée de vie des équipements et permet d'économiser sur les frais d'entretien (**Moerman, 2007**).

Malgré que l'eau joue un rôle essentiel dans la satisfaction des besoins humains hydriques (**Le louarn, 2007**) car toutes les réactions chimiques et métaboliques se font dans et avec l'eau (**Vierling, 2008**), d'autres boissons telles que les jus de fruits permettent d'associer le besoin en plaisir. En effet, les jus de fruits participent à notre équilibre alimentaire par son apport nutritif varié tel que les vitamines, les minéraux et les glucides.

Les agrumes ont toujours tenu une place privilégiée au sein des sociétés d'hier et d'aujourd'hui. Mais bien souvent, leur instinct leur soufflait que les bienfaits de ces fruits assurent, en réalité, une présence plus longue et une meilleure santé sur Terre (**Virbel-Alonso, 2011**).

## Introduction

---

Grâce à sa grande teneur en eau, les jus d'orange *pulpy* peut être le siège d'altérations physicochimiques et microbiologiques lors de la fabrication et au cours du stockage.

Dans cette optique ; on s'est proposé d'étudier l'influence du *CIP* sur la qualité de jus d'orange *pulpy* (*Minute Maid*) et ainsi l'étude de la stabilité de ce produit au cours de stockage ( pendant 40 jours) à différents températures (4°C, ambiante et 45°C) où des analyses physicochimiques (teneur en pulpe, Brix, acidité, pH, teneur en vitamine C et indice de formol), microbiologiques(germes totaux, levures et moisissures et TAB(*thermo acidophyl bacterium*) et organoleptiques (gout, flaveur et couleur) ont été effectuées.

## I. Généralités sur l'orange et les jus d'orange

Les agrumes appartiennent à la famille des Rutacées, qui comporte environ 900 espèces, pour la plupart ligneuses. Ces plantes sont caractérisées par la présence dans presque toutes ses parties, de glandes riches en huiles essentielles, aromatiques (**Polèse, 2005**).

Les agrumes comprennent trois genres principaux : *Citrus*, *Fortunella* et *Poncirus* (**Polèse, 2005**), incluant les oranges, les tangerines (clémentine et mandarine), les satsumas, les pamplemousses, les citrons et les citrons verts. Les deux tiers de la production mondiale d'agrumes sont constitués par les oranges (**Boehnke et Ricupero, 2004**)

### I.1. Généralités sur l'orange

#### I.1.1.L'oranger

Ces arbres produisent des oranges douces et des oranges amères. Tous deux ont pour origine l'Asie du Sud-Est tropical et subtropicale. Ils sont cultivés depuis des milliers d'années dans tout l'Extrême-Orient (**BABO, 2006**).

#### I.1.2.L'orange

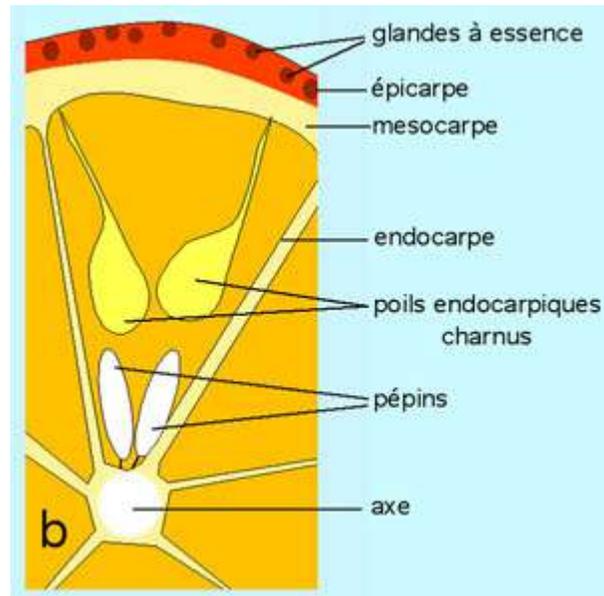
Fruit comestible du genre *Citrus*, *Citrus sinensis* (L.) selon le **CODEX STAN 247-2005**, Les oranges sont des fruits agrumes de forme ronde, avec une peau finement texturée qui est bien entendu de couleur orange tout comme leur chair pulpeuse (**Anonyme, 2005**). La peau de ce fruit peut varier en épaisseur (de très fine à très épaisse) (**Maribeaux, 2011**). L'orange est réputée pour sa richesse en vitamine C. Elle contient également des fibres, du calcium, du potassium et du magnésium. C'est un fruit très nutritif et peu calorique. Tonique, reminéralisante, elle renforce les défenses naturelles (**Lactoste, 2008**).

On divise les oranges en trois groupes : les navels, les blondes et les sanguines (**Polèse, 2005**).

#### I.1.3.Structure et morphologie de l'orange

Le fruit, de forme sensiblement sphérique ou ovoïde, est revêtu d'une peau composée d'une fine pellicule coloré ou « flavédo » riche en huiles essentielles et caroténoïdes, et d'une partie interne blanche ou « albédo » riche en pectine. La partie interne du fruit est divisée en tranches

revêtues de fine membrane et contenant généralement les pépins (**Espiard, 2002**). La figure 1 montre les différents constituants morphologiques de l'orange.



**Fig.1:** Caractéristiques morphologiques d'une orange (**Huet, 1991**).

#### I.1.4. Qualités nutritionnelles de l'orange

L'orange est riche en eau (75 à 85%), en vitamine C (53 milligrammes pour 100 grammes). (**Apfelbaum et Romon, 2009**). Moins connu, l'orange est source de calcium (40 milligrammes pour 100 grammes), de potassium, de vitamines du groupe B, de fibres et des quantités insignifiantes d'acides aminés et d'acides gras, des sucres de 15 à 18% (**Masson, 2004**).

## I.2. Généralités sur les jus d'orange

### I.2.1. Définition du jus

La dénomination « jus de fruits de manière générale est réservée au produit provenant de la pression de fruits ou de légumes frais, sains et mûrs, non fermentés et ne contenant pas d'alcool (traces inférieure à 1 degré) (**Lefrancq et Roudaut, 2005**), possédant la couleur, l'arôme et le goût caractéristique du jus de fruit dont il provient. Les arômes des fruits, les pulpes et les cellules provenant du jus sont séparés pendant la transformation peuvent être restitués (**Renaudin et Prolongeau, 2009**). Selon **Minceur (2006)**, le jus de fruit est un : «*suc naturel d'un fruit obtenu par pression ou par centrifugation*».

La définition du jus de fruits donnée par le Codex est que *le jus est le liquide non fermenté, mais fermentescible, tiré de la partie comestible de fruits sains, parvenus au degré de maturation approprié et frais ou de fruits conservés dans de saines conditions par des moyens adaptés et/ou par des traitements de surface post-récolte appliqués conformément aux dispositions pertinentes de la Commission du Codex Alimentarius (Anonyme, 2005).*

## **I.2.2. Classification des jus**

### **I.2.2.1. Pur jus de fruits (ou 100% pur jus de fruits)**

Une boisson qui porte cette dénomination ne peut comporter, selon la législation, aucun additif. Il est obtenu par pression puis pasteurisé avant d'être conditionné (Cohen *et al.*, 2011).

### **I.2.2.2. Jus de fruits à base de concentré**

Produit obtenu, à partir de jus de fruits concentré, après restitution de la proportion d'eau extraite du jus lors de la concentration, l'eau ajoutée présentant des caractéristiques appropriées, notamment du point de vue chimique, microbiologique et organoleptique, de façon à garantir les qualités essentielles du jus (Vierling, 2008). Le concentré de jus de fruits est le produit, après élimination physique d'eau (de ce jus) dans une quantité donnée suffisante pour augmenter le degré Brix de 50 % ou plus (Anonyme, 1991).

### **I.2.2.3. Nectar de fruits**

Ils sont obtenus, en ajoutant de l'eau avec ou sans addition de sucre à des jus de fruits (Amiot-Carlin *et al.*, 2008). Les nectars sont semblables aux jus de fruits mais sont constitués avec de la pulpe ou de la pulpe de fruits. Ils « contiennent souvent au moins 50% de pulpe de fruits diluée dans 50 à 70 % d'eau, selon la quantité de pulpe présente » (Wu and Pilar Cano, 2012). Dans la catégorie de nectar, la boisson conditionnée a une teneur plus faible de jus pur, allant de 25% à 99% en fonction des lois de chaque région à travers le monde. Contrairement à jus 100% jus pur, nectar peut contenir des édulcorants, colorants et conservateurs (Neves et Trombin, 2011).

#### I.2.2.4. Jus de fruits déshydraté/en poudre

Le produit obtenu à partir de jus de fruits d'une ou plusieurs espèces par l'élimination physique de la quasi-totalité de l'eau de constitution (**Mer et al., 2003**).

#### I.2.2.5. Jus de fruit concentré

Ils sont obtenus par élimination physique d'une partie déterminée de l'eau de constitution. Leur concentration est d'au moins 50% lorsqu'ils sont destinés à la consommation directe. Les boissons à base de fruit contiennent de 10 à 49% de jus de fruits. (**Branger et al., 2009**). Le jus concentré a été déshydraté avant de l'emballer (**L.D., 2007**).

#### I.2.3. Biochimie des jus de fruits :

D'après **Brulé et al. (2007)**, le constituant le plus abondant d'un jus de fruit est naturellement l'eau qui représente entre 75 et 90 % de la masse. Les solutés peuvent être divisés en trois groupes selon leur importance pondérale.

Dans le premier se trouvent les composés présents de quelques grammes à quelques centaines de grammes par litre. Ils constituent l'essentiel de l'extrait sec de jus et participent à l'équilibre de sa saveur :

-les sucres solubles ( $100 \text{ à } 200 \text{ g.L}^{-1}$ ) : glucose, fructose, saccharose dans des proportions variables selon les fruits ;

-les acides organiques ( $2 \text{ à } 15 \text{ g. L}^{-1}$ ) : acide citrique dans les agrumes, acide tartrique dans le raisin, acide malique dans la pomme et le raisin, etc.

Dans le deuxième groupe, peuvent être rassemblés les composés quantitativement moins abondants mais présentant un fort impact technologique :

-les pectines ( $0,1 \text{ à } 2 \text{ g. L}^{-1}$ ) jouant un rôle dans la stabilité colloïdale et la clarification du jus ;

-les composés aminés ( $0,05 \text{ à } 0,5 \text{ g. L}^{-1}$ ) intervenant dans les réactions de brunissement non enzymatique suite aux traitements thermiques et certaines enzymes pouvant avoir des effets favorables ou défavorables sur l'élaboration du produit et ses qualités organoleptiques ;

-les composés phénoliques (0,1 à 5 g. L<sup>-1</sup>), substrats du brunissement enzymatique et également impliqués dans l'amertume et l'astringence des jus.

Dans un dernier groupe, sont réunis les solutés peu abondants comme les composés volatils et les vitamines qui participent aux qualités aromatiques et nutritionnelles des jus de fruits.

#### **I.2.4. Définition de jus pulpeux orange**

Il s'agit de jus d'orange complétés avec de l'eau et du sucre. La législation impose une teneur minimale en jus d'orange de 50 %.(Anonyme, 2006).

##### **I.2.4.1. Matières premières et additifs**

###### **I.2.4.1.1. L'eau**

C'est le constituant majeur du jus (92%). L'eau est un élément essentiel pour l'organisme intervient comme agent de dilution d'un concentré. Sa consommation importante implique une surveillance rigoureuse tant sur le plan organoleptique, physicochimique et bactériologique (Petitpain-Perrin, 2006).

###### **I.2.4.1.2. Le Sucre**

La définition légale du mot sucre désigne le saccharose, mais on en emploie souvent ce mot au pluriel « les sucres » pour dénommer l'ensemble de glucides à saveur sucré (Debry et Dermally, 1996).

Le sucre ou saccharose vient principalement de la betterave sucrière, de la canne à sucre, de la sève d'érable et de certaines variétés de maïs. Il est extrait sous forme de cristaux, puis raffiné pour le blanchir et broyé selon la consistance désirée (Soliane, 2010). Il a un index moyennement élevés (Bourré, 2012). Diholoside non réducteur très répandu dans le règne végétal, particulièrement dans la betterave sucrière et la canne à sucre. Il est formé d'un résidu glucosyle et d'un résidu fructosyle, d'où son nom :  $\alpha$ -D-glucopyranosyl (1 → 2) fructofuranoside (Armand TIBI, 2013).

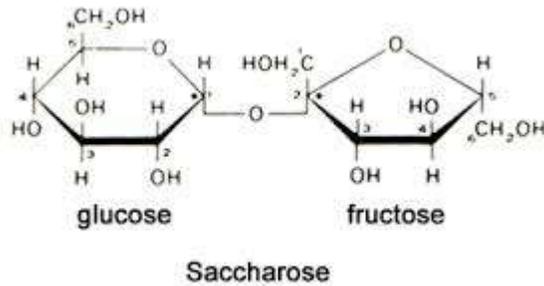


Fig.2 : Structure du saccharose (Bellon *et al.*, 1997).

#### I.2.4.1.3.La pulpe

C'est la partie comestible du fruit ; elle représente 50 à 80% du fruit, elle est formée par l'endocarpe. Cet endocarpe est constitué par un ensemble de poils ou vésicules renferment le jus (40 - 55 %) et les matières insolubles (20 – 30 %) qui sont regroupés en quartiers (**Anonyme, 2005**)

#### I.2.4.1.4.Le concentré de jus d'orange

Le concentré de jus est préparé à partir de jus naturel avec une concentration jusqu'à 70% de la matière sèche, ensuite est rajoutée une quantité d'eau potable égale à celle qu'on avait retiré. Les jus obtenus par cette méthode doivent porter la mention « jus de fruit à base de concentré ». Le produit obtenu à base de jus concentré doit être d'apparence de jus d'orange frais, avoir une très belle couleur et ne montre aucun signe de coagulation ou de séparation de matière. (**Anonyme, 2005**). Conservé exclusivement par des procédés physiques, obtenu par une opération de concentration à partir des matières premières (**Anonyme, 2004**).

#### I.2.4.1.5.L'additif alimentaire

On entend par additif alimentaire toute substance habituellement non consommée comme aliment en soi et habituellement non utilisée comme ingrédient caractéristique dans l'alimentation, possèdent ou non une valeur nutritive, et dont l'adjonction intentionnelle aux denrées alimentaires, dans un but technologique au stade de leur fabrication, transformation, préparation, traitement, conditionnement, transport ou entreposage, a pour effet de devenir elle-même, ou ses dérivés un composant des denrées alimentaires (**Multon, 1992**). Ils entrent dans

la composition de quasiment tous les produits de l'industrie agro-alimentaire (**Bremaud et al., 2006**). Dans l'Union Européenne, les additifs alimentaires sont identifiés par numéro commençant par « E » (**Anonyme, 2013**). Un contrôle inadéquat des additifs alimentaires peut conduire à des dangers chimiques et biologiques (**Lepien, 2001**).

Il y'a 24 catégories d'additifs alimentaires mais pour ce qui concerne le jus d'orange il s'agit de :

#### **a) Arômes**

Les arômes sont les extraits de fruits, de plantes, etc. utilisés pour conférer un certain goût ou une saveur à des boissons, denrées alimentaires et autres produits (**Aerts, 2006**). Ils sont présents dans les aliments en très faibles quantités, voire à l'état de traces (**Camus et Richard, 2005**).

#### **b) Colorants**

Les colorants alimentaires sont utilisés pour ajouter de la couleur à une denrée alimentaire, ou rétablir sa couleur originale (**FAO et OMS, 2001**). Les colorants alimentaires naturels ou synthétiques sont identifiés par des codes déterminés par la Communauté Economique Européenne (CEE), allant d'E100 à E180 (**Ben Mansour et LatrachTlemceni, 2009**). Ils sont liquides, en pâte ou en gel (**Blais, 2013**). Certains sont parfaitement naturels et sans danger pour la santé, d'autres en revanche sont d'une haute toxicité (**Angrand, 2009**).

#### **c) Acidifiants**

Ce sont les substances qui augmentent l'acidité d'une denrée alimentaire et/ou lui donnent un goût acide. Ils contribuent à la conservation des aliments par diminution du pH (**Anonyme, 1995**). L'acidification des produits alimentaires est un procédé de conservation traditionnel (**Prévost et Guibamd, 2005**).

#### **d) Acide citrique : E330**

L'acide citrique ( $C_6H_8O_7$ ), est une substance incolore, se dissolvant facilement dans l'eau et au goût très acide. Il est présent dans les agrumes et peut être produit industriellement par fermentation d'hydrate de carbone (sucre), utilisé comme arôme et comme additif alimentaire

pour son action antioxydant (**Bribosia et al., 2004**). Il est fréquemment présenté comme inoffensif, si ce n'est qu'il peut attaquer l'émail des dents, aphtoses, allergies (sensibilisation), et autres problèmes à hautes doses, il doit être consommé en modération (**Pauling, 2004**).

#### e) Acide ascorbique : E 300

C'est un acide organique ayant des propriétés anti oxydantes. Il est présent sous la forme (acide L-ascorbique ou vitamine C) dans les oranges, les jus de fruits et les légumes frais (**Anonyme, 1995**). Il est très sensible à l'exposition à l'air et à la lumière, pour la cuisson selon le mode utilisé, en détruit de 30% à 50% (**Medart, 2009**).



**Fig.3** : Structure de la vitamine C (**Bourgeois, 2003**)

#### f).Les émulsifiants

Les émulsifiants sont des substrats permettant de lier des liquides hétérogènes afin de les rendre homogènes entre eux. Ces additifs alimentaires sont des molécules qui possèdent deux extrémités, l'une ayant une affinité pour l'eau, et la seconde pour l'huile, permettant une dispersion équilibrée, l'un dans l'autre, de ces deux liquides, créant une émulsion totale (**Riom, 2013**).

**g).Gomme arabique ou Gomme d'acacia : E414**

La gomme arabique est un polysaccharide acide fortement ramifié qui se présente sous la forme de mélanges de sels de potassium, de magnésium et de calcium (**Anonyme, 2013**). Elle est préparée à partir d'un exsudat de tiges et de branches des arbres sub-Sahariens(de la zone de Sahel) (**Ghabrit, 2012**).

La gomme arabique est rapidement soluble dans l'eau froide ou chaude et elle est stable en milieu acide (**Anonyme, 1995**).

**h). Gomme ester : E445**

La résine est obtenue par extraction au solvant ; suivit d'un raffinage au solvant liquide. Se présente sous forme de solide dur, jaune à ambre clair. La Formule chimique de l'E445 (Gomme ester) est :  $C_{20}H_{30}O_2$  (acide résinique) (**Anonyme, 1995**).

**i).Epaississants :**

Ce sont les substances ajoutées à une denrée alimentaire, en augmentent la viscosité. Parmi les épaississants, la pectine (E440) qui est souvent employées à cet effet (**Anonyme, 1995**).

**j).La pectine : E 440**

Les pectines sont des polysaccharides ramifiés comportant une grande proportion de résidus galacturonate de charge négative, à cause de ces nombreuses charges négatives, les pectines séquestrent des cations et emprisonnent des molécules d'eau, en donnant un gel(**Cooper, 1999**). Les acides pectiques sont les produits complètement diméthyles ; ils deviennent insolubles dans l'eau, sauf sous forme de sel alcalin (**Alais et al., 2003**).

**I.2.5.Effet des jus sur la santé :**

Comme tous produits issus de l'industries agroalimentaire, le jus d'orange pulpeux a des avantages comme des inconvénients; parmi ces avantages on cite ;

Les effets bénéfiques sur la santé cardiovasculaire seraient dus à la présence d'hespéridine, qui est une substance complexe de la famille des polyphénols (**Lami, 2010**) ayant divers propriétés telle que la diminution de la perméabilité des capillaires sanguines et l'augmentation de leur résistance, elle est utilisé dans la prévention des accidents hémorragiques causés par une hypertension (**Nadiya, 2012**). Le jus de fruit orange contient des minéraux et des vitamines qui sont absorbées plus efficacement qu'à partir des gélules. Lors de broyage de fruit pour l'obtention de jus on fait éclater la cellulose qui libère des substances thérapeutiques qui facilitent l'absorption des vitamines et minéraux (**Kleiner, 2007**). Les jus d'orange contiennent de la vitamine C, qui est également vitale pour le bon fonctionnement de système immunitaire sain, Aussi la vitamine C est un anti oxydant hydrosoluble primaire dans l'organisme (**Maribaux, 2011**) dont l'apport recommandé ne fait exception aucune catégories d'âge, par exemple ; AQR de la vitamine C pour les enfants 1-3ans :60mg, adulte : 100mg, fumeur : 120mg. (**Pauling, 2004**). Elle augmente la solubilité du fer non héminique, le rendant aussi plus disponible pour être absorbé dans le milieu alcalin de l'intestin grêle. (**McARDELE, 2004**). Un apport de vitamine C est associé à un risque réduit de cancer de colon (**Maribaux, 2011**). Elle contribue à la neutralisation des radicaux libres (**Lecerf, 2008**). Les jus d'orange pulpeux contiennent des fibres qui ont un rôle dans la réduction de LDL et la prévention du surpoids, de l'obésité (**Gene et Spiller, 2007**). Parmi les inconvénients on cite ;

Caries dentaires et diminution de l'email dentaire (**Roxane, 2010**). Les jus d'orange semblent particulièrement nuisibles aux personnes qui souffrent de fatigue surrénalienne, probablement à cause de fruit concentré et pesticides lors du traitement de fruit (**Wilson, 2001**). Certaines personnes ont des réactions allergènes face aux oranges (**Roxanne, 2010**). La consommation excessive de boissons riches en sucres constitue un facteur de risque commun à l'obésité (**Catteau et al., 2011**). Les additifs lorsque ne sont pas consommés en modération peut provoquer : irritabilité, agitation, difficulté à s'endormir, anxiété, dépression, crises de panique, inattention, difficultés de concentration ou fatigue, retard de langage, des difficultés d'apprentissage, l'eczéma, l'urticaire et autres éruptions cutanées avec démangeaisons, maux d'estomac, ballonnements, et d'autres symptômes du côlon irritable (**Anonyme, 2010**).

**I.2.6. Altérations de jus de fruit****I.2.6.1. Brunissement non enzymatique**

Le brunissement non enzymatique regroupe un ensemble de réactions chimiques intervenant lors de la préparation ou le stockage des denrées alimentaires. Ils est responsable de la formation de composés colorés bruns, de substance volatiles et sapides qui conditionnent la qualité sensorielle des aliments. **(Brulé et al., 2006)**

## II. Généralités sur les CIP

Les opérations de nettoyage et désinfection ont pour but l'élimination des souillures et la destruction des micro-organismes et sont parmi les opérations les plus importantes des industries alimentaires et biologiques, et cela pour divers raisons (**Bimbenet et al., 2002**). Les zones où ont lieu les opérations de transformation devraient être préservées autant que possible de l'humidité (**Codex alimentarius, 2008**), pour cela on utilise un nettoyage en place (NEP) qui repose sur la circulation d'eau, d'agents de nettoyage et de désinfectant par pompage (**Huss, 1999**).

### II.1. Définition de CIP

Le nettoyage en place (NEP ou CIP pour *Cleaning In Place*) est une technique largement utilisée dans les industries agroalimentaires, pour le nettoyage et la désinfection de systèmes fermés composés de réseaux de connections tubulaires reliant différents équipements et cuves par la circulation d'eau, de détergents et/ou de désinfectants (**Vanston, 2010**). Les opérations de nettoyage se réalisent sans démontage des équipements (**Libecq et Marchandise, 2008**), afin d'assurer aux surfaces en contact avec des denrées alimentaires un nettoyage répondant à des critères de qualité (nécessaires et suffisants en fonction des produits finis et du process) et de reproductibilité. Cette fonctionnalité est assurée par la station de nettoyage en place (**Vanston, 2010**). Le nettoyage en place, NEP consomme une partie importante du temps pendant lequel l'équipement est improductif et la main d'œuvre est mobilisée (**Alvarez et al., 2010**).

### II.2. Les opérations de nettoyage en place

Un cycle de nettoyage comprend en général les séquences suivantes :

Le prélavage, le nettoyage en phase alcaline, le premier rinçage intermédiaire l'enlèvement des dépôts minéraux en phase acide, le deuxième rinçage intermédiaire, la désinfection, le rinçage final (**Anonyme, 2010**).

### II.3. Facteurs déterminant l'efficacité du nettoyage

La conduite optimale du NEP nécessite une bonne connaissance des paramètres déterminant l'efficacité de l'opération de nettoyage. Ces paramètres au nombre de quatre ;

### II.3.1. Le temps

Le temps global de contact dépend de la longueur des circuits de NEP, l'équipement à nettoyer et de l'importance de l'encrassement à éliminer **(Bouix et Leveau, 2005)**.

### II.3.2. La température

La température de l'eau de lavage des surfaces ouvertes souhaitée est de 50°C à 55°C, pour le lavage en NEP, plus la température est élevée plus les réactions sont rapides mais des réactions chimiques indésirables entre le détergent sont possible, les faibles températures, tout en préservant les équipements, rendent l'opération de nettoyage trop longue et donc économiquement inintéressante. De plus, en deçà d'un certain seuil de température (environ 40 à 50°C), des réactions entre le détergent et les composés de la souillure peuvent conduire à une gélification de cette dernière et rendre ensuite le nettoyage pratiquement impossible en place **(Bouix et Leveau, 2005)**.

### II.3.3. Le choix des détergents

Avant de choisir un détergent, il faut déterminer la nature des résidus à enlever, le type d'équipement à nettoyer et les caractéristiques des matériaux qui le comportent **(Vignola, 2002)**. Les produits de nettoyage doivent répondre à ces critères pour assurer un NEP d'efficacité optimale :

-Solubilité rapide et complète dans l'eau ; bon gonflement et donc arrachement aisé des souillures organiques ; bonne mouillabilité des surfaces ; assurer une bonne dispersion et mise en suspension des résidus solides; capacité à émulsifier les graisses; action anti-mousse pour les nettoyages avec circulation de détergent; non corrosif; rinçabilité aisée et complète ; économique; toxicité minimale. Il existe deux grands types de détergents, les détergents alcalins et les détergents acides, parmi les détergents alcalins, nous pouvons citer l'hydroxyde de sodium (soude) ou de potassium, Parmi les détergents acides, nous pouvons citer l'acide nitrique et phosphorique **(Bouix et Leveau, 2005)**.

### II.3.4. Action mécanique

En pratique l'action mécanique va varier avec les conditions de pression et de volume circulant (débit). Les pressions et débits volumiques dépendent des puissances respectives des pompes de soutirage et de gavage, du type de jet et de façon générale de la géométrie de l'installation à nettoyer en frais (**Bouix et Leveau, 2005**).

## II.4. Agents et solutions de désinfection

### II.4.1. Eau chaude

Selon KORE Coca cola, la désinfection à l'eau chaude nécessite une alimentation en eau potable à une température minimale 85°C. L'eau chaude doit être recyclée pour conserver une température d'au moins 75°C à la sortie de l'équipement stérilisé. Cette température doit être maintenue pendant 15 minutes au moins (**Anonyme, 2010**).

### II.4.2. Vapeur

Selon KORE Coca cola, la vapeur doit avoir un temps de contact minimal de 10 minutes une fois que l'équipement a atteint la température de 85°C. La vapeur ne peut être utilisée dans un circuit fermé (*CIP*) (**Anonyme, 2010**).

### II.4.3. Chlore

Les produits à base du chlore sont les agents les plus couramment utilisés parce qu'ils ont une bonne solubilité dans l'eau chaude et froide ; rinçage aisé sans dépôt des films ; inodores et non moussants et a un faible pH (inférieur à 7,5) (**Anonyme, 2010**). Il est peu stable (**Meunier, 2006**).

### II.4.4. Iodophores

L'iodophore est un désinfectant très efficace et, à la différence de javel, peut être utilisé sans danger comme un désinfectant sans rinçage (**Wizard, 2003**).

L'activité des iodophores est limitée dans une plage étroite de pH et ne peut donc convenir dans le cadre d'une usine fabriquant plusieurs produits. (**Anonyme, 2010**).

#### II.4.5. Composés d'ammonium quaternaire

Les composés d'ammonium quaternaire ont à la fois un pouvoir détergent et une activité microbicide. Ils sont interdits en industrie laitière (Bimbnet et al., 2002).

#### II.4.6. Acide peracétique et peroxyde d'hydrogène

Sa formule chimique est  $\text{CH}_3\text{-C(=O)-O-OH}$  c'est à-dire ( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_3$ ) ou ( $\text{CH}_3\text{-COOOH}$ )

-Il peut être obtenu par le mélange de l'acide acétique avec le peroxyde d'hydrogène selon la formule suivante :

Acide acétique + peroxyde d'hydrogène  $\rightleftharpoons$  acide peracétique + eau

$\text{CH}_3\text{-(COOH)} + \text{H}_2\text{O}_2 \rightleftharpoons \text{CH}_3\text{-(COOOH)} + \text{H}_2\text{O}$  (Abbara, 2003).

Il est instable, l'acide per acétique chauffé à plus de 110°C donne un mélange détonnant (Anonyme, 2010).

#### II.5. Sélection des unités de NEP

Le choix de type d'installation de NEP dépendra de la taille, de la complexité, de l'installation industrielle, mais également du type d'encrassement. Plusieurs types de station de NEP sont distingués généralement :

##### II.5.1. Le NEP avec utilisation d'un détergent fraîchement préparé

C'est le système le plus simple et au cout d'investissement le plus faible. Ce type de NEP comprend en général un bac de lancement, une pompe, des vannes et une injection directe de détergent et souvent de vapeur pour améliorer l'opération de nettoyage en augmentant la température. Il n'y a pas de bacs de stockage ni de batteries de vannes (Bouix et Leveau, 2005).

##### II.5.2. Le NEP avec réutilisation des détergents

De nombreux tanks, jusqu'à six, peuvent être nécessaires. Ils contiennent des détergents alcalins ou acides, des désinfectants ou encore de l'eau aussi bien pour la pousse à l'eau que pour les rinçages intermédiaires (Bouix et Leveau, 2005).

### II.5.3. Les systèmes centralisés

Devenant une entité à part entière le système de NEP peut très bien être localisé à part de la zone de production. En revanche, l'éloignement se traduit par un allongement des canalisations, une augmentation de volume des détergents à préparer du coût, des pertes thermiques et de la puissance de pompage (**Bouix et Leveau, 2005**).

### II.5.4. Les systèmes décentralisés

Lorsque les inconvénients cités pour les systèmes centralisés sont trop importants, il est souhaitable de multiplier les petites unités de NEP localisées près de chaque ligne ou groupe de lignes de traitement de produit (**Bouix et Leveau, 2005**).

### III. Processus de fabrication de jus d'orange *pulpy* : *Minute Maid*

Est une ligne de production généralement associée au jus d'orange mais maintenant étendue à toutes sortes de boissons à base de jus de fruits. Elle appartient à *The Coca-Cola Company* (Anonyme, 2013).

#### III.1.La technologie de fabrication

Un processus de fabrication est la succession de plusieurs étapes dont le but est l'obtention d'un produit destiné à la consommation.

A l'unité *Fruital*, la fabrication de la boisson *pulpy* est faite par la reconstitution du jus concentré, tout en passant par les étapes suivantes :

##### III.1.1.Contrôle de l'eau de process

L'eau utilisée à l'unité de *Fruital* provient du forage. Dans ce cas il est nécessaire de procéder à plusieurs filtrations afin d'éliminer des particules de matières minérales et organiques. Ces filtrations n'éliminent pas les microorganismes, il faut les détruire par stérilisation thermique ou par addition d'agents chimiques à effet bactéricide (chlore) et compléter cette opération par la désinfection aux rayonnements ultraviolets qui induisent des lésions au niveau de l'ADN des microorganismes provoquant leur mort. (Brulé et al, 2006).

La station de traitement des eaux comporte :

##### III.1.1.1.La filtration

C'est un procédé destiné à clarifier un liquide qui contient des matières en suspension en les faisant passer à travers un milieu poreux.

##### III.1.1.1.1.La filtration sur sable

La filtration s'effectue en faisant passer de l'eau brute à travers un milieu filtrant : 3 filtre à sable dont les capacités de traitement de chacun est de 55m<sup>3</sup> /h, le filtre est le silex qui retient les matières solides en suspension présentes dans l'eau. Le but de la filtration sur sable est l'élimination de toutes les impuretés (matières en suspensions) en tenant compte que la masse filtrante est caractérisée par sa granulométrie qui varie entre 0.9 et 2.5 mm (Anonyme, 2013).

#### **III.1.1.1.2.Filtration sur charbon actif**

Le filtre sur charbon actif, sert à adsorber les molécules de chlore libre, il permet de désodoriser l'eau provenant des cuves de filtre à sable et d'éviter la décoloration de la boisson ; après l'eau est destinée soit à l'osmose inverse en passant par les filtres à cartouches ou elle est destinée vers les adoucisseurs (Anonyme, 2013).

#### **III.1.1.1.3.Filtration sur filtre à cartouche**

Elle repose sur la filtration à basse pression, elle permet de retenir le colloïde afin de protéger la membrane de l'osmoseur (Anonyme, 2013).

#### **III.1.1.1.4.Déminéralisation par osmose inverse**

L'osmose inverse est un procédé de séparation en phase liquide par perméation à travers des membranes semi sélectives sous l'effet d'un gradient de pression. Les membranes retiennent 90-99% de tout l'élément minéral dissous ; 95-99% l'élément organique et 100% des matières colloïdales les plus fines (Anonyme, 2013).

#### **III.1.1.1.5. Adoucisseur**

Cette opération consiste à éliminer l'ion  $Mg^{+2}$  et  $Ca^{+2}$  éléments responsables de la dureté de l'eau et l'entartage des conduites. L'élément clé qui confère cette séparation est la résine échangeuse de cation R- Na qui retient le cation  $Mg^{+2}$  et  $Ca^{+2}$  d'une part et libère le cation  $Na^{+}$  de l'autre part, l'eau devient donc prêt pour passer à la chaudière, les laveuses des bouteilles (Anonyme, 2013).

#### **III.1.1.1.6.La désinfection par ultra-violet**

À la sortie des osmoseurs, l'eau est réservée dans les cuves de stockage, cette dernière va subir une opération de traitement de stérilisation par ultra-violet, avant de l'envoyer aux différentes lignes de production, afin d'éviter tout risque de contamination.

Le digramme suivant (fig.7) englobe les étapes de traitement de l'eau effectuée à l'unité Fruitall Coca cola

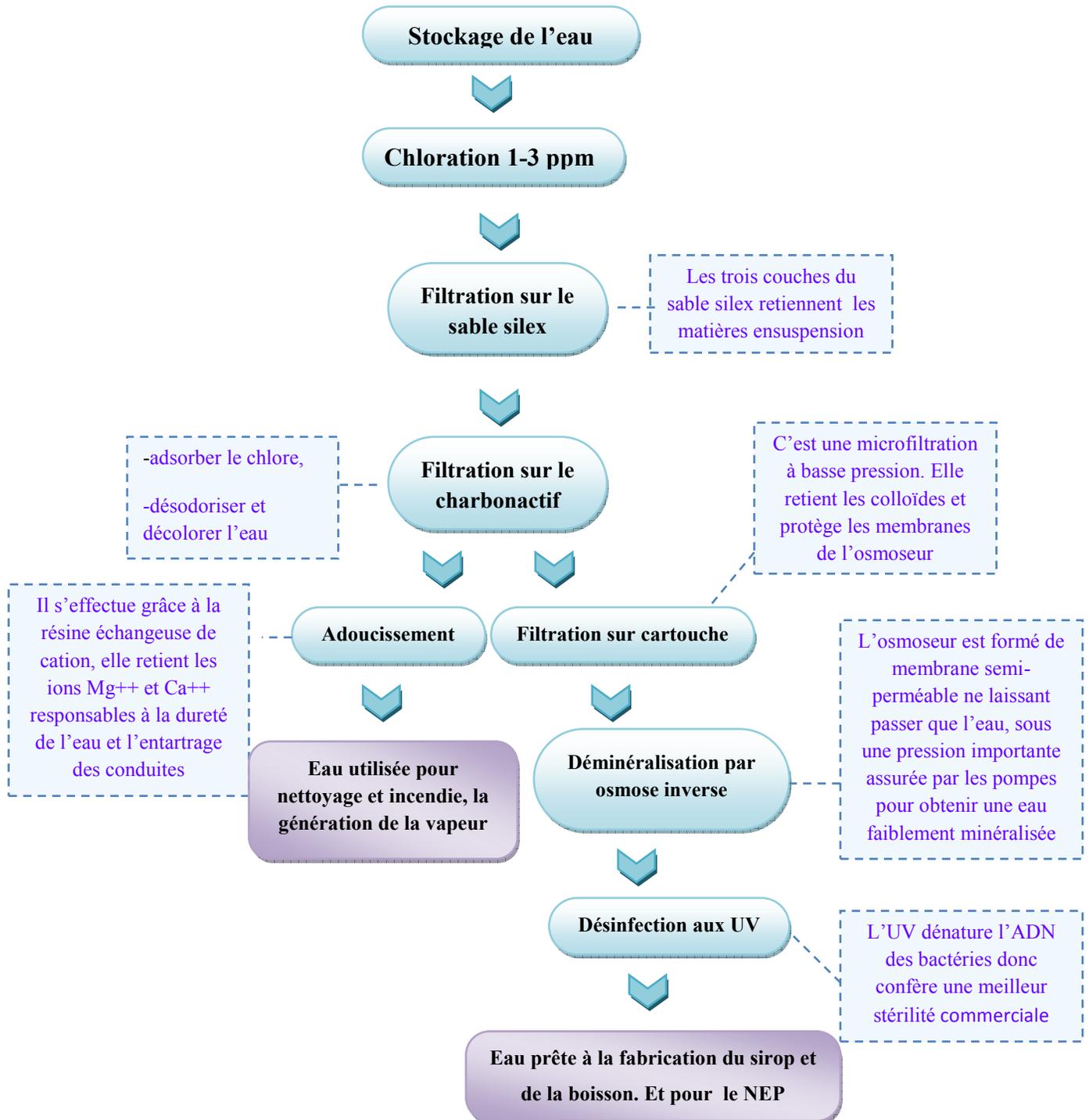


Fig.4: Diagramme de traitement des eaux à la station de Fruital (Anonyme, 2013).

### III.1.2. Les étapes de préparation de la boisson

#### III.1.2.1. La préparation du sirop simple

Dans un dissolvant, le sucre est incorporé et mélangé à l'eau grâce à un agitateur de 600 tours/min. En parallèle, le mélange est chauffé et pasteurisé par un système de chauffage à l'eau environ 80°C, durant 15min. Le sirop ainsi obtenu est dit « le sirop simple », il passe par un filtre à pré couche pour retenir tous les débris solides qui peuvent se présenter. Ensuite, il sera refroidit jusqu'à 14°C puis passera par un deuxième filtre de sécurité, pour qu'il soit prêt à l'opération suivante (**Anonyme, 2013**).

#### III.1.2.2. Préparation de pectine

Dans une trémie le sucre (3 sacs de 25Kg) est incorporé, il est mélangé avec la pectine (8 unités) et une quantité d'acide citrique ceci pour augmenter la solubilité de la pectine, en suite le mélange passe par un entonnoir pour la filtration puis va être mélangé avec de l'eau chaude, la température de l'eau est environ 70°C et la durée de l'opération est de 25 à 30 min, pour obtenir à la fin une solution stabilisante homogène, visqueuse et concentrée (**Anonyme, 2013**).

#### III.1.2.3. Incorporation des concentrés

Une fois le sirop simple préparé il sera acheminé vers la cuve de préparation de sirop fini où il sera additionné d'une quantité de concentré de Jus *Pulpy* orange, et des arômes orange suivie par le sirop de pectine le tout sera ajusté avec de l'eau traité jusqu'à l'obtention du Brix voulu. Cette préparation sera malaxée durant 30 min à température ambiante (**Anonyme, 2013**).

#### III.1.2.4. Préparation de la pulpe

La pulpe est reçue dans des futs, elle est broyée et un peu sèche. Pour faciliter le pompage de la pulpe vers le mixeur, on ajoute une quantité d'eau dans les futs ; Puis on ajoute une quantité d'eau au mixeur pour faciliter le déplacement de la pulpe dans le tuyau, ensuite on l'envoie vers la pulpe doseuse qui est munie d'un système volumétrique (**Anonyme, 2013**).

#### III.1.2.5. Préparation de la boisson jus *pulpy* orange

Dès l'arrivée du sirop fini à la ligne de production, il sera mélangé à l'eau préalablement désaérée sous pression à l'aide de l'incorporation de l'azote. Le remplissage se fait après le

dosage de la pulpe dans les bouteilles à raison de 3% pour le jus d'orange. Une fois les bouteilles seront remplies grâce à une soutireuse et fermé à l'aide de la bouchonneuse avec un couple de serrage compris entre 05 et 17 IN LBS, elles seront envoyées vers le tunnel de Pasteurisation **(Anonyme, 2013)**.

### III.1.2.6.Pasteurisation

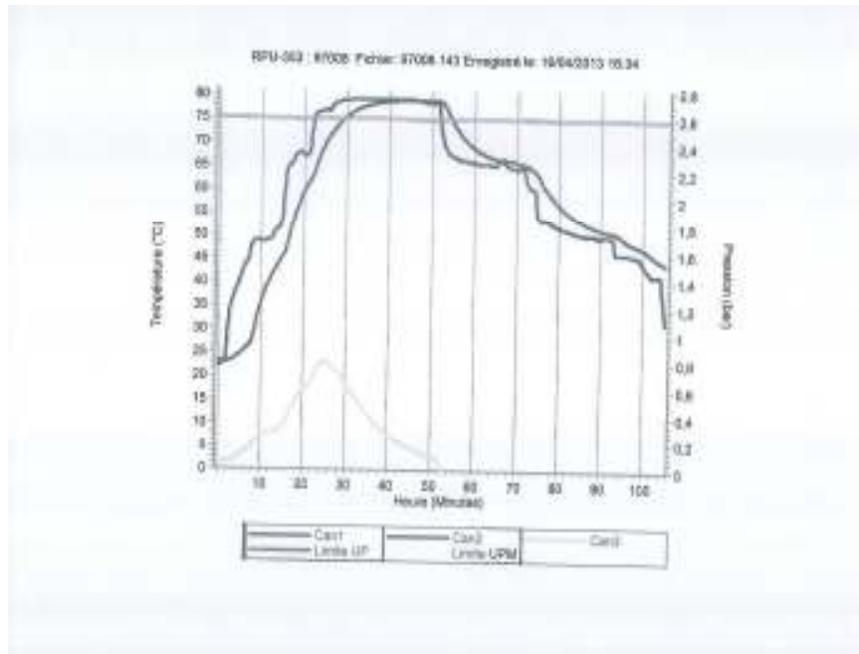
C'est une étape indispensable de stabilisation microbiologique, elle correspond à l'envoi des bouteilles en verre remplies et fermées au tunnel de Pasteurisation. Elle est constituée de 8 zones chaque zone à un temps et une température spécifique, dont le temps de passage des bouteilles dans le tunnel est d'une heure et demi (1h29mn) **(Anonyme, 2013)**. Le tableau 1 montre le temps et la température de chaque zone

**Tableau 1** : Caractéristiques des différentes zones de tunnel de Pasteurisation à l'unité *Fruital*

Zones	Type d'action	Temps	Température
1, 2,3	Pré chauffage	35 min	37°C, 55.9°C, 78°C
4,5	Pasteurisation	16.1 à 20mn	78°C, 79°C
6, 7,8	Refroidissement	29 min	63°C, 48°C, 35°C

**(Anonyme, 2013)**

Chaque heure, on vérifie la température des zones de Pasteurisation et toutes les 4heures on fait passer le baladeur (enregistreur des différentes températures dans le tunnel de Pasteurisation) dans le pasteurisateur avec les bouteilles et à la fin de pasteurisation, on prend le baladeur et on le branche sur l'ordinateur et les résultats seront affichés sous forme de graphe (fig.5).



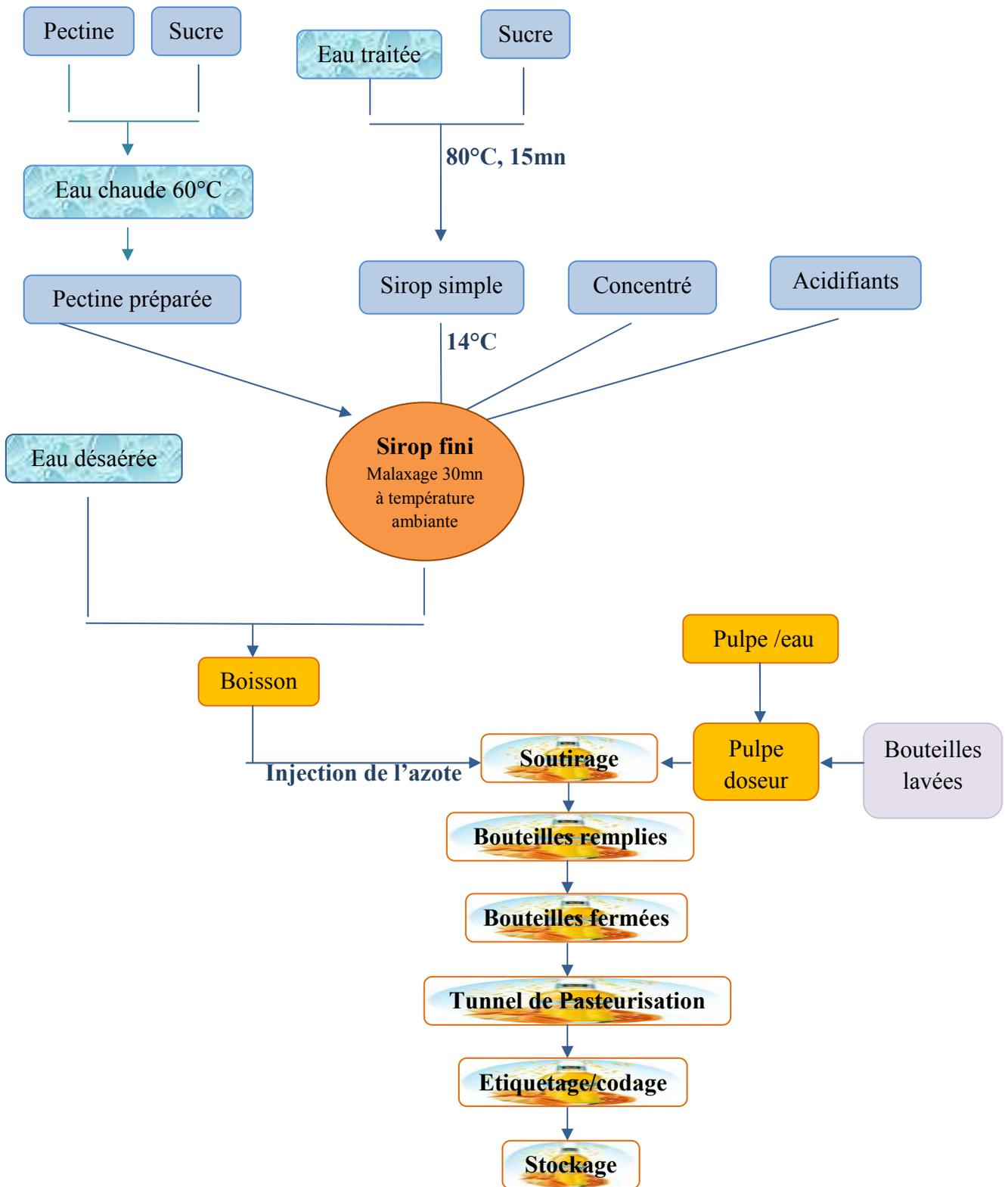
**Fig.5:** Variation de température en fonction du temps dans le tunnel de pasteurisation (**Anonyme, 2013**).

### III.1.2.7. Conditionnement

Après la sortie des bouteilles verres du tunnel de Pasteurisation, elles passent à l'étiquetage et codage, puis encaissage et stockage (**Anonyme, 2013**).

Le produit fini sera commercialisé après 5 jours, afin d'attendre les résultats microbiologiques et sous l'accord du responsable de laboratoire contrôle qualité. La fabrication de la boisson est réalisée en sept étapes (**Anonyme, 2013**).

Le diagramme de fabrication est représenté sur la figure 6

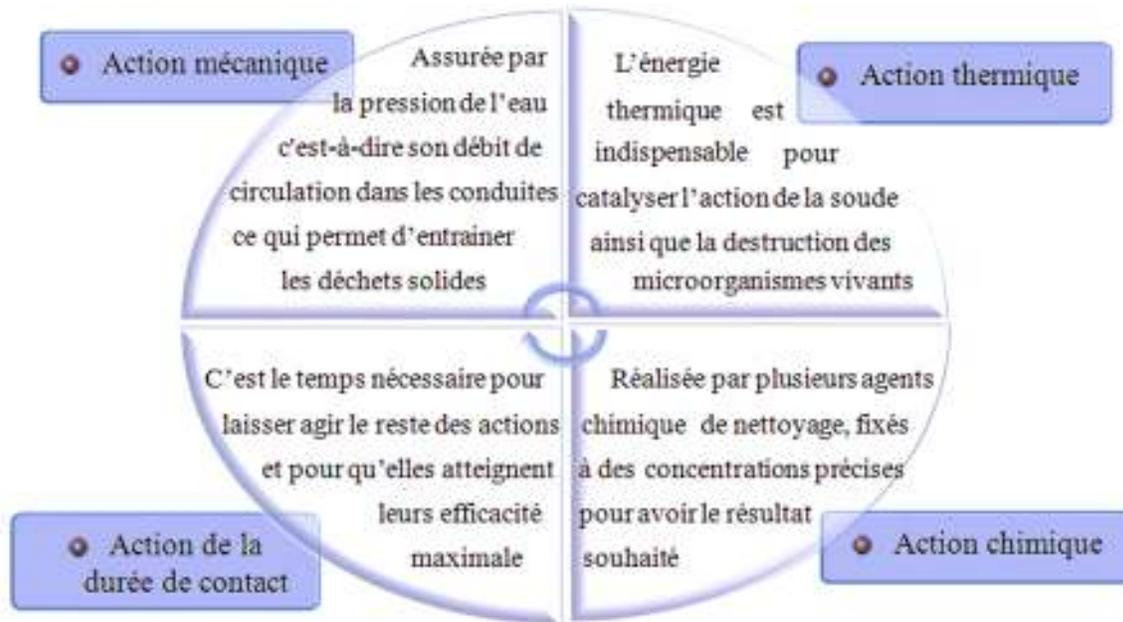


**Fig.6:** Diagramme de fabrication de la boisson « jus pulpy orange » au niveau de l'unité fruital (Anonyme, 2013).

### III.1.3. Nettoyage et désinfection

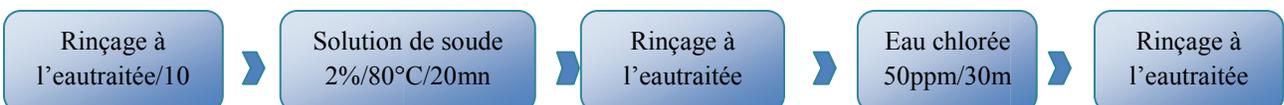
#### III.1.3.1. Nettoyage en place du matériel

Dans les industries agroalimentaires, le nettoyage et la désinfection font partie intégrante du processus de la fabrication. Parmi les outils rapides et efficaces, on a le NEP, c'est le Nettoyage En place du matériel et des conduites sans avoir recours à leurs démontages. Ceci est réalisé par la circulation d'une façon successive des liquides de pré lavage, de lavage, de désinfection et de rinçage. Le NEP est fondé sur quatre principes d'actions, représentés sur la figure 7 :



**Fig.7:** Schéma des quatre principes d'action du NEP (Anonyme, 2013).

Le NEP suivi par l'unité de Fruital est présenté selon le diagramme suivant (figure 8)



**Fig. 8:** système NEP au niveau de l'unité FRUITAL (Anonyme, 2013).

Ce NEP commence par le rinçage à l'eau en tant que fluide de nettoyage, ce dernier évacue les déchets solides et dissout le sucre. L'étape suivante c'est le lavage à la soude dotée d'un bon pouvoir dissolvant pour les protéines, dégraissant et bactéricide. Cette solution de soude doit être ensuite rincée à l'eau pour éviter son interaction avec le chlore et diminuer donc son efficacité. Après ce rinçage, il y aura le passage de l'eau chlorée dotée de propriétés décolorante, désodorisante, et désinfectante, en raison du pouvoir oxydant élevé du chlore. En dernier, le rinçage final est indispensable pour éliminer les traces du chlore **(Anonyme, 2013)**.

### III.1.3.2. Lavage des bouteilles

Ces bouteilles subissent 3 étapes : un prélavage, lavage et rinçage

#### III.1.3.2.1. Le prélavage

Il correspond au nettoyage mécanique des bouteilles verre retour du marché, en enlevant les grandes salissures (pailles, bouchons, étiquettes etc.) par de l'eau qui vient des bains de rinçages **(Anonyme, 2013)**.

#### III.1.3.2.2. Le lavage

Il existe trois bains de lavage, et chaque bain possède une concentration de soude et une température propre à lui sous une pression de 2.5 bars (pompes) comme suit dans le tableau 2

**Tableau 2** : Caractéristiques des différents bains de lavage des bouteilles

	Bain N°1	Bain N°2	Bain N°3
% NaOH	2,3	2,5	1,5
T (°C)	60	65	60

**(Anonyme, 2013)**

Durant l'opération de lavage, il y aura un contrôle de concentration de la soude avant le démarrage de la production et à chaque 4 heures, en titrant un échantillon d'eau pour chaque bain avec HCl à 1N et en présence de l'indicateur coloré « la phénolphtaléine » **(Anonyme, 2013)**.

#### III.1.3.2.3. Le rinçage

Il correspond également à trois bains de rinçage, contenant du chlore à une concentration entre 1 et 3 ppm.

Lors de la sortie des bouteilles par la laveuse, en prenant la première ligne comprend 42 bouteilles et les vérifiées par l'indicateur coloré la phénolphtaléine pour voir l'efficacité de rinçage et par le bleu de méthylène, afin de confirmer l'existence ou l'absence des salissures. Ce test se fait en mettant quelques gouttes de l'indicateur sur les parois internes des bouteilles, l'observation se fait à l'œil nu. L'existence de taches bleues indique le mauvais lavage **(Anonyme, 2013)**.

**IV. Matériel et méthodes :**

Notre étude a été réalisée durant la période de mois avril/mai, 2013, il a consisté à étudier l'influence de la *CIP (Cleaning In Place)* sur la qualité du jus d'orange(caractéristiques physicochimiques, microbiologiques, et organoleptiques) entreposé pendant 40 jours à différents températures ( $4\pm 1^{\circ}\text{C}$ , ambiante  $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ ,  $45^{\circ}\pm 1^{\circ}\text{C}$ ). En parallèle des analyses physicochimiques, microbiologiques, sur les matières premières (l'eau, sucre), produit intermédiaire (sirop simple, sirop fini) et produit fini sont effectuées.

**IV.1.Matériel**

Le matériel utilisé est représenté dans le tableau 3 cité dans l'annexe 1.

Les milieux de cultures, les réactifs, les solutions chimiques et les appareils et instruments utilisés, sont cités dans l'annexe 2.

**IV.2.Méthodes :****IV.2.1.Méthode de sanitation :**

La sanitation consiste à traiter des surfaces et des équipements propres après les avoir nettoyés; la sanitation se fait par un procédé qui détruit toutes les bactéries pathogènes et réduit considérablement la population bactérienne.

Avant chaque démarrage de production, un nettoyage des équipements doit se mettre en place selon la matrice de sanitation.

Au niveau de l'unité de FRUITAL *Cleaning In Place* se fait selon les fréquences de sanitation. Lors de fabrication de jus pulpy on doit passer par les cinq étapes avant et après production car le jus est un produit très sensible et pour éviter tout risque de contamination et altération de ce dernier.

**IV.2.1.1.Fréquence de sanitation :**

-Après chaque changement de produit.

-Après chaque fin de production.

-Après un arrêt qui dépasse 48 heures.

-Selon les résultats microbiologiques pour le circuit, UV, desaérateurs, carbonater et le circuit sirop simple :cuve de dissolution, cuve tampon, cuve de stockage.

-Après chaque intervention sur un équipement qui est en contact avec le produit.

#### **IV.2.1.2.Procédure de nettoyage et sanitation en cinq étapes**

-Rincer pendant 10 minutes à l'eau traitée ce qui permet d'entraîner les déchets solides ;

-Faire passer la soude (2% de concentration) pendant 20 minutes en circuit fermé à 85°C ;

-Rincer à l'eau traitée jusqu'à disparition de toute traces de soude ;

-Faire passer l'eau chlorée à 50 ppm pendant 30 minutes (ou l'eau chaude à 85°C pendant 15 minutes pour les nouveaux équipements de production) ;

-Rincer à l'eau traitée jusqu'à disparition de toutes traces de chlore dans le cas où la production démarre juste après la sanitation, dans le cas contraire laisser les équipements avec l'eau chlorée à 8 ppm.

#### **IV.2.2.Méthode d'échantillonnage :**

Le produit fini analysé, a été prélevé à partir d'un échantillon de jus pulpy d'orange « *Minute Maid* » fournit par FRUITAL.

L'échantillonnage doit être représentatif pour que les résultats soit significatif, l'échantillonnage pour les analyses microbiologique s'effectue d'une façon alternative et à différents fréquences (au début, milieu et fin de production) ; pour garantir ces résultats les prélèvements se font aseptiquement en utilisant des matériel et des supports propres, stériles.

Pour les analyses physico chimique, l'échantillonnage se fait au début et au cours de production à différents fréquences.

**IV.2.2.1. Plan d'échantillonnage :****Tableau 4 :** Démarche expérimentale pour le produit fini.

Durée de stockage	T° de stockage			Témoin
	T° 4C	Ambiant	T° 45°C	
10jours	3bouteilles	3bouteilles	3bouteilles	3bouteilles
20jours	3bouteilles	3bouteilles	3bouteilles	
30jours	3bouteilles	3bouteilles	3bouteilles	
40jours	3bouteilles	3bouteilles	3bouteilles	

La démarche expérimentale consiste à prélever chaque 10 jours 3 échantillons pour analyser: En deuxième lieu consiste à stocker 1 lot de bouteilles (12bouteilles de jus d'orange) en verre à une température ambiante  $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ , à température basse  $4\pm 1^{\circ}\text{C}$  et à une température élevée de  $45\pm 1^{\circ}\text{C}$  pendant 40 jours.

Dans cette partie, des analyses physico-chimiques et microbiologiques sont réalisés sur :

La matière première : eau, sucre, pulpe.

Produits intermédiaires : sirop simple, sirop fini.

Produit fini : jus pulpeux d'orange.

**IV.2.3. Analyses physico-chimique**

Toutes les analyses physico-chimiques ont été effectuées au niveau de laboratoire Contrôle de Qualité selon le Guide Manuel KORE Coca-Cola juin 2013, sauf l'indice de formol (NF V76-102, Aout 1976).

### IV.2.3.1. Analyse physico-chimique sur le produit de sanitation

#### a). Ajustement de la soude

L'unité FRUITAL dépose d'une nouvelle installation *CIP* (présenté dans l'annexe) qui fonctionne automatiquement mais le risque d'erreur existe toujours, c'est pour ça que le contrôle est toujours maintenu au niveau de laboratoire d'analyse physico-chimique.

##### ➤ Mode opératoire

Prélever 5 ml de l'échantillon (eau prélevé au niveau de l'installation *CIP*), ajouter 20 ml de l'eau distillé, en plus rajouter de 3 à 5 gouttes de phénophtaléine ; titrer par  $H_2SO_4$  (1,25N) jusqu'à disparition de la couleur rose (point de virage) (**Anonyme, 2010**)

##### ➤ Expression des résultats

$$[NaOH] = \text{volume versé de } H_2SO_4.$$

#### b). Recherche des traces de soude

##### ➤ Mode opératoire

On prélève 10 ml de l'échantillon (eau du premier rinçage), on ajoute 3 gouttes de phénophtaléine, s'il y'a de changement de couleur de l'eau et apparition de la couleur rose, implique présence de soude; aller au titrage par  $H_2SO_4$  (1.25 N) et lire le volume versé qui correspond à la concentration de soude présente. Refaire le rinçage, une couleur transparente signifie l'absence de toutes traces de soude (**Anonyme, 2010**)

#### c). Ajustement de chlore

##### ➤ Mode opératoire

Prélever un échantillon d'eau à contrôler de l'installation *CIP* ; rincer la cuvette du comparateur avec de l'eau à contrôler et la remplir de 10 ml de cette eau ; broyer la pastille DPD1 (Diéthyle Phénylène Diamine) dans la première cuvette et remplir la deuxième cuvette avec la même eau ; placer les deux cuvettes dans le comparateur en face d'une source de lumière et faire tourner le

disque jusqu'à l'obtention d'une couleur identique ; lire la valeur de concentration du chlore qui correspond à la couleur (elle doit être 50ppm) (Anonyme, 2010)

#### **d).Recherche de traces du chlore**

Le même protocole est appliqué que pour les traces sauf que la non coloration indique une absence totale du chlore. (0ppm)

### **IV.2.3.2.Matières premières**

#### **IV.2.3.2.1.Les contrôles physicochimiques de l'eau de process:**

La fabrication des jus est réalisée par l'eau traitée (eau osmosée).

Les différentes analyses physicochimiques réalisées sont :( Annexe I)

#### **a).Alcalinité Totale TAC (Titre Alcalinité Complet) :**

##### **➤ Principe**

Mesure la teneur en alcalins libres, en carbonates et en bicarbonates.

$$\text{TAC} = [\text{OH}^-] + [\text{HCO}_3^-] + [\text{CO}_3^{2-}]$$

##### **➤ Mode Opérateur**

Mesurer 100 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer puis ajouter 2 à 3 gouttes de l'indicateur « méthyle orange » et 2 à 3 gouttes de thiosulfate de sodium. Bien agiter et titrer avec l'acide sulfurique à 0.02 N jusqu'à ce que l'échantillon vire du bleu vert à jaune., A la titration, lire le nombre de ml d'acide utilisé et multiplier par 10 (Anonyme, 2010)

##### **➤ Expression des résultats :**

$$\text{TAC} = V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 10 \text{ (ml)}$$

**b).Titre alcalimétrique (TA) :****➤ Principe**

Le principe est basé sur la neutralisation d'un volume d'eau par un acide minéral dilué en présence d'un indicateur coloré. Le TA mesure la teneur de l'eau en ions hydroxydes alcalins et la moitié des ions carbonates.

$$TA = [\text{OH}^-] + 1/2[\text{CO}_3^{2-}]$$

**➤ Mode opératoire**

Prélever 100ml de l'eau puis rajouter la phénophtaléine, l'absence de coloration indique un TA=0, mais si une coloration rose apparaît, titrer à l'acide sulfurique 0.02 N jusqu'à décoloration (pH=8,3) (Anonyme, 2010)

**➤ Expression des résultats**

$$TA = V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 10 \text{ (ml)}$$

**c).Potentiel d'hydrogène pH****➤ Principe**

C'est le potentiel d'hydrogène dans une solution, il détermine sa neutralité, son acidité, son alcalinité.

**➤ Mode opératoire**

Premièrement on vérifie l'appareil (sa justesse et l'état d'électrode) ; puis on verse dans un bécher une quantité de jus dont la température doit être de 20 °C .On immerge l'électrode dans l'extrait à analyser puis on lit la valeur du pH quand l'indicateur de l'appareil est stabilisé (Anonyme, 2010)

**d).Turbidité****➤ Principe**

La néphélométrie indique la mesure de l'intensité de la lumière incidente diffusée à un angle de 90°.

**➤ Mode Opérateur**

On remplit la cuvette de Turbidimètre à son trait de jauge avec l'échantillon à analyser. Nettoyer la cuvette avec l'huile de silicone en utilisant un chiffon sec. Puis mettre la cuvette dans l'appareil. Allumer l'appareil en appuyant sur la touche Read pour lire la valeur en NTU (Unité de Turbidité Néphélométrie) (**Anonyme, 2010**)

**e).Conductivité****➤ Principe**

Toute eau est plus au moins conductrice de courant électrique, cette conductivité est liée à la présence des ions et augmente avec la température et la concentration en sel dissouts.

**➤ Mode Opérateur**

Sélectionner la gamme conductivité sur le conductimètre en appuyant sur MODE. Plonger l'électrode dans la solution à mesuré. Puis Lire la valeur donnée par l'appareil en  $\mu\text{S}$ ; Il faut après chaque usage rincer l'électrode et l'immerger dans l'eau distillée (**Anonyme, 2010**)

**f).Taux des sels dissouts (TDS)****➤ Principe**

C'est la capacité de l'eau à conduire le courant électrique via les sels minéraux dissout exprime par le TAC (taux des sels dissouts).

**➤ Mode Opérateur**

Sélectionner la gamme TDS sur le conductimètre en appuyant sur MODE. ; plonger l'électrode dans la solution mesurée puis lire la valeur en ppm.

Après chaque usage, rincer l'électrode et l'immerger dans l'eau distillée (**Anonyme, 2010**)

### **g).Titre hydrométrique (TH)**

#### **➤ Principe**

Mesure globale des concentrations calcique et magnésique par le titrage de ces deux ions en présence d'un indicateur coloré le N.E.T. (Noir d'Eriochrome T)

$$\text{TH} = [\text{Ca}^{++}] + [\text{Mg}^{++}]$$

#### **➤ Mode opératoire**

Ajouter à 100ml de l'eau adoucie 4ml d'une solution tampon de pH=10 et 4 gouttes du N.E.T si on obtient une coloration bleue, le TH=0. Si on obtient une coloration rouge, on titre à l'EDTA (Acide Ethylène Diamine Tétra-acétique) 0,02N jusqu'au virage au bleu (**Anonyme, 2010**)

#### **➤ Expression des résultats :**

$$\text{TH} = V \text{ titré } (^\circ\text{F})$$

### **IV.2.3.2.2.Contrôle physicochimique de sucre :**

#### **a).Dosage de SO<sub>2</sub>**

#### **➤ Principe**

Basé sur le titrage d'un volume d'une solution de sucre en présence d'un indicateur coloré (complexe iode amidon). Le SO<sub>2</sub> est un pesticide qui peut être absorbée par les organes de canne à sucre.

#### **➤ Mode Opératoire**

Vérifier l'apparence du sucre en s'assurant que le sucre ne contient pas de corps étrangers, dans un erlenmeyer de 250 ml, mesurer 150 ml d'eau distillé ; ajouter 10 ml d'amidon comme indicateur et 5 ml d'acide chloridrique 3N ; titrer avec une solution d'iode 0,005 N jusqu'à apparition d'une coloration bleue ; peser 50 g de sucre et l'ajouter à la solution dans l'erlenmeyer. Agiter jusqu'à dissolution complète du sucre. Au moment de la dissolution vérifier

l'odeur ; si la coloration bleue persiste, cela implique absence de SO<sub>2</sub> ; si la coloration bleue disparaît, titrer à nouveau avec la solution d'iode 0,005N (**Anonyme, 2010**).

➤ **Expression des résultats :**

$$\text{Quantité SO}_2 \text{ (ppm)} = V_{\text{(ml) iode}} \times 0,005 \times 32,03 \times 100 / 50 \text{ (g)}$$

Normes= La quantité de SO<sub>2</sub> doit être inférieure à 6ppm.

V : volume de l'iode versé pour le titrage.

M : masse de sucre =50g

C : concentration de l'iode.=0,5x32x100

50g : Prise d'essai de sucre.

**b).Floc test**

➤ **Principe**

Basé sur la formation de floccs, issus de la liaison des constituants de la boisson aux impuretés présents dans le sucre.

➤ **Mode Opérateur**

Dissoudre 55g de sucre dans 60ml d'eau distillée s'il y'a présence de particules de charbon ou si la solution n'est pas claire, on filtre par un papier filtre ou équivalent. Chauffer entre 70-80°C et filtrer sur papier; prélever 89ml du filtre et ajouter 5ml d'une solution de benzoate de sodium à 0,01%; Ajouter 4ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> à 2 N; Compléter à 500ml avec l'eau gazeuse et fermer ; Mélanger, laisser reposer pendant 10 jours ; Examiner la présence de floc à travers une lumière (lampe) (**Anonyme, 2010**)

**IV.2.3.3.Les produits intermédiaires**

Les analyses physicochimiques de sirop simple et sirop fini sont

**a).Mesure de la température****➤ Principe**

Le mercure présent dans le thermomètre est très sensible à la variation de la température : il se dilate lorsqu'elle augmente ou il se rétrécit lorsqu'elle diminue et cela le long de la tige dont il est à l'intérieur.

**➤ Mode opératoire**

Tremper le thermomètre à l'intérieur de la solution, après 30 sec lire la température (**Anonyme, 2010**)

**b).Mesure de l'extrait sec soluble (Brix)****➤ Principe**

Le contenu en solide soluble est déterminé par le refractomètre, il s'agit de déterminer le pourcentage en masse de saccharose d'une solution aqueuse.

Le principe de l'appareil est fondé sur l'absorbance de la lumière à des longueurs d'ondes particulière. Cette méthode permet de quantifier la lumière absorbé qui est proportionnelle à la concentration de la substance dissoute dans la solution à examiner.

**➤ Mode opératoire**

Introduire une quantité du sirop dans le tube en U du DMA (Density Meter A), puis lire le résultat sur l'écran digital (**Anonyme, 2010**)

**IV.2.3.4.Produit fini**

Les paramètres physicochimiques étudiés sont :

1-Détermination du pourcentage de la pulpe.

2-Détermination de degré Brix.

3-Détermination de l'acidité.

4- Détermination de la densité relative.

5-Détermination du pH.

6-Détermination de la teneur en vitamine C.

7-Indice de formol.

#### **a).Détermination de la teneur en pulpe (pulposité)**

##### **➤ Principe**

La pulpe est la partie en suspension dans la boisson au jus, c'est la matière centrifugeable de cette dernière.

##### **➤ Mode opératoire :**

Verser le contenu de la bouteille dans un tamis placé dans un agitateur. Allumer l'agitateur en réglant le temps d'agitation 2mn. Peser la pulpe (P en mg), et mesurer le contenu dans une burette (V en ml) (Anonyme, 2010).

##### **➤ Expression des résultats :**

$$\%pulpe = P/V \times 100$$

#### **b).Détermination de degré Brix**

##### **➤ Principe**

Le contenu en solide soluble est déterminé par densimétrie, il s'agit de déterminer le pourcentage en masse de saccharose d'une solution aqueuse.

##### **➤ Mode opératoire**

Introduire une quantité de la boisson, et l'introduire dans le tube U du refractomètre DMA, puis lire le résultat sur l'écran digital (Anonyme, 2010).

### c).Détermination de l'acidité titrable

#### ➤ Principe

L'acidité totale représente la somme des acides organiques et minéraux, elle est exprimée en fonction de l'acide dominant.

Cette mesure est importante dans l'évaluation de la flaveur des denrées alimentaires et elle est reliée au Brix.

#### ➤ Mode opératoire :

Commencer par la calibration du pH mètre en utilisant les solutions tampons ; peser 20 g d'échantillon dans un bêcher de 500 ml, ajouter 20 ml de l'eau distillé ; plonger le pH mètre dans la solution ; titrer sous agitation magnétique jusqu'à atteindre le pH=8,1 avec la solution NaOH (0,1N).

#### ➤ Expression des résultats :

$$\text{Acidité totale} = V_{\text{NaOH}} \times 0.1 \times 0.06404 \times 100 / \text{prise d'essai}$$

$V_{\text{NaOH}}$  = le volume titré

0.01 = concentration de NaOH (N)

0.06404 = le coefficient d'acide

20 = la prise d'essai (g).

### d).Détection du pH :

Le pH est l'un des paramètres chimiques importants lorsqu'il s'agit de déterminer la qualité d'un échantillon en solution aqueuse.

La détection est réalisée à l'aide d'une électrode double combinée qui comprend une électrode de verre et électrode de référence. Elle détecte en réalité les ions  $\text{H}_3\text{O}^+$  libres en solution (**Benaïd et al., 2010**).

➤ **Principe**

Utilisation du pH mètre électronique. La méthode est donc potentiométrique.

➤ **Mode opératoire**

Plonger l'électrode dans la boisson et lire directement le chiffre indiqué sur l'écran du pH-mètre (Anonyme, 2010)

**e). Dosage de la vitamine C par la méthode iodométrique (titrimétrique) :**

➤ **Principe**

Une solution contenant de la vitamine C en concentration inconnue, on ajoute lentement une solution d'iode de concentration connue. Une molécule d'iode réagit avec une molécule de vitamine C.

Réaction d'iode avec la vitamine C:

$C_6H_8O_6 + I_2 \longrightarrow C_6H_8O_6 + 2HI$ . Lorsqu'il n'y a plus de molécules de vitamine C, les molécules d'iode vont s'accumuler dans la solution. Cette accumulation indique la fin du titrage et est mise en évidence par la formation d'un composé bleu de grande intensité. Ce composé est formé par l'iode et l'amidon (MULTON, 1991).

➤ **Mode opératoire**

Prélever 50ml de jus dans un bêche on ajoute 3ml  $H_2SO_4$  à 0.1 N plus quelques gouttes d'empois d'amidon à 0.5 % puis titrage avec l'iode 0.05N jusqu'à apparition d'une couleur verte (V) (Anonyme, 2010)

➤ **Expression des résultats :**

$$[\text{Vit.C}] = V \times 20 \times 4.4 \text{ (mg/l)}.$$

**f).Densité relative**

La densité d'un corps correspond au rapport de sa masse spécifique à celle de l'eau pure mesurée dans les mêmes conditions et à température égale à 20° C, elle est équivalente au poids en kg d'un litre de l'échantillon à analyser.

La densité est déterminé à l'aide d'un refractomètre électronique de type DMA (PAAR modèle : 450).

**➤ Mode opératoire**

Injecter à l'aide d'une seringue une quantité de l'échantillon à analyser préalablement désaéré par une pompe sous vide.

Le résultat est obtenu par lecture directe dans l'écran de l'appareil (**Anonyme, 2010**)

**L'indice de formol (NF V 76-102, Aout1976).****➤ Mode Opératoire**

Pipeter 25,0 ml de la solution d'échantillon (jus d'orange) dans un bécher en verre sur l'agitateur et le mettre en route et neutraliser avec NaOH jusqu'à pH = 8,1 avec NaOH 0,1 mol/l. Addition de 15 ml de la solution de formaldéhyde, tout en maintenant l'agitation ; temps d'attente de 60 s ; effectuer à un deuxième titrage potentiométrique par la même solution de NaOH jusqu'à pH = 8,1.

**➤ Expression des résultats**

L'indice de formol est donné par la formule suivante :

$$\text{IF} = (V/V_0) \cdot 25 \cdot 100$$

Tel que :

V : volume versé de la solution de NaOH

V<sub>0</sub> : volume de la prise d'essai en ml.

**IV.2.4. Analyses microbiologiques :**

Le but de cette procédure est de vérifier la production du produit dans des bonnes conditions bactériologiques selon les normes de la compagnie Coca-Cola.

Toutes les opérations et manipulations concernant les analyses microbiologiques ont été réalisées dans des conditions d'asepsie assurées par la stérilisation du matériel, le flamage, la désinfection à l'alcool et l'utilisation de la hotte microbiologique.

**IV.2.4.1. Recherche et dénombrement des différents germes**

Les germes recherchés sont préconisés par les normes entreprises de Coca-cola. Ces germes son recherchés selon le plan suivant.

**Tableau 5 :** Germes recherchés dans différents échantillons

<b>Echantillons</b>		<b>Germes recherchés</b>
<b>Eau de process</b>		<b>Germes totaux</b> <b>Coliformes totaux</b> <b>E-COLI</b>
<b>Sucre</b>		<b>Germes totaux</b> <b>Levures et moisissures</b>
<b>Sirop</b>		<b>Levures et moisissures</b>
<b>Bouteilles verres</b>		<b>Germes totaux</b> <b>Levures et moisissures</b>
<b>Air ambiant</b>		<b>Germes totaux</b> <b>Levures et moisissures</b> <b>Coliformes totaux</b>
<b>Equipement de production</b>		<b>Levures et moisissures</b> <b>Germes totaux</b> <b>ATP</b>
<b>Boisson au jus d'orange</b>	<b>Avant Pasteurisation</b>	<b>Levures et moisissures</b>
	<b>Après Pasteurisation</b>	<b>Thermophiles acidophiles bactéries (TAB)</b>

(Anonyme, 2010)

➤ **Recherche microbiologique par méthode de filtration**

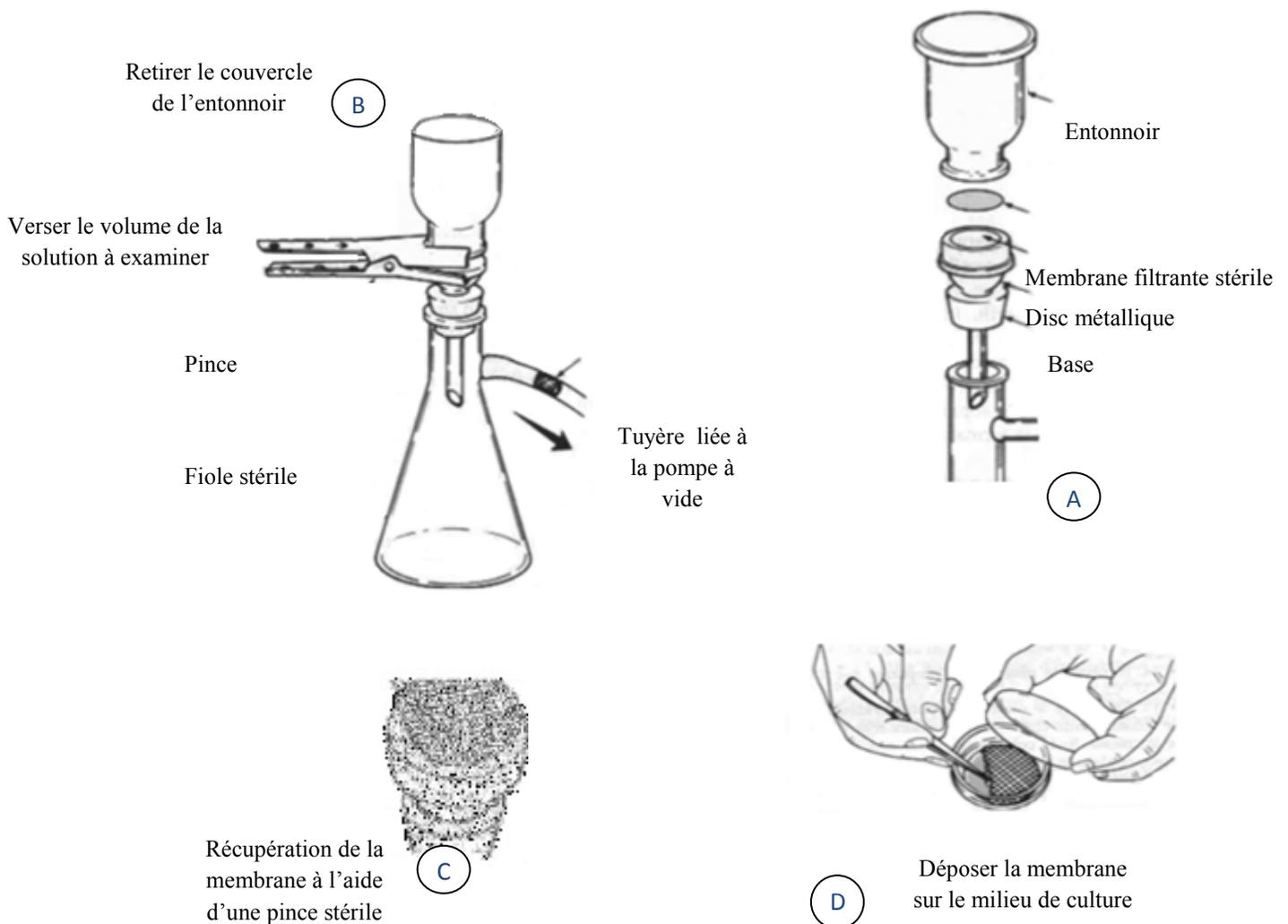
Pour toutes les analyses microbiologiques effectuées au laboratoire de *Fruital Coca-Cola*, on réalise l'ensemencement d'après les étapes suivantes :

a)-stériliser le matériel de la rampe puis le placer à l'intérieur de la hotte microbiologique

b)- placer aseptiquement les membranes filtrantes 0.45µm millipore dans la rampe de filtration pour l'eau et les boissons et les filtres à membranes de 1.2 µm pour le jus.

c)- filtrer le volume approprié de l'échantillon sur la membrane stérile 0,45µm ou 1.2µm à l'aide de la rampe liée à une pompe à vide. (Présenté dans l'annexe).

d)-retirer le filtre avec une pince préalablement flambée et la déposer sur le milieu de culture coulé dans les boîtes pétri. Selon guide manuel KORE Coca-Cola juin 2010.Les étapes de recherche des germes par la méthode de filtration sont représentées dans la figure 9.



**Fig.9** : Recherche et dénombrement des différents germes par la méthode de filtration

On utilise cette méthode pour chercher les germes dans l'eau, solution de sucre sirop simple et sirop fini et le produit fini.

Le tableau 5 présente les différents milieux de culture et la durée ; température d'incubation avec le volume d'échantillon pour chaque germes recherché par la méthode de filtration.

**Tableau 6** : Les différents milieux de culture ; la durée et température d'incubation avec le volume d'échantillon pour chaque germes recherché par la méthode de filtration.

Germe recherché	Milieu de culture	Durée et température d'incubation	Volume d'échantillon
Germe totaux	TryptonGlucoextract Agar	72h á 35±2°C	5ml
Coliformes totaux	Dicto m endo Agar	24h á 35±2°C	100ml
Levure et moisissure	M-GreenV	120h á 25°C	20ml
TAB	TAB Agar	120h á45°C	20ml

(Anonyme, 2010)

#### ➤ Méthodes de prélèvement des échantillons d'eau

D'abord il faut stériliser les bouteilles de prélèvement à 121°C pendant 20min.

L'analyse a été réalisée sur :

L'eau de Forage ; L'eau de filtre à charbon actif ; L'eau de cuve de stockage (l'eau osmosée) ; l'eau d'osmoseurs et l'eau de rinçage d'emballage.

On ouvre le robinet et on laisse l'eau s'écouler, puis on ferme le robinet et on rince les parois du robinet avec l'alcool; Flamber les parois à l'aide d'un chamineau, flamber la bouteille et l'ouvrir pour pouvoir la remplir. Le remplissage de bouteille se fait devant le chamineau.

#### ➤ Méthode préparation de solution en sucre

La préparation s'effectue à l'intérieure de la hotte microbiologique, préalablement stérilisée par sa lampe UV et essuyée à l'alcool. Les 10g prélevés sont mis dans un flacon stérile, puis on

ajuste jusqu'à 100ml à l'eau stérile. On ferme et on agite jusqu'à ce que le sucre soit complètement dissous.

### III.2.4.2. Les analyses microbiologiques de l'ambiance

Dans les analyses microbiologiques de l'air ambiant on recherche :

Les germes totaux, les levures et moisissures et les Coliformes totaux

#### ➤ Principe/ Mode opératoire

Consiste à aspirer à l'aide de l'appareil M.AIR. Un volume important de l'air environ 500 litres pendant 5 mn qui permet donc de concentrer les germes présents dans l'air sur la cassette préalablement coulée par le milieu de culture concerné (MTGE pour les germes totaux et OGA pour les levures et moisissures, Difco-DRBC Agar pour les Coliformes). Cette méthode d'aspiration facilite la captation des microorganismes et permet donc d'avoir un résultat plus fiable sur la flore aérienne par rapport à la méthode classique de contrôle microbiologique de l'air par sédimentation. Les étapes du contrôle microbiologique de l'air par aspiration sont présentées par la figure 10.



**Fig.10:** Les étapes du contrôle microbiologique de l'air par aspiration (Anonyme, 2010)

#### ➤ Expression des résultats

Comptage direct des colonies présentes dans chaque cassette

Les analyses microbiologiques des équipements de production (cuve pectine et entonnoir, cuve pulpe et système d'aspiration, système d'aspiration partie jus, cuve sirop fini, pulpe doseur, soutireuse).

Les analyses microbiologiques du matériel de production sont :

### **Recherche des ATP par ATP mètre (bioluminescence)**

#### **➤ Principe**

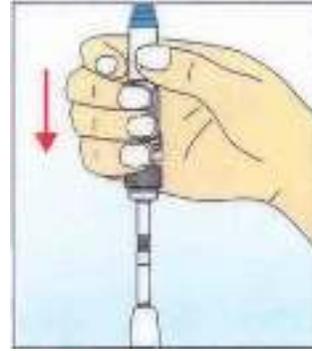
L'ATP métrie est une technique de dosage instantané de l'ATP (Adénosine Triphosphate), molécule de stockage d'énergie présente dans les organismes vivants. La technique, basée sur le principe de bioluminescence, est une réaction enzymatique traduisant une quantité d'ATP en quantité de lumière. Elle met en œuvre l'oxydation d'un substrat « luciférine » par l'enzyme « luciférase » pour libérer un photon qui est donc l'équivalent d'une molécule d'ATP, et sachant qu'une cellule microbienne présente environ  $5 \times 10^{-16}$  g d'ATP, l'ATP mètre permet donc de quantifier l'intensité de lumière dégagée par la réaction et la convertir en nombre de microorganismes présents dans l'échantillon analysé. Donc c'est un outil d'autocontrôle rapide du nettoyage désinfection, permettant de réaliser une surveillance et de décider d'actions correctives immédiates. On peut ainsi garantir au produit une sécurité optimale. Il est appliqué ainsi au nettoyage désinfection (*CIP*) et permet la détection de résidus alimentaires et de développement microbien (Anonyme, 2010).

#### **➤ Mode opératoire**

A la fin de *CIP* (cinq étapes), à l'aide d'écouvillon spécifique d'ATP mètre préalablement mouillé à l'eau de rinçage des éléments du matériel et imbibé à la solution du complexe luciférine-luciférase, il est introduit dans l'ATP mètre. Les différentes étapes de l'ATP mètre se résume dans la figure11.



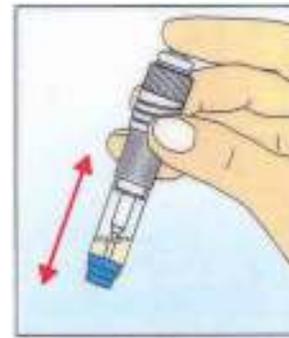
1)- Retirer le stylo de son capuchon et prolonger le stick échantillonneur dans un liquide à analyser. Les stries doivent entièrement dans ce liquide.



2)- Placer le stick échantillonneur sur un support dur et, en maintenant une pression constante, l'enfoncer dans le compartiment en le maintenant à la verticale.



3)- Tourner en forçant dans le sens des aiguilles d'une montre la partie supérieure du stylo contre la partie inférieure de celui-ci.



4)- Afin de bien mélanger les réactifs secouer le stylo énergiquement au minimum

La chambre des réactifs est ainsi ouverte et permet à la luciférine/luciférase d'être libérée.

10 fois ; il doit apparaître une coloration jaune avec formation de mouss

**Fig.11:** les étapes de l'ensemencement de l'ATP mètre (Anonyme, 2010)

### ➤ Expression des résultats

Le résultat affiché sur l'écran de l'ATP mètre exprime le nombre d'ATP détecté.

### **IV.2.5.Les analyses organoleptiques**

Ces analyses ont pour objectif la vérification sensorielle des produits utilisés dans la production afin d'assurer la bonne qualité. Elles se font sur l'eau de process, sirop et la boisson finie.

#### **IV.2.5.1.Eau de process**

➤ **Mode opératoire**

Prenez un bêcher sec et stérile. Prenez une quantité d'eau de chaque cuve. Observer l'apparence, sentir l'odeur et goûter (**Anonyme, 2010**).

➤ **Expression des résultats**

L'eau ne doit présenter aucun goût, ni odeur étrangers, elle doit être transparente

#### **IV.2.5.2.Le sucre**

##### **1)-Apparence**

➤ **Principe**

Le sucre doit être en cristaux blancs sans matières étrangères.

➤ **Mode opératoire**

Peser 500g de sucre, étalé sur papier blanc, évaluer la présence de particules étrangères (**Anonyme, 2010**).

➤ **Expression des résultats**

Aucune particule étrangère ne doit être présente.

##### **2)-Le gout**

➤ **Principe**

La présence d'un gout étranger influe sur la qualité du produit. Donc le sucre utilisé ne doit présenter aucun gout étranger.

➤ **Mode opératoire**

On prépare une solution de sucre à 50°B, agité jusqu'à dissolution; prélever 20ml de cette solution et compléter à 100ml avec l'eau traitée (**Anonyme, 2010**).

➤ **Expression des résultats**

Gouter et noter toute présence de goût anormal.

### 3)-L'odeur

➤ **Principe**

Une odeur anormale dans le sucre est un indicateur de la mauvaise conservation, ce qui provoque une qualité inadéquate pour la production.

➤ **Mode opératoire**

Remplir à moitié un flacon avec du sucre (flacon avec bouchon). Chauffer à 50°C dans une étuve ou un bain marie (**Anonyme, 2010**).

➤ **Expression des résultats**

Sentir et noter la présence d'odeur anormale.

#### IV.2.5.3.Boisson au jus d'orange stockée

Le laboratoire contrôle qualité de l'unité *Fruital* vérifie les caractéristiques organoleptiques de boisson au jus d'orange en goutant le jus.

➤ **Mode opératoire**

Prenez un bêcher sec et stérile. Prenez une quantité de jus de chaque bouteille celle stockée à 4°C et celle de température ambiante et de 45°C, Observer l'apparence, sentir l'odeur et gouter (**Anonyme, 2010**).

## IV.2.6. Analyse statistique

### IV.2.6.1. Notion d'analyse de la variance (ANOVA)

L'analyse de la variance a pour but de comparer de comparer des ensembles de deux ou plusieurs moyennes. Elle constitue un des principaux outils de l'inférence statistique (**Droesbeke et al., 1997**).

## Chapitre V : Résultats et discussion

### V.1.Résultats des analyses statistiques

#### V.1.1.Effet de CIP sur la qualité du produit fini

**Tableau 7** : Effet de *CIP* sur la qualité du produit fini

Le tableau 7 représente les résultats de l'effet de *CIP* sur la qualité du produit fini

	M±ET	Normes de la compagnie Coca-Cola
Pulpe	2,93±0,10	3±0,5
Brix	11,85±0,00	11,80±0,5
pH	3,00±0,00	3±0,5
acidité	0,33±0,00	Max 0,366''%
[Vit.C]	275,73±5,29	Min 200 mg/L
Densité	1,04±1,90	/
IF	27,92±0,58	Max 30

Les résultats de l'effet du *CIP* sur la qualité du produit fini sont traduits par les paramètres de pulposité, de Brix, de pH, d'acidité, de concentration de vitamine C, de densité relative et d'indice de formol. D'après les résultats obtenus dans le tableau 7, les paramètres de qualité du produit fini sont conformes aux normes exigées par la compagnie Coca-Cola, ce qui signifie que le *CIP* était efficace.

D'après l'analyse statistique ANOVA, (tableau rapporté en annexe IIX) nous remarquons que la probabilité  $p < 0.001$ , donc l'effet de traitement (*CIP*) sur la qualité du produit fini est très hautement significatif.

#### V.1.2.Effet de température et la durée de stockage sur la qualité du produit fini

Les résultats de l'effet de température et la durée de stockage sur la qualité du produit fini est mentionné sur le tableau 8.

**Tableau 8 :** Effet de la température et la durée de stockage sur la teneur en pulpe du produit fini.

PARAMETRE	T°C	TPS	Moy
A	T1	t1	2,92
A	T1	t2	2,94
A	T1	t3	2,95
A	T1	t4	2,96
A	T2	t1	2,99
A	T2	t2	3,00
A	T2	t3	3,02
A	T2	t4	3,03
A	T3	t1	3,09
A	T3	t2	3,10
A	T3	t3	3,14
A	T3	t4	3,19
B	T1	t1	11,86
B	T1	t2	11,89
B	T1	t3	11,91
B	T1	t4	11,95
B	T2	t1	11,88
B	T2	t2	11,99
B	T2	t3	12,00
B	T2	t4	12,03
B	T3	t1	11,92
B	T3	t2	11,96
B	T3	t3	12,18
B	T3	t4	12,33
C	T1	t1	3,00
C	T1	t2	3,03
C	T1	t3	3,05
C	T1	t4	3,08
C	T2	t1	3,03
C	T2	t2	3,03
C	T2	t3	3,08
C	T2	t4	3,09
C	T3	t1	3,02
C	T3	t2	3,06
C	T3	t3	3,08
C	T3	t4	3,08
D	T1	t1	0,33
D	T1	t2	0,32
D	T1	t3	0,30
D	T1	t4	0,29

Paramètres	T°C	TPS	Moy
D	T2	t1	0,33
D	T2	t2	0,33
D	T2	t3	0,32
D	T2	t4	0,31
D	T3	t1	0,33
D	T3	t2	0,33
D	T3	t3	0,32
D	T3	t4	0,30
E	T1	t1	272,80
E	T1	t2	272,80
E	T1	t3	270,27
E	T1	t4	268,13
E	T2	t1	267,73
E	T2	t2	267,73
E	T2	t3	235,53
E	T2	t4	235,27
E	T3	t1	261,20
E	T3	t2	234,67
E	T3	t3	221,60
E	T3	t4	190,67
F	T1	t1	1,05
F	T1	t2	1,04
F	T1	t3	1,05
F	T1	t4	1,05
F	T2	t1	1,04
F	T2	t2	1,05
F	T2	t3	1,05
F	T2	t4	1,05
F	T3	t1	1,04
F	T3	t2	1,05
F	T3	t3	1,05
F	T3	t4	1,05
G	T1	t1	29,17
G	T1	t2	28,92
G	T1	t3	28,75
G	T1	t4	28,17
G	T2	t1	28,17
G	T2	t2	27,92
G	T2	t3	27,17
G	T2	t4	25,92
G	T3	t1	26,42
G	T3	t2	26,58
G	T3	t3	27,58
G	T3	t4	27,75

A : teneur en pulpe / B : degré de Brix / C : pH / D : acidité / E : densité relative / F : concentration en vit.C / G : indice de Formol

Les résultats de l'effet de la température et la durée de stockage sur la qualité du produit fini sont traduits par les paramètres de pulposité (A), de Brix (B), de pH (C), d'acidité (D), de concentration de vitamine C (E), de densité relative (F) et d'indice de formol (G).

D'après le test ANOVA, (Tableau rapporté en annexe IIX) nous remarquons que l'effet de la température sur la qualité du produit fini est significatif ( $p < 0.01$ ). Pour l'effet de la durée de stockage sur la qualité du produit fini est non significatif ( $p < 0.05$ ).

## V.2.Résultats des analyses physico-chimiques :

### V.2.1.L'eau de sanitation

Les résultats des analyses physicochimiques de sanitation sont représentés dans le tableau 9.

**Tableau 9** : Résultats des analyses physico chimiques de l'eau de sanitation

	ET1	NaOH	ET2	Cl	ET3
Concentration	--	2,20%	0%	50ppm	0 ppm
Température (°C)	--	85	--	85	--
Temps (min)	--	20	--	15	--

**ET1**: eau traité1 se considère comme un pré-lavage

**NaOH**: soude caustique

**ET2**: eau traité2 du deuxième rinçage

**Cl**: chlore

**ET3**: eau traité3 du dernier rinçage

D'après les résultats obtenus de l'analyse physico-chimique on a remarqué que le nettoyage en place était fait dans les bonnes conditions dont les concentrations des détergents, température, et le temps étaient respectés et compatibles aux normes de la compagnie selon KORE Coca-Cola.

### V.2.2.L'eau de process :

#### ➤ Eau de forage :

Les résultats des analyses physicochimiques de l'eau brute sont représentés dans le tableau 10.

**Tableau 10:** Résultats des analyses physicochimiques effectués sur l'eau de forage (eau brute).

Produit analysé	Tests	Résultats	Normes de la compagnie Coca cola
Eau brute (forage)	TAC	260 mg/l	-mg/l
	pH	7.21	-
	TDS	442 ppm	- ppm
	Turbidité	0.22 NTU	<0.5 NTU

Les résultats des paramètres recherchés (TAC, TDS, pH, turbidité) répondent aux normes aux normes de la compagnie Coca-Cola, ce qui montre le bon fonctionnement des pompes placées au forage.

#### ➤ Eau filtre à sable

Les résultats des analyses physicochimiques de l'eau filtre à sable sont représentés dans le tableau 11

**Tableau 11:** Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau filtre à sable.

Produit analysé	tests	Résultats	Normes de la compagnie Coca cola
Eau filtre à sable	TAC	249	mg/l -
	Cl libre	1.50	1-3 ppm
	Turbidité	0.18	<0.5 NTU
	pH	7.18	-

Pour la teneur en chlore, le résultat présente une quantité de 1,50 ppm ce qui est conforme aux normes. En ce qui concerne la turbidité, le résultat était satisfaisant (0,13 NTU par rapport à 0,5 NTU), cela indique le bon fonctionnement du filtre à sable. Le TAC est conforme aux normes de la compagnie Coca-Cola, ce qui signifie que le filtre à sable a emprisonné les métaux lourds en suspension.

Le pH répond également aux normes.

➤ **Eau filtre à charbon**

Les résultats des analyses physicochimiques de l'eau filtre à charbon sont représentés dans le tableau 12.

**Tableau 12:** Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau filtre à charbon.

Produit analysé	Tests	Résultats	Normes de la compagnie Coca cola
Eau filtre à charbon	Cl total	0	0 ppm
	TAC	241	- mg/l

On observe que le TAC de l'eau du filtre à charbon est de l'ordre de 237 mg/l, il répond aux normes de l'entreprise Coca-Cola (<400mg/l).

La teneur de cette eau en chlore libre devra être nulle, ce qui est conforme aux résultats, Cela confirme le bon fonctionnement du filtre à charbon qui a adsorbé tout le chlore. Pour conférer ce bon fonctionnement, le filtre doit être lavé à l'eau à contre courant chaque 72h pour évacuer le chlore en surcharge, responsable à la saturation du filtre qui conduit à son disfonctionnement. Ce lavage permet d'allonger la durée de vie du filtre.

#### ➤ Eau adoucie

Les résultats d'analyse physicochimiques de l'eau adoucie sont représentés dans le tableau 13.

**Tableau 13:** Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau adoucie.

Produit analysé	Tests	Résultats	Normes de la compagnie Coca cola
Eau adoucie	TH	0	<1°F
	pH	7.16	-

Le résultat présente un adoucissement conforme à la norme, exprimé par un TH nul, cela veut dire que les ions de sodium contenant dans la résine ont fixé tous les ions  $Mg^{++}$  et  $Ca^{++}$ .

#### ➤ Eau osmosée

Les résultats des analyses physicochimiques de l'eau osmosée sont représentés dans le tableau 14.

**Tableau 14:** Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur l'eau osmosée.

Produit analysé	Tests	Résultats	Normes de la compagnie Coca cola
Eau osmosée	TAC	12	<85 mg/l
	Conductivité	104,5	- $\mu$ S
	Turbidité	0,14	<0.5 NTU
	TDS	54,9	<500 mg/l
	pH	6,28	>4,9

Les valeurs de TAC (12mg/l), TDS (54,9 ppm), conductivité (104,5  $\mu$ S), turbidité (0.14 NTU) et le pH sont tous performants par rapport aux normes cibles fixées par *Fruital* Coca Cola. On déduit que les osmoseurs sont bien fonctionnels et élaborent une eau purifiée et minéralisée suffisamment.

### V.2.3.Sucre

Les résultats des analyses physicochimiques de sucre sont représentés dans le tableau 15.

**Tableau 15:** Résultats des analyses physicochimiques de sucre.

Tests	Résultats	Normes de la compagnie Coca cola
Flocs test	abs	Absence
SO <sub>2</sub>	2	<6 ppm

Le résultat obtenu après le dosage de SO<sub>2</sub> (2ppm) était inférieur à 6 ppm, ce qui est satisfaisant et indique l'absence des pesticides. Le test floc montre l'absence de floccs dans les

échantillons de sucre analysé, donc absence d'impuretés dans le sucre ce qui facilite la dissolution de ce dernier. D'après ces résultats, le sucre importé au niveau de l'unité *Fruital* était de bonne qualité.

#### V.2.4. Produit intermédiaire

##### V.2.4.1. Sirop simple

Les résultats des analyses physicochimiques de sirop simple sont représentés dans le tableau 16.

**Tableau 16:** Résultats des analyses physicochimiques de sirop simple.

	Cuve de stockage (tampon)	Norme de la compagnie Coca cola
<b>Essais</b>	<b>Résultats</b>	
<b>Paramètres</b>		
<b>Température (°C)</b>	22	<30°
<b>Brix (°B)</b>	65	>60°B

D'après les résultats du tableau 16, les valeurs de la température et le Brix du sirop simple sont respectivement de l'ordre de 22°C et 65°B, les valeurs sont en accord avec les cibles exigées par l'entreprise. Cela est dû au respect des quantités de sucre et de l'eau utilisés.

##### V.2.4.2. Sirop fini :

Les résultats des analyses physicochimiques de sirop fini sont représentés dans le tableau 17.

**Tableau 17:** Résultats des analyses physicochimiques de sirop fini.

	Cuve de stockage (tampon)	Norme de la compagnie
Essais	Résultats	Coca cola
Paramètres		
Température (°C)	24	<30°
Brix (°B)	41.40	Entre 41-43°B

Le résultat pour le sirop fini est compatible avec la cible prescrite par la compagnie.

### V.2.5. Produit fini avant soutirage

Les résultats des analyses physicochimiques du produit fini avant soutirage sont représentés dans le tableau 18.

**Tableau 18:** Résultats des analyses physicochimiques effectuées sur le produit fini avant soutirage.

	Ligne de production	Normes de la compagnie Coca cola
Essais	Résultats	
Paramètres		
Brix (°B)	11.85	12 ±0.5

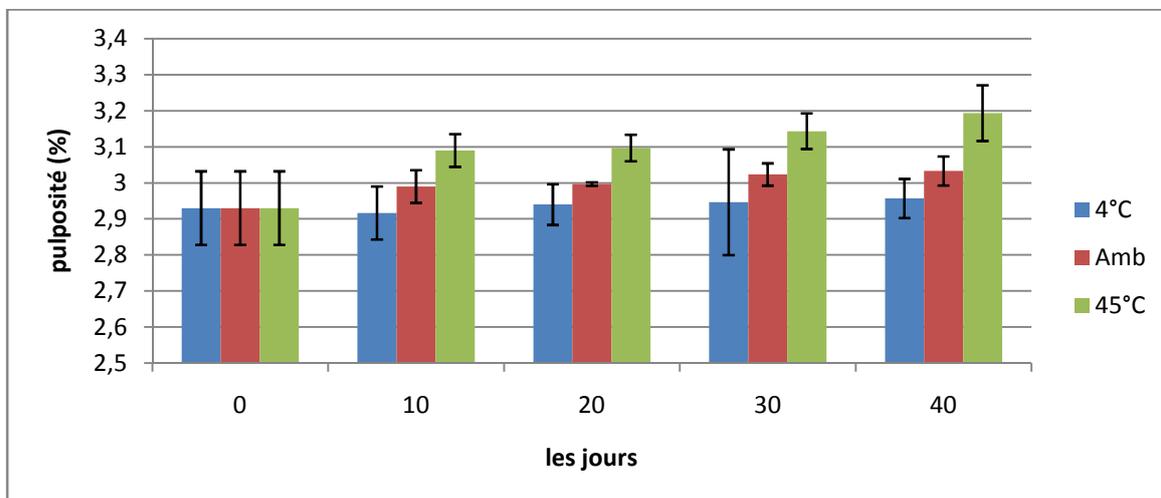
Le degré Brix est de l'ordre de 11.85°B, ce qui est conforme aux normes de l'entreprise.

Nous remarquons la différence de Brix entre le sirop fini et le produit fini avant soutirage : il passe de 41.40 à 11,85, cela est dû à l'addition de l'eau désaérée (ajustement du Brix final) au sirop fini pour diminuer le Brix et obtenir le produit fini avec un Brix qui est dans l'intervalle prescrit par la compagnie.

### V.2.6. Résultats des analyses physicochimiques du produit fini au cours du stockage à différents températures

### V.2.6.1. Evolution de la pulposité au cours du stockage

Les résultats de l'évolution du pourcentage de la pulpe en fonction de température et la durée de stockage sont représentés dans la figure 12.



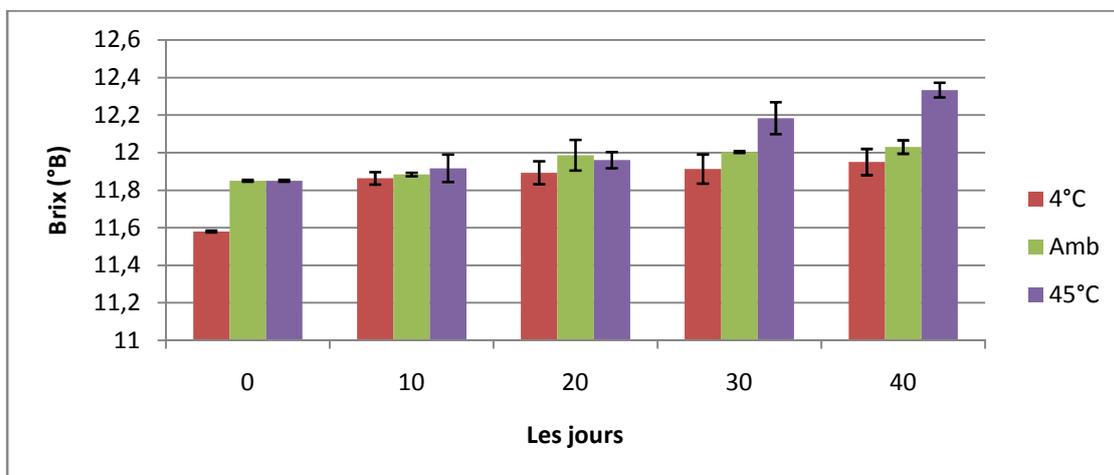
**Fig.12** : Evolution de la pulposité au cours du stockage à différentes températures.

Théoriquement la pulposité reste constante au cours du stockage à différentes températures mais pratiquement on observe une légère augmentation dans la température "4°C" par rapport au témoin où la teneur en pulpe était 2,93%. Cette augmentation varie d'une moyenne de 2,92% à 2,96% avec un écart type qui oscille de 0,05 à 0,15 et une moyenne variant de 2,99% à 2,03% avec un écart type de 0,00 à 0,05 pour la température ambiante, donc on peut considérer cette augmentation comme non significative, et peut être dû aux erreurs de manipulation. Pour la température 45°C on observe une augmentation qui varie avec une moyenne de 3,03% à 3,19 % avec un écart type oscille de 0,04 à 0,08 ; cette augmentation peut être également due aux difficultés de séchage de la pulpe car elle atteint son point de saturation.

D'après les résultats obtenus, la teneur en pulpe des trois températures (4°C, ambiante et 45°C) en fonction de la durée de stockage est conforme aux normes de la compagnie Coca-Cola qui sont de l'ordre de  $3 \pm 0,5$ .

### V.2.6.2. Evolution du degré de Brix au cours du stockage

Les résultats de l'évolution du degré Brix en fonction de la température et la durée du stockage sont présentés dans la figure 13.



**Fig.13** : Evolution du degré Brix au cours du stockage à différentes températures.

D'après la figure 13, comparant tous ces résultats obtenus par rapport au témoin où le degré de Brix était de l'ordre 11,85°B, on a observé une augmentation de degré de Brix pour les jus stockés à 4°C, allant de 11,86°B jusqu'à 11,95 avec un écart type de 0,03 à 0,08 après 40 jours. Pour ceux qui étaient stockés à la température ambiante on observe aussi une augmentation assez significative de degré de Brix (11,88 à 12,03°B) et un écart type variant de 0,00 à 0,08 après 40 jours. Une augmentation significative du degré de Brix pour les jus stockés à 45°C, qui a été élevée passant de 11,92 à 12,33°B avec un écart type de 0,04 à 0,08. A partir de ces résultats de la figure 10, on peut conclure que les résultats obtenus ne sont pas conformes aux normes de Coca-Cola qui exige un Brix de  $11.80 \pm 0.5^\circ\text{B}$ .

Cette augmentation peut être due à l'hydrolyse du sucre du saccharose (PM=342,99), car l'une de ses propriétés fondamentales est sa grande solubilité dans l'eau dont la structure de la molécule de saccharose favorise la formation des liaisons hydrogènes avec les molécules d'eau.

L'hydrolyse de saccharose en présence d'un acide appelé inversion de sucre provoque la transformation du saccharose en un mélange équimoléculaire de glucose et fructose selon la réaction suivante :

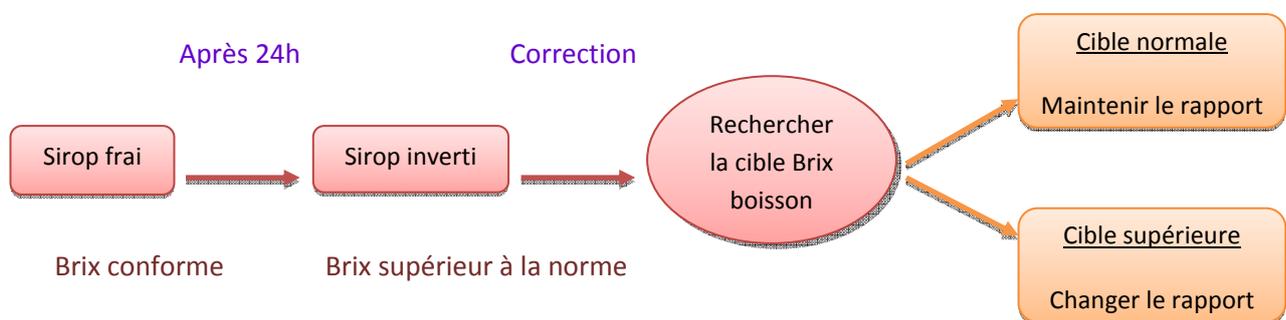


Le sucre inverti (glucose+fructose) a un pouvoir sucrant supérieur à celui du saccharose qui provoque une augmentation du degré de Brix.

Nos résultats sont conformes avec les résultats menés par des nombreux auteurs. Ainsi selon **Mathlonthi (1998)** la solubilité croit significativement avec la température et d'après **Siarc (1995)**, le milieu agit sur le jus d'orange en modifiant le degré de Brix du jus.

En effet, les jus qui sont exposés aux températures élevées sont plus sucrés que ceux entreposés dans les zones froides.

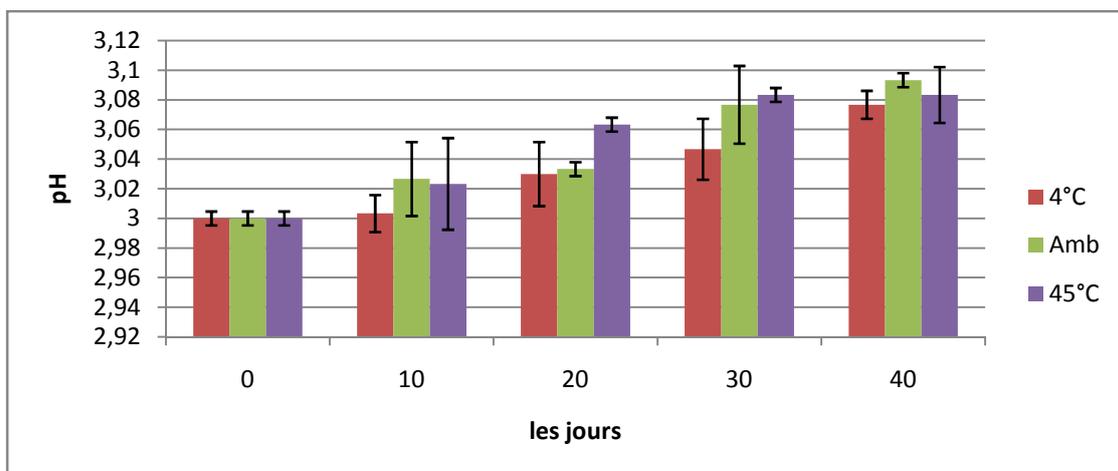
La fig.14 représente l'action corrective lors de l'inversion du sucre de sirop.



**Fig.14** : Schéma de l'action corrective lors de l'inversion du sucre de sirop

### V.1.5.3. Evolution du pH au cours du stockage

Les résultats d'évolution de pH en fonction de la température et la durée du stockage sont présentés dans la figure15.



**Fig.15** : Evolution du pH au cours du stockage à différents températures.

Le pH est le potentiel d'hydrogène dans une solution, il détermine sa neutralité, son acidité, son alcalinité.

D'après la figure 15, comparant tous les résultats obtenus par rapport au témoin (produit non stocké) où la valeur de pH était de l'ordre de 3,00. On remarque une augmentation remarquable dans la température 4°C (3,00 à 3,08) avec un écart type de 0,01 à 0,02.

A la température ambiante, on observe aussi une augmentation remarquable de pH qui varie de 3,03 à 3,09 et un écart type de 0,00 à 0,03. De même, à la température de 45°C, une augmentation assez remarquable du pH allant de 3,02 à 3,08 et un écart type de 0,00 à 0,03.

D'après les résultats obtenus, le paramètre pH montre que les moyennes de différentes températures présentent des petites différences.

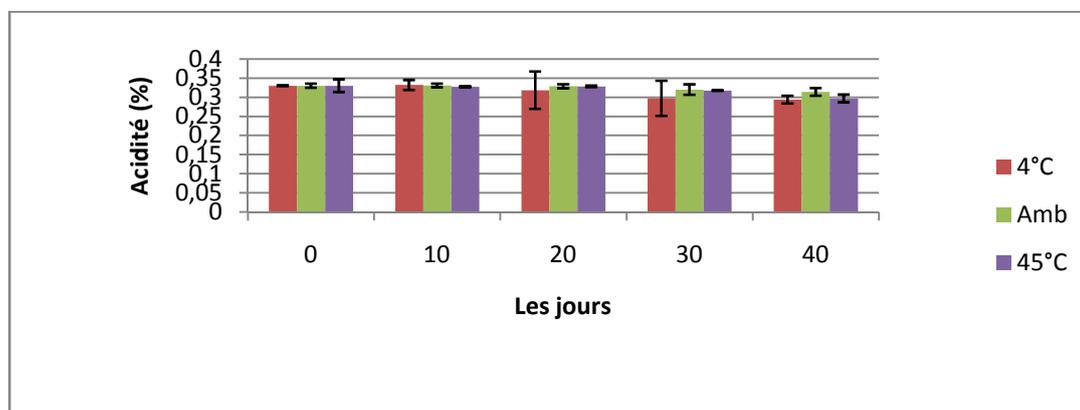
Le changement de température modifie également l'équilibre ionique de tous les acides et bases faibles présents dans un échantillon.

Ce changement de pH peut être dû à la présence des acides dans le jus tel que l'acide citrique, malique qui s'exprime par un pH entre 3,00 et 3,05 (Nagy et Shaw, 1990)

Les résultats obtenus lors des analyses effectués sur chaque échantillon aux différentes températures sont conformes aux normes de Nagy et Shaw (1990), et sont également conformes aux celles exigés par la compagnie Coca-Cola qui exige un pH de  $3 \pm 0,5$ .

#### V.1.5.4. Evolution de l'acidité au cours du stockage

Les résultats d'évolution de l'acidité en fonction de la température et la durée du stockage sont présentés dans la figure 16.



**Fig. 16 :** Evolution de l'acidité au cours du stockage à différents températures.

L'acidité titrable de la boisson est très peu variable durant le stockage. On observe une diminution de l'acidité titrable par rapport à l'acidité initiale (0,33%) dans les trois températures testées ( $4 \pm 1^\circ\text{C}$ ,  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ,  $45 \pm 1^\circ\text{C}$ ).

Les résultats obtenus pour l'acidité et le pH montrent une relation nette et claire qui existe entre ces deux paramètres ; plus le pH est élevé, plus l'acidité est faible. Se sont les mêmes résultats rapportés par **Chftel, 1990**.

L'acidité de jus d'orange est due principalement aux acides citrique et malique et à moindre mesure, à l'acide succinique. Cette acidité généralement entre 0,5 et 1,1 grammes d'acide citrique/litre de jus, se traduit par un pH entre 3,00 et 3,05 (**Nagy et Shaw, 1990** ; **Rangan et al., 1983**), Hormis son rôle fondamentale dans la saveur acidulé du jus d'orange, l'acidité a une influence remarquable sur la perception sensorielle des composés volatils du jus.

D'après **Cantarilli (1979)**, cette diminution est le résultat de la transformation des acides organiques en acides volatiles sous l'effet de la chaleur.

D'après **Coseteng et al. (1989)**, les trois acides du jus d'orange, il produit l'intensité la plus élevée car il est le plus abondant et il a le poids moléculaire le plus élevé.

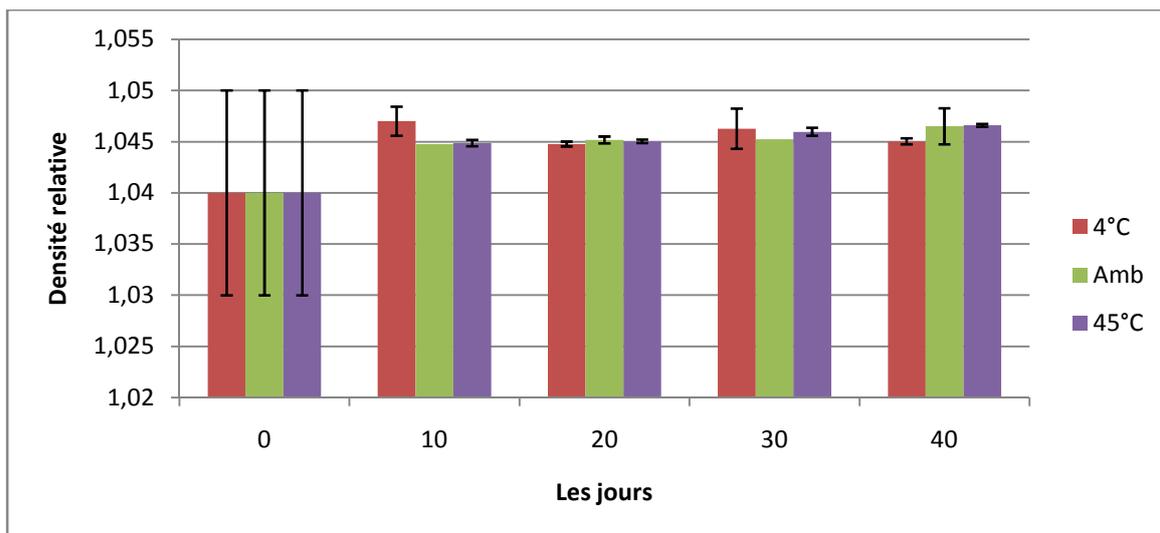
**Ahmed et al. (1978)**: ont observé que l'acidité malique et citrique, à une concentration similaire à celle d'un jus d'orange provoquant une augmentation du seuil de détection du d-limonène (l'un des composés volatiles les plus abondants dans le jus d'orange) dans l'eau environ 30%. L'acide citrique est une molécule hautement polaire qui contient trois groupements carboxyliques et un groupement hydroxylé, sa forme dissociée dans des solutions aqueuse est considérablement réactive vis-à-vis des composés volatiles.

Nos résultats rejoignent ceux rapportés par les auteurs cités (Nagy et Shaw, Rangan et al., Cantarilli, Coseteng et al. et Ahmed et al.). La diminution de l'acidité est due à l'augmentation de pH et la transformation des acides organiques en acide volatiles.

Les résultats obtenus de l'acidité sont conformes à celle de KORE Coca-Cola (Max 0.366 %).

#### **V.1.5.5. Evolution de la densité relative au cours du stockage**

Les résultats d'évolution de la densité relative en fonction de la température et la durée du stockage sont présentés dans la figure 17.



**Fig.17** : Evolution de la densité relative au cours du stockage à différentes températures.

D'après la figure 17, comparant ces résultats à l'analyse initiale (1,04), on remarque une modification légère de la densité en fonction de durée de stockage et de température. Ces résultats varient de 1,04 à 1,05 avec un écart type de 0,00 à 0,02.

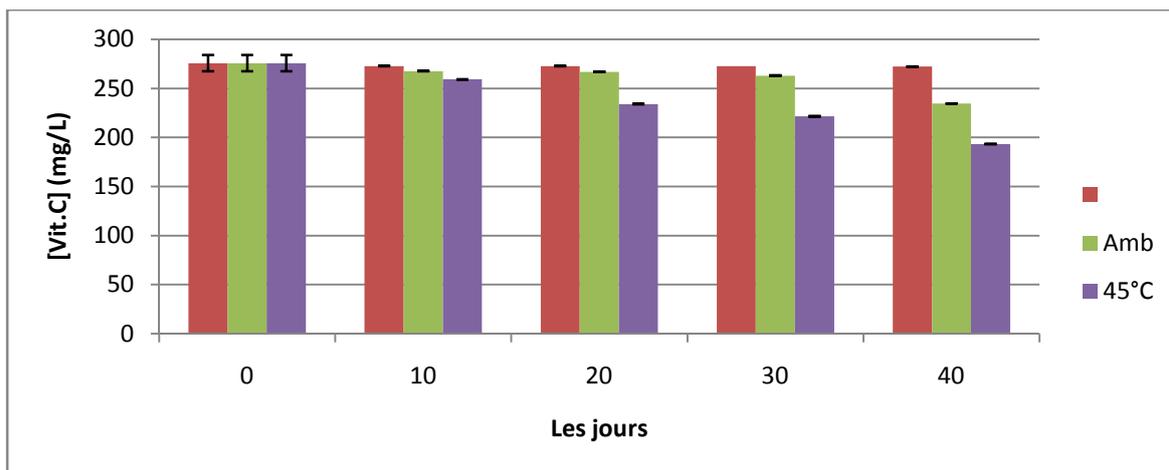
Cette augmentation peut être due à par la formation des pigments bruns dans la boisson stockée, qui sont le résultat de la dégradation de l'acide ascorbique, ainsi que de la réaction de Maillard qui implique les acides aminés et les sucres réducteurs, ainsi peut être due aux variations de degré de Brix au cours du stockage.

La couleur est l'un des facteurs le plus attractifs des jus et des boissons à base de fruits et légumes ; une perte de cette dernière correspond à une altération du produit.

Les densités optiques obtenues lors des analyses effectuées sur l'ensemble des échantillons sont conformes à la norme de la compagnie Coca-Cola (2013).

#### **V.1.5.6. Evolution de la vitamine C au cours du stockage**

Les résultats d'évolution de la vitamine C en fonction de température et la durée du stockage sont présentés dans la figure 18.



**Fig.18** : Evolution de la vitamine C au cours du stockage à différentes températures.

La vitamine C est stable à l'état solide, à l'abri de la lumière et de l'humidité. Par contre, en solution aqueuse, elle s'altère très rapidement au contact du dioxygène de l'air : le dioxygène est un oxydant alors que la vitamine C est un réducteur, d'où réaction d'oxydoréduction. un stockage prolongé des aliments et une cuisson excessive, détruisent cette vitamine.

Selon **Noémie et Téodora (2008)**, la présence d'une lumière artificielle provoque une décomposition de la vitamine C malgré une exposition de durée inférieure.

D'après les résultats obtenus par la figure 18, comparant tous ces résultats à l'analyse initiale de la concentration de la vitamine C (275,73mg/l), on remarque une modification non significative pour le 4°C avec une moyenne de 272,70 à 272,20 mg/l et un écart type de 0,00 à 0,14. Cette diminution non significative peut être due à la présence de la lumière artificielle. Selon **Antonio et al. (2007)**, des pertes d'acide ascorbique entre 29% et 41% ont été observées dans différents jus de fruit commerciaux stockés dans des récipients fermés à la température ambiante pendant 4 mois.

La température ambiante a diminué significativement de 267,57 à 234,53 les teneurs en vit C avec un écart type de 0,05 à 0,09. Cette diminution significative peut être dû à l'augmentation légère de la température de l'ambiance à la présence des lumières artificielles (spectre de la lumière blanche complet) qui provoque la décomposition de la vitamine C.

A température 45°C, la concentration de la vitamine C est diminuée considérablement en fonction du temps et température passant de 259,20 mg/l à 193,30mg/l et un écart type de 0,05 à 0,19. Cela est dû à l'effet de la température où les coefficients augmentent en valeur

absolue avec l'augmentation de la température, ce qui traduit une diminution plus rapide de la quantité de vitamine C dans le jus d'orange.

Le chauffage des jus de fruits (en particulier lors de la pasteurisation ou du flash pasteurisation) est responsable de la dégradation d'une partie de l'acide ascorbique (Grandazzi, 2002).

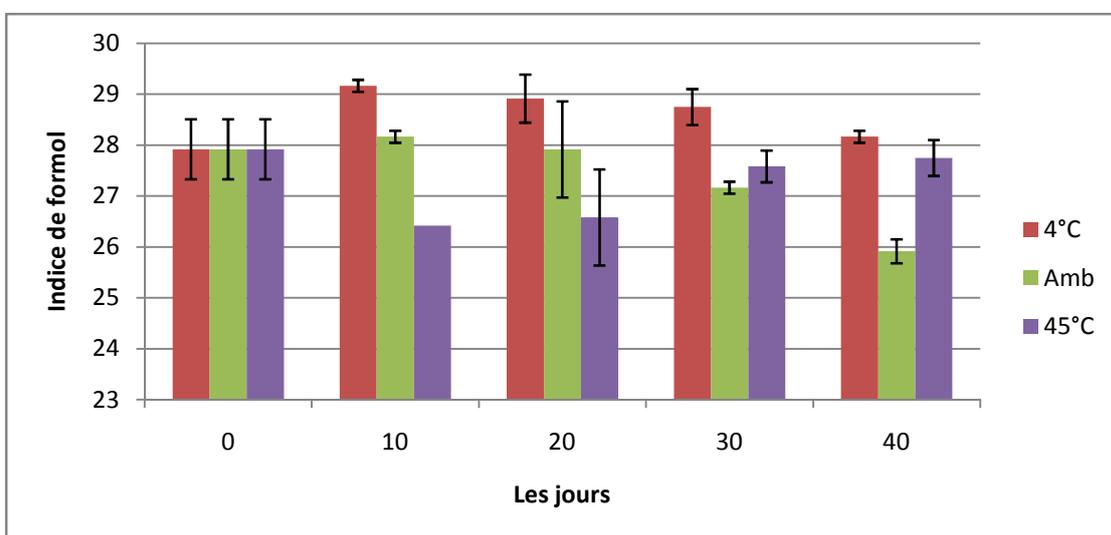
La température et la lumière sont bien des facteurs accélérant la décomposition de la vitamine C.

Les résultats obtenus de la concentration de la vitamine C sont conformes aux normes de KORE Coca-Cola pour le 4°C et ambiante et non conformes à 45°C d'où l'industrie exige une concentration au moins 200mg/l de vitamine C.

#### V.1.5.7. Evolution de l'indice de formol au cours du stockage

Le dosage de petites quantités d'acides aminés libres dans les jus de fruits/boissons aux jus de fruits. Copier dans la discussion

Les résultats d'évolution de l'indice de formol en fonction de température et la durée du stockage sont présentés dans la figure 19.



**Fig.N°19** : Evolution de l'indice de formol au cours du stockage à différentes températures.

Bien que l'indice de formol ne soit pas très spécifique, il est employé pour estimer toute la teneur en acides aminés dans un jus, et pour estimer en partie sa pureté. Il dépend de la matière première utilisée et des conditions de fabrication. Les fruits mûrs donnent des valeurs

plus hautes que les fruits non mûrs. Pendant le raffinage du jus, il y a une réduction de l'indice de formol, dû à l'élimination de la pulpe et de l'écorce, qui sont plus riches en acides aminés (Esteve et *al.*, 2005).

D'après la figure 19, comparant au témoin où l'indice de formol était 27,17. Ainsi, à la température de 4°C, l'indice de formol diminue de 29,17 à 28,17 avec un écart type de 0,12 à 0,47. Cela peut être dû la libération des ions H<sup>+</sup> par le formaldéhyde qui se combine avec les groupements NH<sub>2</sub> des acides aminés libre qui se trouve dans le jus de fruit.

A la température ambiante, on observe une diminution assez significative de l'indice de formol aller de 28,17 à 25,92 avec un écart type de 0,12 à 0,94. Cette diminution peut être dû à la participation des groupements amines dans la réaction de Maillard (réaction de Maillard résulte d'une condensation entre la formation amine d'un acide aminé libre et le groupement carbonyle d'un aldéhyde).

A la température de 45°C, on observe une augmentation de l'indice de formol de 26,42 à 27,75 et un écart type oscille entre 0,10 et 0,94. Cette diminution peut être dû à l'hydrolyse des chaînes protidiques, due aux pH, stade phénologique de l'oranger et à la chaleur (malgré à des faibles quantités) qui libère des acides libres qui rentrent par la suite dans des réactions de Maillard (brunissement non enzymatique).

D'après les résultats obtenus dans la figure 15, l'indice de formol obtenu dans les trois températures n'a pas dépassé la norme qui est de 30.

## V.2. Résultats des analyses microbiologiques

### V.2.1. Eau de sanitation

Les résultats des analyses microbiologiques concernant l'eau de sanitation sont représentés dans le tableau 26.

**Tableau 26** : Résultats des analyses microbiologiques sur l'eau de sanitation

Germes recherchés	Eau du dernier rinçage	Normes de la compagnie
Levures et moisissures	abs	10 UFC/ 100 ml
Germes totaux	abs	<25 UFC/1ml
Coliformes Totaux	abs	0UFC/100ml

Abs : absence

UFC : Unité de Formant de Colonie

D'après les résultats obtenus, nous remarquons une absence totale des germes totaux, de coliformes et de levures et moisissures. Cela est dû à l'utilisation respective des détergents et le respect de température et le temps de contact de ces derniers avec le matériel, ce qui permet d'éliminer tous les souillures et de tuer tous les germes existants.

### V.2.2. Eau de process

Les résultats microbiologiques concernant l'eau de process sont représentés dans le tableau 27.

**Tableau 27** : Résultats des analyses microbiologiques sur l'eau de process

Echantillons	Germes totaux				Coliformes totaux		
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	M±ET	Essai 1	Essai 2	Essai 3
<b>Eau brute</b>	2	0	1	1±0,82	abs	abs	abs
<b>eau du filtre à sable</b>	1	0	1	0,66±0,47	abs	abs	abs
<b>Eau du filtre à charbon</b>	0	1	1	0,66±0,47	abs	abs	abs
<b>Eau osmosée</b>	0	0	1	0,33±0,47	abs	abs	abs
<b>Eau désinfectée au UV</b>	abs	abs	abs	-	abs	abs	abs

M±ET : Moyenne± Ecart Type

UV : Ultra Violet

Les germes totaux sont admis à un taux inférieur à 25 UFC/ml, nous remarquons que tous nos résultats répondent aux normes.

La présence de Coliformes totaux même à 1UFC/ml entraîne un arrêt immédiat du filtre, et on doit procéder immédiatement au lavage et stérilisation, nous remarquons une absence totale des coliformes totaux et nos résultats sont compatibles aux normes.

### V.2.3.Sucre

Les résultats des analyses microbiologiques concernant le sucre sont représentés dans le tableau 28.

**Tableau 28:** Résultats des analyses microbiologiques sur le sucre.

Germes recherchés	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Normes de la compagnie Coca cola
Germes totaux	0	0	0	200 UFC/10g
Levures et moisissures	0	0	0	10UFC/10g

Les analyses microbiologiques relatives au sucre présentent l'absence totale des germes totaux et des levures et moisissures.

#### V.2.4.Produit intermédiaire

Les résultats des analyses microbiologiques concernant le produit intermédiaire sont représentés dans le tableau 29.

**Tableau 29:** Résultats des analyses microbiologiques sur le sirop simple et le sirop fini.

Germes recherchés	Sirop simple			Sirop fini			Normes de la compagnie Coca cola
	Essai1	Essai2	Essai3	Essai1	Essai2	Essai3	
Levures et moisissures	0	0	0	0	0	0	1 UFC/5ml

Les analyses microbiologiques relatives aux produits intermédiaires présentent une absence totale des levures et moisissures, ceux ci peut être du à la température élevée du sirop et l'efficacité du Nettoyage En Place.

### V.2.5. Résultats microbiologiques de l'ambiance :

Les résultats des analyses microbiologiques concernant l'ambiance sont représentés dans le tableau 30.

**Tableau 30:** Résultats des analyses microbiologiques de l'ambiance.

Points de prélèvement	Levures et moisissures	Cibles	Coliformes	Cibles	Germes totaux	Normes de la compagnie Coca cola
Salle microbiologique	0	<1UFC	0	0UFC	0	<6UFC
Siroperie	0	<150 UFC	0	0UFC	-	-
Station des traitements des eaux	3	<200 UFC	0	0UFC	-	-
Sortie laveuse bouteilles	0	<200 UFC	0	0UFC	-	-

Les résultats microbiologiques indiquent que l'ambiance de l'entreprise représente un milieu aseptique pour la production du jus, car on remarque que le nombre de microorganismes est inférieur aux normes exigées par la compagnie, il est de l'ordre de 3 UFC par rapport à 200 UFC pour les levures et moisissures, et nul pour les Coliformes et les Germes totaux. Les résultats obtenus peuvent être dû aux bonnes pratiques d'hygiène.

### V.2.6. Résultats microbiologiques des équipements de production

Les résultats microbiologiques concernant l'équipement de production sont représentés dans le tableau 31.

**Tableau 31** : Résultats des analyses microbiologiques de matériels de production.

Lieu Germes	Cuve pectine et entonnoir	Cuve pulpe et système d'aspiration	Système d'aspiration partie jus	Cuve sirop fini	Pulpe doseur	soutireuse	Normes de la compagnie Coca cola
germes	0	0	0	0	0	0	1UFC/50ml

D'après le tableau 30, nous remarquons une absence de l'ATP dans le matériel de production qui est un indicateur de l'absence totale des germes (principe de l'ATP mètre). Cela peut être dû à l'efficacité des détergents de nettoyage qui ont détruit tous les germes présents dans l'équipement de production et le respect du temps de sanitation, action mécanique et température.

#### **V.2.7. Résultats des analyses microbiologiques du produit fini au cours du stockage.**

Résultats des analyses microbiologiques sur la boisson au jus d'orange « jus pulpy orange » à différentes températures (4°C, ambiante 23±2°C et 45°C) pendant la durée du stockage (0, 10, 20, 30 et 40 jours) représentés dans le tableau 32.

**Tableau 32 :** Résultats des analyses microbiologiques du produit fini au cours du stockage à différents températures.

	Températures (°C)	Durée de stockage (jours)					Normes de la Copagnie Coca Cola
		0	10	20	30	40	
TAB	4	0	0	0	0	0	0 UFC/20 ml
	ambiante	0	0	0	0	0	
	45	0	0	0	0	0	
Levures et moisissures	4	0	0	0	0	0	0 UFC/20ml
	ambiante	0	0	0	0	0	
	45	0	0	0	0	1	
Germe totaux	4	0	0	0	0	0	<25 UFC/1ml
	ambiante	0	0	0	0	0	
	45	0	0	0	0	0	

Il y a absence de la variation de la flore microbienne du point de vu qualitatif et quantitatif et levures et moisissures durant les 40 jours et pour les trois températures, ce qui confirme l'efficacité du traitement thermique( la pasteurisation ) appliqué et le nettoyage en place qui a éliminé la contamination du produit fini.

#### V.2.8. Résultats des analyses organoleptiques du produit fini

Les résultats des analyses organoleptiques sur la boisson au jus d'orange « jus pulpy orange » à différentes températures (4°C, ambiante 23±2°C et 45°C) pendant la durée du stockage (10, 20, 30 et 40jours), sont représentés dans le tableau 33.

**Tableau 33:** Résultats des analyses organoleptiques sur la boisson au jus d'orange « jus pulpy orange ».

		Jus d'orange		
		4°C	ambiante	45°C
10jours	Gout	*	*	**
	Flaveur	-	-	--
	couleur	+	+	++
20jours	Gout	*	*	***
	Flaveur	-	-	---
	Couleur	+	+	+++
30jours	Gout	*	**	***
	Flaveur	-	--	---
	Couleur	+	++	+++
40jours	Gout	*	**	***
	Flaveur	-	--	---
	couleur	+	++	+++

### Couleur

+ couleur est acceptable ; ++ couleur est légèrement sombre et +++ couleur est sombre

### Le goût

\*le gout est acceptable ;\*\* le gout est amer, \*\*\* le gout est cuit

### Flaveur

- acceptable ; -- légèrement accentué et --- Plus accentué

La couleur de jus de citron et orange après 10jours.

D'après les tests visuels, on observe qu'à la température 4°C la couleur, flaveur et le gout sont acceptables.

A la température ambiante la couleur, goût et le flaveur sont acceptable mais à partir du trentième jour de stockage, la couleur est devenu légèrement sombre, le gout devenu amère et le jus présentent une odeur légèrement accentué.

A la température 45°C, la couleur est légèrement sombre, le gout est amer et la flaveur est légèrement accentuée ; mais a partir du trentième jour de stockage, la couleur est devenue plus sombre, flaveur plus accentuée et le jus présentant un gout de cuit.

# Conclusion

---

## Conclusion

Le *CIP* (*Cleaning In Place*), assure la sécurité et l'efficacité, empêche la contamination des produits et réduit au minimum la recontamination du procédé suivant. Il permet de garantir la qualité hygiénique du produit alimentaire. En effet une bonne qualité microbiologique du produit fini peut prolonger la durée de stockage de ce dernier.

Les produits alimentaires se diffèrent en durée de conservation, tout dépend de processus de fabrication, de la composition, des traitements et les conditions de stockage de ces produits.

Nous avons évalué la stabilité physicochimique, microbiologique et organoleptique d'un jus *pulpy* orange au cours de stockage à différentes températures 4°C, ambiante et 45°C pendant 40 jours.

D'après les résultats obtenus, nous avons constaté que la température et la durée de stockage influent sur les caractéristiques physicochimiques et organoleptiques du jus.

Une forte diminution en vitamine C a été observée, cette diminution est due essentiellement aux propriétés thermosensibles et photosensibles de cette vitamine. Une légère augmentation en pH, et en parallèle une diminution de l'acidité titrable, le résultat de la transformation des acides organiques en acides volatiles sous l'effet de la chaleur ont été observés.

Une augmentation en degré de Brix, due à l'inversion de saccharose qui se dégrade en glucose et en fructose qui ont un pouvoir sucrant plus fort, a été également noté.

La variation de l'indice de formol serait due aux acides aminés libres engagés en présence des sucres réducteurs dans les réactions de Maillard.

Le test descriptif organoleptique réalisé démontre, que les boissons stockées à température 4°C et ambiante préservent mieux leurs caractères organoleptiques.

Les résultats microbiologiques du jus *pulpy* orange demeurent conformes aux normes de la compagnie au cours du stockage ; cela est dû aux bonnes pratiques d'hygiène lors de la fabrication et l'efficacité du *CIP*.

Au terme de cette étude, nous réitérons la recommandation suivante : la boisson conditionnée en verre doit être stockée au froid et à l'abri de la lumière et soleil.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. **Abbara A., 2003** : « Acide paracétique : APA » ; Paris-Nord ; pp 2.
2. **Aerts D., 2006** : « Guide des accises » ; Ed. Collection Douane ; Belgique ; 219 p.
3. **Ait abdelouahab N., 2001** : « Microbiologie alimentaire » ; Ed. OPU (3eme Ed.) ; Ben Aknoun (Algerie) ; 148p.
4. **Alais C., Linder G., Mielo L., 2003** : « Biochimie alimentaire » ; Ed. DUNOD ; France ; 360 p.
5. **Apfelbaum M., Romon M., Dubusm M., 2009** : « Diététique et nutrition » ; Ed. Masson (7<sup>ème</sup> édition) ; Paris ; 528 p.
- 6.
7. **Alvoretz N., Ruson C., Darfin G., Gesan-Guizion G., 2010** : « Cahier scientifiques : Quelle stratégie pour rationaliser le NEP en industries laitière ? » ; France ; pp : 18.
8. **Angrand F., 2009** : « La composition des colorants alimentaire » ; France ; Ed. Trédaniel ; pp : 3.
9. **Anonyme1, 1991** : **Codex STAN 179** : « General standard for vegetable juice » ; pp:4
10. **Anonyme2, 1995** : **Codex STAN 192**: « Norme générale pour les additifs alimentaire » ; pp : 48
11. **Anonyme3, 2001** : **Codex alimentarius**: « Les additifs alimentaires » ; Codex alimentaire ; Ed. FAO et OMS (2<sup>ème</sup> édition) ; Rome; 391 p.
12. **Anonyme4, 2001** : **Codex alimentarius**: « Les colorants » ; Vol 1 ; codex alimentaire ; Ed. FAO et OMS (2<sup>ème</sup> édition) ; Rome; 391 p.
13. **Anonyme5, 2004** : **Comesa 040**: « Norme codex pour le concentré de jus d'orange conserve exclusivement par des procédés physiques Codex STAN 64-1981 » ; Norme Harinonisée de COMESA ; pp : 1.
14. **Anonyme6, 2005** : **Codex STAN 247**: « Norme générale codex pour les jus et les nectars des fruits » ; 19 p.
15. **Anonyme7, 2006** : « Extraits de la revue Flash Fruits Légumes » ; journal de pédiatrie et de puériculture ; Disponible en ligne sur ([www-science-direct.com](http://www-science-direct.com)).

16. **Anonyme8, 2008 : Codex alimentarius:** « Production animale » ; Ed.FAO et OMS (1<sup>ère</sup> édition) ; Codex alimentaire ; Rome; 211p.
17. **Anonyme9, 2010 :** « Maladies et remèdes : Le danger des additifs alimentaire » ; Disponible sur internet : ([www.achblog.com](http://www.achblog.com)).
18. **Anonyme10, 2010 :FAO, 2010 :** « Archives de document de la FAO, généralités sur l'hygiène » ; pp : 141.
19. **Anonyme11, 2010:** KORE Coca-Cola Company«guide manuel»:"Norme interne de la compagnie".
20. **Anonyme12, 2013:** KORE Coca-Cola Company «guide manuel»: "Norme interne de la compagnie".
21. **Anonyme13, 2013:EFSA:** « Les additifs alimentaire » ; France ; dernière mise à jour : 31/05/2013.
22. **Babo D., 2006 :** « L'encyclopédie des fruits » ; Ed. DesIcris ; Paris ; 221 p.
23. **Benayad B., BENMOHAMED B. et Bennouna ; 2010;** « Controle de la qualité et analyse »; Ed. OPU ; Alger ; 160p.
24. **Ben Mansour H., Latrach Tlemcani L., 2009 :** « Les colorants naturels sont-ils de bons additifs alimentaire ? »; Article de synthèse : Nutrithérapie ; Faculté de pharmacie de Monastir, Institut polytechnique, Tunisie.
25. **Bimbenet J-J., Duquenay A., Trystan G., 2002 :** « Génie des procédés alimentaires : des bases aux applications » ; Ed. Dunod , RIA ; Paris ; 547 p.
26. **Blais C., 2013 :** « Colorants alimentaires de toutes les couleurs » ; Canada ; pp : 3.
27. **Boehnke R-W., Ricupero R., 2004 :** « Atlas des produits de base » ; Ed. United National ; Marseille ; 80 p.
28. **Bonnefoy C., Guillet F., Leysol G., Verne E., Bomdais ., 2002 :** «Microbiologie et qualité dans les industries agroalimentaire» ; Ed. Doin ; paris ; 249 p.
29. **Borel J.P., Randoux A.,Moquant F.,Gillery P.,Bellon G.,Monboiss J.C.,2010 :** «Biochimie dynamique» ;Ed.Boeck et Lavoisier ;Bruxelle Paris ;1585p.
30. **Bouix M.,2005 :** Nettoyage et desinfection dans les bioindustries ; Ed.tec &doc ;Paris ;548p.
31. **Boune M-J., 2012 :** « La chrono-diététique » ; Ed. Odile Jacob ; Paris ; 120 p.

32. **Bourgeois C., 2003** : « Les vitamines dans les industries agroalimentaires » ; Ed. Lavoisier ; Paris ; 692 p.
33. **Bourée J-M., 2012** : « La chrono-dietitique » ; Ed. Odile Jacob ; Paris ; pp :118.
34. **Branger A., Richer M-M., Roustel S., 2007** : « Alimentation et processus technologiques » ; Ed. Educagri ; Paris ; 295 p.
35. **Branger A., Richer M-M., Roustel S., 2007** : « Microbiochimie et alimentation » ; Ed. Educagri ; Paris ; 344p.
36. **Brémaud C., Claisse J-R., Leulier F., Thibault J., Ulrich E., 2006** : « Alimentation santé, qualité de l'environnement et du cadre de vie en milieu rural » ; Ed. Educagri ; Paris ; 232 p.
37. **Bribosia A., Prison P., Martin C., Tadino A., Van-Elsuwf R., 2004** : « Chimie science de base » ; Ed. Boeck & Lascier (5<sup>ème</sup> et 6<sup>ème</sup> édition) ; Bruxelles ; 273 p ,
38. **Brulé G., Schurk P., Jeantet R., Thomas C., 2007** : « Technologie des produits alimentaire » ; Ed. Tec & Doc ; Paris, Vol.2 ; Londres-Paris-New-York ; 449p.
39. **Brulé G., Schurk P., Jeantet R., Thomas C., 2006** : « Stabilisation biologique et physico-chimique » ; Ed. Lavoisier ; Vol.2 ; Londres-Paris-New-York ; 140p.
40. **Catteau C., Trentesaux T., Delfosse C., Rousset M-M., 2011** : « Impact des jus de fruit et des boissons fruités sur la santé de l'enfant et de l'adolescent » ; Ed. Elsevier Masson ; France ; 123 p.
41. **Combris P., Amiot-Carlin M-J., Caillavet F., Causse M., Dollongeville J., Padilla M., Renard C., Soler L-G., 2008** : « Les fruits et les légumes dans l'alimentation, Expertise scientifique collective INRA » ; Ed. Quae ; Versailles (France) ; 128 p.
42. **Cooper G-M., 1999** : « Une cellule : une approche moléculaire » ; Ed. Boeck ; Bruxelles, Paris ; 679 p.
43. **Catteau C., Trentesaux T., Delfosse C., Rousset M-M., 2011** : « Impact des jus de fruit et des boissons fruités sur la santé de l'enfant et de l'adolescent » ; Ed. Elsevier Masson ; France ; 123 p.
44. **Combris P., Amiot-Carlin M-J., Caillavet F., Causse M., Dollongeville J., Padilla M., Renard C., Soler L-G., 2008** : « Les fruits et les légumes dans l'alimentation, Expertise scientifique collective INRA » ; Ed. Quae ; Versailles (France) ; 128 p.

45. **Cooper G-M., 1999** : « Une cellule : une approche moléculaire » ; Ed. Boeck ; Bruxelles, Paris ; 679 p.
46. **Debry G., Dermal Y., 1996** : « Amélioration des plantes et biotechnologies » ; Ed. John Libbey Eurotext ; pays ; 831 p.
47. **Droesbecke J., Lejeune M. et Saporta G., 2005** : « Modèles statistiques pour données qualitatives », Ed. Technip, Paris, 289 p.
48. **Espiard E., 2002** : « Introduction à la transformation industrielle des fruits » ; Ed. Lavoisier ; Paris ; pp :360.
49. **Frénot M., Vierling E., 2001** : « Biochimie des aliments-Diététique du sujet bien portant » ; Ed. Doin éditeurs, CRDP : Centre Régional de Documentation Pédagogique d'Aquitaine (2<sup>ème</sup> édition) ; Bordeaux (France) ; 301 p.
50. **Ghabrit., 2012** : « Gomme Arabique » ; algerie; 2p.
51. **Gurria A., 2008** : « Perspective de l'environnement de l'OCDE à l'horizon 2030 » ; Ed. OCDE ; Paris ; 569p.
52. **Guibarid C., Prevost F., 2005** : « Transformation carné à la ferme » ; Ed. Educagri ; Paris ; 203p.
53. **Huss H-H., 1999** : « Assurance de qualité des produits de la mer » ; document technique sur les pêches ; Ed. FAO ; Danemark ; 175 p.
54. **Jeantet R., Goguennec T., Schuck P., Brulé G., 2007** : « Science des aliments, Technologie de produits alimentaire » ; Ed. Tec & do, Lavoisier ; vol 2 ; Paris (France) ; 249 p.
55. **Kleiner B., 2007** : « Les secrets de vie des jus-santé » ; Ed. Lanore ; Paris ; 169 p.
56. **Lactoste S., 2008** : « Ma bible : des trucs de santé » ; Ed. LEDUC-S ; Paris ; 429 p.
57. **L-D., 2007** : « Pur jus, concentré au nectar » ; Article de presse par L.D. 21/07/2007 ; pp :1
58. **Lami E., 2010** : « Santé vasculaire : les bénéfices du jus d'oranges » ; pp : 2.
59. **Lecerf J-M., 2001** : « Santé des enfants et jus de fruit- Revue médicale » ; pp : 1-2.
60. **Lecerf J-M., 2008** : « Fruits et prévention de l'ostéoporose » ; Ed. Springer ; England ; 106 p.
61. **Le louane P., 2007** : « L'eau » ; Ed. Harmatteau ; Paris ; 258p.

- 62. Lepien J-R., 2001 :** « Système de qualité et de sécurité sanitaire des aliments » ; Ed. ; pays; 227 p.
- 63. Libecq G., Marchandise S., 2008 :** « Economie d'énergie dans l'industrie alimentaire : Les installations CIP » ; Ed. Wallonie ; cahier technique n°6 ; pp : 2.
- 64. Lightfoot N-F., Maier E-A ., 2002:** «Analyse microbiologique des aliments et de l'eau : Guide pour assurance qualité » ; Ed. CPI (Contemporary Publishing International) ; Bruxelles ; 178 p.
- 65. Marger S., Alihentain L., Cohen J-M., Seroq P., 2011 :** « Quel jus de fruit choisir ? » ; publié le 9/03/2011.
- 66. Maribaux S., 2011 :** « Orange : un fruit rempli de bienfaits santé nutriments des oranges » ; 7p.
- 67. Maribaux S., 2011 :** « Régime-maigrir » ; Ed. Copyright 2007 ; France; 2p.
- 68. Masson R., 2004 :** « Les fruits en nutrition humaine » ; Ed. Masson ; Paris (France) ; 218 p.
- 69. Mcardle W-D., Katch F-I., 2004 :** « Nutrition et performances sportives » ; Ed. Boek (1<sup>er</sup> édition) ; USA ; 451 p.
- 70. Medart J., 2009 :** « Manuel pratique de nutrition : L'alimentation préventive et curative » ; Ed. Boeck (2<sup>ème</sup> édition) ;Bruxelle (France ) ; 289 p.
- 71. Mer F., Perben D., Geynard H., Dutreil R., 2003 :** «Décret n° 2003\_838 du 1<sup>er</sup> septembre 2003 pris pour l'application de l'article L\_214\_1 du code de la consommation en ce qui concerne les jus de fruit et certain produits similaires destinés a l'alimentation humain » ; texte n° 11 ; Paris ; 15047 p.
- 72. Messaoudi Z., SD :** « Les règles d'étiquetage des jus, Nectars et boissons aux fruits » ; pp : 3.
- 73. Meunier N., 2006 :** « Hygiène hospitalière » ; Ed. Lamane ; Lyon ; 2p.
- 74. Minceur B., 2006 :** « Les jus des fruits » ; 3p.
- 75. Moerman F.,2007 :**«Nettoyage en place :rapide et efficace» ;Ed.EHEDJ ;Belgique ;9p.
- 76. Multon J-L., 1992 :** « Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries Agro-Alimentaire » ; Ed. Technique et documentation, Lavoisier (2<sup>ème</sup> édition) ; Paris (France) ; 795 p.
- 77. Nadiya J., 2012 :** « Du jus d'orange pour diminuer l'hypertention artérielle » ; pp : 5.

- 78. Neves M-F., Trombin V-G., Fonseca Lopes F., Kaloki R., Milon P., 2011 :** « The orange juice business » ; Ed. Wegening en Academic Publishers ;Brésil ; 163 p.
- 79. Pauling L., 2004 :** « Une alimentation optimale est le médecin de demain » ; 3p :
- 80. Petit pain-Perrin F., 2006 :** « Les grandes catégories d'usage de l'eau dans les industries. Technique de l'ingénieur : G1150-2 ; pp :
- 81. Polèse J-M., 2005 :** « La culture des agrumes » ; Ed. ARTEMIS ;Chine ; 94 p.
- 82. Prevost F., Guiband C., 2005 :** « Transformation carnée à la ferme » ; Ed. Educagri, Dijon ; Paris (France) ; 203 p.
- 83. Renandin N., Prolongeau V., 2009 :** « Jus de fruit et nectar charte d'engagement volontaire de progrès nutritionnel » ; pp : 6.
- 84. Richard H., Camus G., 2005 :** « Que est ce qu'un arôme alimentaire ? Dossier les arômes alimentaire » ; pp : 1.
- 85. Riom S., 2013 :** « Les émulsifiants, Encyclopédies des aliments » ; Ed. Québec ; Canada ; 550 p.
- 86. Roudaut H., Lefrancq E., 2005 :** « Alimentation théorique » ; Ed. Doin éditeurs CRDP : Centre Régional de Documentation Pédagogique d'Aquitaine ; France ; 303 p.
- 87. Roxanne., 2010 :** « Caries dentaires et diminution de l'email dentaire » ; pp : 12.
- 88. Sinha N., Sidhu J., Barta J., Wu J., Pilarcano M., 2012 :** « Hard book of fruit and fruit processing » ; Ed.Black well publishing ; pays ; 681 p.
- 89. Soliane., 2010 :** « Les trésors de Soliane » ; 3p.
- 90. Spiller G., Spiller M., 2007 :** « Tout savoir sur les fibres : un régime alimentaire riche en fibre, gage d'une bonne santé » ; Ed. Québec ; Canada ; 305 p.
- 91. Tibi A., 2013 :** « Encyclopédie universelle saccharose » ; Alger ; pp :18.
- 92. Vanston J., 2010 :** « Nettoyage en place (NEP) et des lieux » ; pp : 44.
- 93. Vibrel-Alonso C., 2011 :** « Citron et autres agrumes » ; Ed. Eyrolles ; Paris ; 116 p.
- 94. Vierling E., 2008 :** « Alimentation et boissons » ; Ed. Doin (3<sup>ème</sup> édition) ; Paris ; 277 p.

- 95. Vignola A-L., 2002 :** « Science et technologie de lait » ; Ed. Québec ; Canada ; 603 p.
- 96. Weber F., 1985 :** « Réfrigération du lait à la ferme et organisation des transports » ; Ed. FAO ; Rome (Italie) ; 214p.
- 97. Wilson J-L., 2001 :** « L'adrénaline trop, c'est trop ! » ; Ed. Originale publie Smart Publication ; Canada; 381 p.

## Annexe I : analyse de l'eau à l'unité Fruitail

<b>Désignation</b>	<b>Test</b>	<b>Normes et fréquences</b>	<b>Résultats</b>
<b>Eau brute</b>	<b>Gout</b>	<b>Pas de mauvais goût</b>	
	<b>Odeur /aspect</b>	<b>Néant</b>	
	<b>TAC</b>	<b>/</b>	
	<b>pH</b>	<b>/</b>	
	<b>TDS</b>	<b>/</b>	
	<b>Turbidité</b>	<b>/</b>	
<b>Eau de filtre à sable</b>	<b>Goût</b>	<b>Pas de mauvais goût</b>	
	<b>Odeur /aspect</b>	<b>Néant</b>	
	<b>TAC (mg/l)</b>	<b>/</b>	
	<b>Chlore libre</b>	<b>1-3ppm</b>	
	<b>Turbidité</b>	<b>0.5NUT</b>	
	<b>pH</b>	<b>/</b>	
<b>Eau filtre à charbon</b>	<b>Odeur/aspect</b>	<b>Néant</b>	
	<b>Chlore total</b>	<b>0ppm</b>	
	<b>TAC (mg/l)</b>	<b>/</b>	
<b>Eau osmosée</b>	<b>Goût</b>	<b>Pas de mauvais goût</b>	
	<b>Odeur/aspect</b>	<b>Néant</b>	
	<b>TAC (mg/l)</b>	<b>&lt;85mg/l</b>	
	<b>Conductivité (µs)</b>	<b>0.5NUT</b>	
	<b>Turbidité</b>	<b>&lt;500ppm</b>	
	<b>TDS (ppm)</b>	<b>&gt;4.9</b>	
	<b>pH</b>		

## Annexe II : Méthode filtration sur membrane



1-Stériliser la rampe

1-Stériliser la rampe

1-Stériliser la rampe



2-Déposer les membranes 1,2µm dans la rampe



3-Filtrer l'échantillon

4-Déposer les membranes sur les boîtes de Petri

### **Annexe III : Composition chimique des milieux de cultures utilisés**

#### **Milieu plate count Agar (pour contrôle des germes totaux de l'air)**

Caséine.....	5g
Extrait de levure.....	2.5g
Dextrose .....	1g
Gélose .....	15g

#### **Milieu DRBC (pour levures & moisissures de l'air)**

Peptone de protéose n°3 .....	5g
Dextrose .....	10g
Phosphate monopotassique.....	1g
Sulfate de magnésium.....	0.5g
Dichloran.....	2mg
Rose bengale.....	25mg
Chloram phénicol.....	0.1mg
Gélose.....	15g

#### **Milieu m Endo agar Les (pour coliformes de la boisson et l'eau)**

Extrait de levure.....	1.2g
Casitone.....	3.7g
Thiopeptone.....	3.7g
Tryptose.....	7.5g
Lactose.....	9.4g
Phosphate bipotassique.....	3.3g
Phosphate monopotassique.....	1g
Chlorure de sodium.....	3.7g
Fuchsine basique.....	0.8g
Gélose .....	0.05g
Désoxycholate de sodium.....	0.1g
Laurysulfate de sodium.....	0.05g
Sulfite de sodium .....	1.6g

**Milieu Tryptone Glucose Extract Agar(pour les germes totaux de la boisson et l'eau)**

Extrait de bœuf .....	3g
Tryptone.....	5g
Dextrose.....	1g
Gélose .....	15g

**Milieu M-Green (pour levures et moisissures)**

Extrait de levure.....	9g
Dextrose (anhydre).....	50g
Digestion peptique de tissu animal.....	5g
Digestion pancréatique de caseine .....	5g
Sulfate de magnésium.....	2.1g
Phosphate de potassium.....	2g
Diastase.....	0.05g
Thiamine.....	0.05g
Vert de bromocrésol.....	0.026g

## **Annexe IV : Préparation des milieux de culture**

### **➤ Préparation du Trypton Glucoextract Agar pour analyser les germes totaux :**

Mettre 24g de poudre en suspension dans un litre d'eau purifiée, bien mélanger et chauffer sous agitation et laisser bouillir pendant une minute de manière à dissoudre parfaitement la poudre.

Autoclaver à 121°C pendant 15mn.

### **➤ Préparation du M-Green V et M Schaufus-pottinger pour analyse de levures et moisissures :**

Mettre 7.3g de poudre en suspension dans 100ml d'eau purifiée, bien mélanger et chauffer sous agitation pendant une minute jusqu'à une parfaite dissolution de la poudre.

Autoclaver à 121°C pendant 10mn.

### **➤ Préparation de l'Agar pour comptage sur plaque (contrôle d'air) pour analyse de germes totaux :**

Mettre 18g de poudre en suspension dans un litre d'eau purifiée, bien mélanger et chauffer sous agitation et laisser bouillir pendant une minute de manière à dissoudre parfaitement la poudre.

Autoclaver à 121°C pendant 15mn.

### **➤ Préparation TAB Agar pour le jus :**

Ajouter 29g de poudre en suspension à un litre d'eau purifiée, bien mélanger et chauffer sous agitation jusqu'à ébullition et dissolution complète.

Passer à l'autoclave de 15mn à 121°C.

Refroidir entre 45°C-50°C, ajuster le pH à 4.00±0.2 en ajoutant 1.7ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à 1N, bien mélangé.

### **➤ Préparation de Difco-DRBC agar (Coliforme air) :**

Mettre 31.6g de poudre en suspension dans un litre d'eau purifiée.

Bien mélanger. Chauffer sous agitation fréquente et laisser bouillir pendant une minute de manière à dissoudre parfaitement la poudre.

Autoclaver à 121°C pendant 15mn.

**Annexe V : matériel et réactifs utilisés au niveau de laboratoire**

**Tableau 3 :** Matériel et réactifs utilisé pour les analyses physicochimiques et microbiologiques

	<b>Appareil</b>	<b>Marque</b>
<b>physicochimiques</b>  <b>Matériels</b>	Balance électronique	KERN.PRS4200g
	pH mètre	ULTRA BASIC
	Turbidimètre	HA CH2100P TURBIMETRE
	Densité mètre	DENTECH METER DMA48.
	Conductimètre	EUTECH instruments Cyber Sber Scancon11.
	Comparateur	Palintest comparator.
	Tamis (20 mèches).	-----
	Plaque chauffante	VELP SCIENTIFICA
<b>Matériels microbiologique</b>	<b>Rampe de filtration</b>	<b>MILLIPORE</b>
	<b>Hotte microbiologique</b>	<b>TELSTAR MINI-V/PCR</b>
	<b>Autoclave</b>	<b>SUBTIL CREPIEUX</b>
	<b>Etuves</b>	<b>BINDER, MEMMERT</b>
	<b>Appareil de contrôle microbiologique de l'air</b>	
	<b>Ecouvillons</b>	M-Air-T
	<b>ATP mètre</b>	-----
	<b>Bec Bunsen</b>	SYSTEMII
	<b><u>Réactifs :</u></b>	
	Eau stérile.	
	Eau distillée.	
Ethanol 95°.		

## Annexe VI : Démonstration de la formule de la vitamine C

La teneur en vitamine C est exprimée par la formule suivante :

La teneur en Vit C =  $20 \cdot 4.4 \cdot V_{(iode)}$  en mg /l

$$N_{iode} \cdot V_{iode} = N_{vit C} \cdot V_{vit C}$$

$$[vit C] = (N_{iode} \cdot Eqg_{vit C} \cdot 1000) / V_{jus}$$

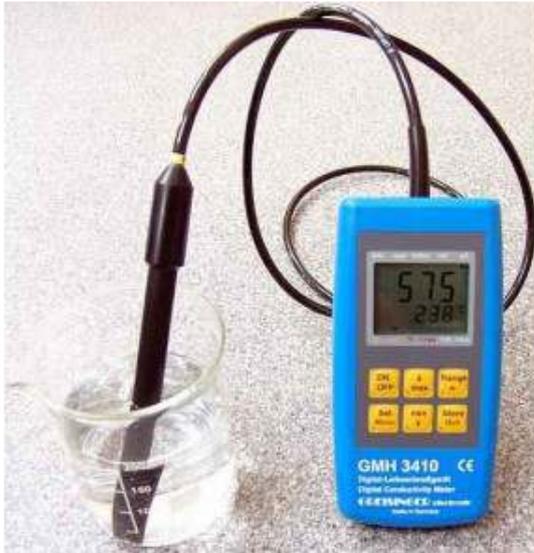
$$Eqg_{vit C} = M / N_{Eqg}$$

$$= 176 / 2$$

$$= 88$$

$$\text{Donc : } [Vit C] = (0.05 \cdot 88 \cdot V_{iode} \cdot 1000) / 50$$

$$[Vit C] = 4.4 \cdot 20 \cdot V_{iode}$$



**Conductimètre**



**Turbidimètre**



**PH-mètre**



**Thermomètre**



**Materiel en verre**





**Bec Bunsen**



**Écouvillon**



**Etuves**



**Rampe de filtration**



**Appareil M-Air-T**



**Pompe aspiratrice**



**Epistoler pour flamage**



**Boites de Pétri**



**Préparation de milieux de culture**



**15410-47-ALR Cartons adsorbants**





**Membrane filtrante 0.45 µm**



**Comparateur**



**Tamis**



**Densité mètre**



**ATP-metrie**



**Armoire chimique**



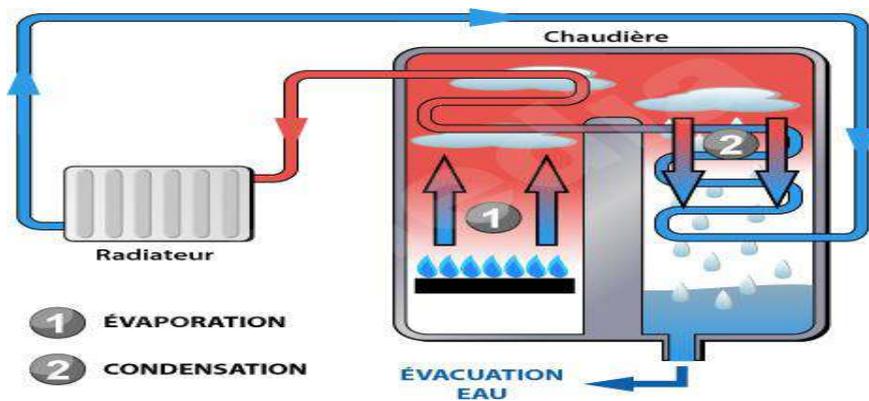
**Hotte chimique**



**Réfrigérateur de 4°C**



**Hotte microbiologique**



**Chaudière**



Unité du CIP Cleaning In Place



**Resultats des analyses microbiologiques**



**Jus Minute Maid pulpy apres 40 jours**

## Annexe VII

**Tableau 19 :** Evolution de la pulposité au cours du stockage à différents températures.

jours	M±ET	M±ET	M±ET
10	2,91±0,073	2,99±0,045	3,09±0,045
20	2,94±0,056	2,99±0,004	3,10±0,036
30	2,95±0,146	3,02±0,030	3,14±0,049
40	2,95±0,054	3,03±0,040	3,19±0,077
Analyse initiale	2,92±0,10		

**Tableau20 :** Evolution du degré de Brix au cours du stockage à différents températures.

température/	4°C	Ambiante	45°C
jours	M±ET	M±ET	M±ET
10	11,86±0,03	11,88±0,00	11,91±0,07
20	11,89±0,06	11,98±0,08	11,96±0,04
30	11,91±0,07	12±0,00	12,18±0,08
40	11,95±0,06	12,03±0,03	12,33±0,03
Analyse initiale	11,84±0,00		

**Tableau 21 :** Evolution du pH au cours du stockage à différents températures.

temperature/	4°C	Ambiante	45°C
jours	M±ET	M±ET	M±ET
10	3±0;01	3,02±0,02	3,02±0,03
20	3,03±0,02	3,03±0,00	3,06±0,00
30	3,04±0,02	3,07±0,02	3,08±0,00
40	3,07±0,01	3,09±0,00	3,08±0,01
Analyse initiale	3,00±0,00		

**Tableau 22 :** Evolution de l'acidité au cours du stockage à différents températures.

temperature/	4°C	Ambiante	45°C
jours	M±ET	M±ET	M±ET
10	0,32±0,0	0,33±0,00	0,32±0,00
20	0,31±0,01	0,32±0,00	0,33±0,01
30	0,30±0,04	0,31±0,00	0,31±0,04
40	0,93±0,04	0,30±0,01	0,29±0,04
Analyse initiale	0,33±0,00		

**Tableau 23 :** Evolution de la densité relative au cours du stockage à différents températures.

temperature/	4°C	Ambiante	45°C
jours	M±ET	M±ET	M±ET
10	1,05±0,00	1,04±0,02	1,04±0,00
20	1,04±0,00	1,05±0,00	1,05±0,00
30	1,05±0,00	1,05±0,02	1,05±0,00
40	1,05±0,00	1,05±0,00	1,05±0,00
Analyse initiale	1,04±0,04		

**Tableau 24:** Evolution de la concentration de la vitamine C au cours du stockage à différents températures.

température/	4°C	Ambiante	45°C
jours	M±ET	M±ET	M±ET
10	272,8±3,59	267,7±0,32	261,2±4,24
20	272,8±3,39	267,5±0,89	234,6±1,69
30	270,2±3,58	235,5±0,57	221,6±1,65
40	268,1±3,29	235,2±1,97	190,6±4,14
Analyse initiale	275,73±5,29		

**Tableau 25 :** Evolution de l'indice de formol au cours du stockage à différents températures.

temperature/ jours	4°C M±ET	Ambiante M±ET	45°C M±ET
10	29,17±0,12	28,17±0,12	26,42±0,10
20	28,92±0,47	27,92±0,94	26,58±0,94
30	28,75±0,35	27,17±0,12	27,58±0,31
40	28,17±0,12	25,92±0,24	27,75±0,35
Analyse initiale	27,92±0,58		

### Annexe IIX

**Tableau 7** : Résultats d'analyse statistique de l'effet de *CIP* sur la qualité du produit fini.

source	Sum-of-Squares	df	F-ratio	P
traitements	187604,92	19	1,05	0,0001
error 6613.116 72 91.849	0			

**Tableau 8** : Résultats d'analyse statistique de l'effet de temps et températures sur la qualité du produit fini.

source	Sum-of-Squares	df	F-ratio	P
Parametres	609148,64	6	1105,35	0
T°C	585,55	2	3,18	0,047
TPS	335.99	3	1,22	0,31
error	6613.116	72		