Le lait U.H.T. en conditionnement « Tetra Brik » aseptique

par

Y. GANDON, A. PETIT et M. F. DECHY

*Laboratoire départemental des Services Vétérinaires
du Val-de-Marne*

Le développement pris depuis quelques années par le lait stérilisé à ultra haute température a connu récemment un regain d'intérêt par la mise en service de l'emballage « Tetra Brik » aseptique, conçu et réalisé par la firme Tetra Pak qui était déjà la créatrice du berlingot bien connu.

Nous nous proposons, dans cette étude, d'examiner les qualités du lait livré sous cette nouvelle forme de conditionnement par comparaison avec celles du lait U.H.T. conditionné aseptiquement en berlingots, dont de nombreuses études ont démontré l'évident intérêt.

Après avoir rappelé brièvement les techniques de stérilisation à ultra haute température et décrit les modalités du nouveau conditionnement « Tetra Brik » aseptique, nous examinerons les qualités du produit ainsi obtenu. Nous rechercherons en particulier les possibilités de contrôle du traitement au niveau du produit au stade de la commercialisation.

LES PROCÉDES DE TRAITEMENT U.H.T.

La stérilisation du lait par la chaleur peut être réalisée selon plusieurs méthodes :

a) Le lait non stérilisé est conditionné en récipients non stériles et l'ensemble est porté ensuite à une température voisine de 120° C pendant 20 à 30 mn. Ce procédé altère très nettement le produit dont la saveur, en particulier, est notablement modifiée.

b) Le lait, préalablement stérilisé en flux continu, à ultra haute température, est conditionné en emballages non stériles. Il doit, en conséquence, subir une seconde stérilisation à 120° C pendant 10 mn environ. Le raccourcissement du temps de chauffage diminue

beaucoup l'altération du produit, dont les qualités biochimiques et organoleptiques sont mieux préservées.

c) La stérilisation en flux continu suivie du conditionnement aseptique. Le lait est, dans ce dernier cas, porté à une température très élevée (130° C à 150° C) pendant un temps très court, de l'ordre de la seconde. C'est ce dernier procédé, dit à ultra haute température, qui retiendra notre attention.

Le chauffage du lait peut être réalisé par deux procédés différents :

Par chauffage direct

Le lait, préalablement amené à une température de 80° C, est porté instantanément à la température de stérilisation par contact direct avec de la vapeur d'eau, soit par injection du lait dans un réservoir de vapeur (procédé Laguilharre et similaires), soit par injection de vapeur dans le lait (Upérisation*). Le produit passe immédiatement dans une chambre de refroidissement à basse pression où l'eau de condensation s'évapore et est évacuée. Toute la vapeur condensée est éliminée quand la différence de température du lait entre l'entrée et la sortie de l'appareil est réglée à une valeur définie, légèrement supérieure à zéro. L'utilisation de la stérilisation U.H.T. par chauffage direct a été autorisée en France par l'Arrêté Ministériel du 10 août 1964 qui précise notamment :

1° Que la vapeur utilisée doit provenir d'un générateur alimenté uniquement en eau potable.

2° Que la teneur en matière sèche du lait traité doit être maintenue constante à 0,2 p. 100 près, par rapport à celle du lait avant traitement.

Par chauffage indirect

Dans les méthodes par chauffage indirect, une surface d'échange thermique sépare le lait du fluide chauffant. Les appareils utilisés sont généralement des appareils à plaques ou à tubes, comparables aux pasteurisateurs H.T.S.T. Notons toutefois que dans les appareils à chauffage indirect la transmission de chaleur s'effectue plus lentement que lors du contact direct entre les deux fluides. Il en résulte nécessairement un allongement du temps de stérilisation. On utilise couramment une température de 135° C à 140° C maintenue pendant 3 à 15 s.

Dans les deux cas, le lait a été soumis à l'homogénéisation.

* Upérisation : marque déposée.

LE CONDITIONNEMENT ASEPTIQUE

La possibilité d'obtenir par le traitement U.H.T. un lait dont les qualités bactériologiques et organoleptiques sont exceptionnelles devait inciter les industriels à rechercher une technique de conditionnement aseptique permettant de lui assurer une longue conservation. C'est la Société Alpura de Berne qui a eu l'idée d'utiliser l'emballage Tetra Pak berlingot formé par une machine continue modifiée. De nombreuses études ont prouvé l'efficacité de cette méthode [2, 3, 10, 11] confirmée par une expérience commerciale atteignant maintenant plus de 12 ans.

Un des inconvénients majeurs du berlingot est précisément sa forme, qui se prête mal aux manipulations, tant au stade de la commercialisation que chez l'utilisateur.

La Société Tetra Pak a réalisé depuis un nouveau type d'emballage, appelé « Tetra Brik », qui se présente sous forme d'un parallélépipède rectangle beaucoup plus maniable. Récemment, ce procédé était adapté au conditionnement aseptique du lait U.H.T. sous le nom de « Tetra brik » aseptique.

Sans entrer dans les détails techniques, nous essaierons de décrire l'essentiel de ce mode de conditionnement.

Comme sur toutes les machines Tetra Pak, l'emballage est formé à partir d'un carton couché de polyéthylène, avec interposition d'un feuillet très mince d'aluminium qui a pour but de faire obstacle à la pénétration de la lumière, dont l'action nocive sur les qualités organoleptiques et biologiques du lait n'est plus à démontrer [2, 5, 9].

La stérilisation du matériau d'emballage est effectuée par trempage dans un bain de peroxyde d'hydrogène à 80° C. La durée du bain est de 8 à 9 s. Un mince rideau d'air stérile est projeté à forte pression sur chaque face du papier. Le film de peroxyde d'hydrogène est ainsi complètement éliminé et le matériau est parfaitement sec. Dès la sortie du bain, il pénètre dans la section de mise en forme et de remplissage qui, stérilisée avant la mise en service, est maintenue en surpression avec de l'air stérile.

Le récipient est ensuite obtenu de façon maintenant classique, après formation, par soudure longitudinale, d'un tube de carton où le lait est amené par tube plongeur jusqu'à un niveau déterminé, puis, par soudure et découpe à intervalles définis, de coussins totalement remplis de lait. Les Tetra Brik sont ensuite parachevés par pliage de quatre angles.

Les excellentes qualités du lait U.H.T. conditionné aseptiquement ont été mises en évidence par de nombreux auteurs [2, 3, 4, 6, 10, 11] et nous les rappellerons ici brièvement.

QUALITES ORGANOLEPTIQUES

— La couleur du lait ne subit jamais le brunissement constaté sur le lait stérilisé en bouteilles. On a même pu noter une coloration plus blanche que celle du lait non traité. Ceci serait dû en particulier à l'homogénéisation.

— Aussitôt après le traitement et pendant 3 j environ, le lait U.H.T. est affecté d'un « goût de cuit » qui disparaît ensuite totalement. Hermier et Mocquot [3] ont signalé, après le 28^e j de conservation, l'apparition d'une légère saveur oxydée, puis plus tard d'un goût caramélisé.

QUALITES NUTRITIONNELLES

Le traitement du lait à ultra haute température assure le minimum de pertes en vitamines. En dépit des divergences que l'on peut observer dans les résultats obtenus par les divers auteurs [2, 4, 5, 6, 9, 11], divergences qui peuvent être dues à des facteurs indépendants du traitement lui-même, on peut constater :

— Que les pertes en vitamines liposolubles sont très faibles.

— Que les pertes en vitamines B 12 sont notables et celles en thiamine de l'ordre de 20 p. 100. Elles sont insignifiantes en ce qui concerne les autres vitamines du groupe B. La riboflavine, très sensible à l'action de la lumière, n'est pas détruite par le traitement et peut se maintenir à un niveau satisfaisant dans l'emballage Tetra-Brik dont l'opacité a été rendue totale par l'interposition d'une feuille d'aluminium.

— L'acide ascorbique subirait une perte de 30 p. 100 environ. En tenant compte du fait que le lait de vache en est naturellement plus pauvre que le lait humain, cette perte n'a qu'une faible importance, puisqu'il est de toutes façons nécessaire de compléter l'alimentation des nourrissons en vitamine C. Rappelons enfin que, plus encore que la riboflavine, l'acide ascorbique est rapidement détruit par l'exposition à la lumière [5, 9] et que l'utilisation d'un emballage opaque est nécessaire à sa conservation.

Lembke et *al.* [6] n'ont pas observé de différence significative de la valeur des protéines, quel que soit le procédé de traitement utilisé. Elle est d'environ 96 à 97 p. 100 de la valeur protéique du lait cru. Van Eekelen et *al.* [13] observent que parmi les acides aminés thermolabiles, seule la lysine est altérée dans la proportion de 2,4 à 6,7 p. 100. La valeur nutritive des protéines ne semble subir aucune diminution. Des observations effectuées sur 400 nourrissons de moins de 10 mois n'ont pas permis de dégager une différence significative de croissance.

QUALITES BACTERIOLOGIQUES

Les premières recherches ont été réalisées sur le lait U.H.T. conditionné aseptiquement en berlingots Tetra pak.

Hermier et Mocquot [3] en 1961, ont procédé à l'examen bactériologique de 308 échantillons qui, après un séjour de 34 j à la température ambiante, ont été placés en incubation pendant 15 à 22 j, à des températures de 14° C, 30° C et 55° C. Un seul carton s'est révélé non stérile : les auteurs ont pu observer que la couche de plastique était perforée en deux endroits.

Au Laboratoire du Lait et des Produits Laitiers du Service Vétérinaire de Paris et du département de la Seine, Basille, cité par Thieulin [11], a effectué l'étude de 540 échantillons. A l'expiration des délais d'étuvage, aucun d'entre eux n'avait subi d'altération. Aucune modification significative du pH n'avait été observée et les cultures en milieux de Mossel et A.C. medium Difco sont restées négatives. Vingt autres cartons ont été conservés à la température du laboratoire pendant 15 mois. Sur aucun d'eux l'épreuve d'étanchéité au bleu de méthylène n'a permis de déceler de fuite.

Nous avons, depuis, procédé, au cours des contrôles de laits introduits dans le département de la Seine, à l'examen de 188 échantillons provenant de 13 marques ou origines différentes. Dans aucun cas les épreuves d'étuvage n'ont révélé une altération du produit.

Tous ces essais montrent à l'évidence l'excellente qualité bactériologique du lait U.H.T. conditionné aseptiquement, ainsi que la tenue remarquable de l'emballage, même au stade de la commercialisation.

Nous avons voulu poursuivre les recherches sur le lait conditionné en Tetra Brik aseptique. Les échantillons, prélevés pour la plupart sur le Marché d'Intérêt National de Rungis, provenait de trois ateliers différents. Les caractéristiques de traitement, obligeamment fournies par les industriels, étaient les suivantes :

— Lait A : 17 g de M.G. par litre, chauffage direct à 150° C pendant 2,5 s (upérisateur).

— Lait B : 17 g de M.G. par litre, chauffage direct à 150° C pendant 2 s (upérisateur).

— Lait C : 17 g de M.G. par litre, chauffage indirect, chambrage à 138° C-140° C pendant 3 à 4 s (appareil tubulaire).

Nous avons examiné 156 échantillons, répartis en 4 lots de 12 pour chacun des laits A et B et 5 lots de 12 cartons de lait C.

Le contrôle de la stabilité était conduit de la manière suivante : sur chaque série de 12 cartons, 2 échantillons étaient prélevés pour l'examen initial (détermination électrométrique du pH, test de

turbidité, recherche de la peroxydase et de la phosphatase). Les autres échantillons étaient soumis à différentes températures d'étuvage :

— 3 cartons à 55° C pendant 10 j

— 3 cartons à 30° C pendant 20 j

— 1 carton à 7° C pendant 20 j

et 3 cartons à la température du laboratoire pendant, respectivement, 15, 45 et 75 j.

A la fin de la période d'incubation, les échantillons étaient soumis aux épreuves suivantes : ensemencement en milieux de Mossel et A.C. medium Difco, détermination du pH, test à l'alcool, test de turbidité, dosage de la phosphatase.

Aucun des échantillons analysés n'a présenté d'altération visible à la fin des périodes d'incubation. Les épreuves à l'alcool sont restées constamment négatives et les cultures stériles.

Au cours des épreuves biochimiques, le test de turbidité [12] s'est révélé régulièrement positif sur les laits A et B (traités, nous l'avons dit, par chauffage direct). Comme l'avait précédemment observé Basille [11], le trouble obtenu à la fin de la réaction était nettement perceptible, mais moins important que celui obtenu avec du lait cru ou pasteurisé.

Par contre, cette épreuve a donné un résultat très inconstant avec le lait C (traité par chauffage indirect). Sur 34 échantillons soumis à ce test, 15 ont présenté une turbidité négative, soit 44 p. 100 environ.

Nous n'avons pas rendu compte des épreuves de turbidité et des dosages de phosphatase pratiqués sur les laits incubés à 55° C. Cette température et son temps d'application au produit provoquent en effet l'obtention de résultats constamment négatifs.

La recherche de la phosphatase par la méthode d'Aschaffenburg et Muellen [12] nous a permis de constater la réactivation de l'enzyme, surtout sur les échantillons incubés à 30° C pendant 20 j, ainsi que sur les témoins conservés à la température ambiante. Les résultats de cette épreuve sont consignés dans le tableau suivant :

Notation	Nombre d'échantillons		
	lait A	lait B	lait C
0/0	8	4	11
0/6	13	8	13
0/10	10	6	3
0/14	4	6	2
0/18	1	6	1
0/25 et plus	0	6	15

Il nous a paru intéressant de comparer ces résultats avec ceux que Basille avait obtenus sur un lait traité par chauffage direct. Le tableau ci-dessous donne le pourcentage d'échantillons ayant présenté une réactivation :

Notation	Etude Basille p. 100	Lait A p. 100	Lait B p. 100	Lait C p. 100
0/0	40,5	22,2	11,1	24,4
0/6	18,8	36,1	22,2	28,9
0/10	23,3	27,8	16,7	6,7
0/14	10,1	11,1	16,7	4,5
0/18	7,3	2,8	16,7	2,2
0/25 et plus	0	0	16,7	23,3

Nous remarquerons l'augmentation sensible du nombre d'échantillons ayant présenté une réactivation de la phosphatase. Celle-ci semble nettement plus importante dans le cas du lait chauffé indirectement. Soulignons aussi l'influence, dans le cas du chauffage direct, de légères différences dans les caractéristiques de traitement : ainsi le lait A chauffé à 150° C pendant 2,5 s a subi une réactivation généralement moindre que celle du lait B, chauffé pendant 2 s seulement.

Il est à noter, enfin, que certains lots de cartons qui avaient subi un stockage prolongé à la température ambiante avant d'être soumis aux épreuves d'incubation (30° C et 7° C pendant 20 j et température ambiante de 15 à 75 j) ont présenté une réactivation moins importante que d'autres lots conditionnés depuis quelques jours seulement. C'est ainsi que, dans un lot de 12 cartons de lait C, tous les échantillons ont libéré une quantité de nitrophénol de 6 µg au bout de 30 mn et de 42 µg au bout de 2 h, ceci 9 j seulement après le conditionnement. Sur ce lot, 4 des tests de turbidité ont été négatifs sur 9 pratiqués.

La réactivation de la phosphatase, conformément aux observations de Basille [1, 11] pratiquement nulle à 7° C s'est produite sur les échantillons conservés à la température ambiante et surtout à 30° C.

La recherche de la peroxydase a été négative sur tous les échantillons.

Les examens organoleptiques, effectués par comparaison avec des laits pasteurisés et stérilisés classiques, ont confirmé les excellentes qualités du produit. Un très léger goût de cuit a parfois été observé

sur le lait traité par chauffage indirect, mais sa qualité a toujours été sensiblement meilleure que celle du lait stérilisé classique. Par contre, les laits chauffés par méthode directe n'ont présenté aucune altération perceptible du goût.

Seuls les échantillons examinés après une conservation à la température ambiante dépassant largement la limite normale de vente, présentaient une légère saveur oxydée, assez discrète pour être perçue avec difficulté par les personnes peu familiarisées avec l'examen organoleptique du lait.

CONTROLE DU LAIT U.H.T.

A la lumière de ces résultats, il est intéressant de connaître les possibilités offertes aux services de contrôle pour vérifier si les produits examinés répondent bien aux définitions proposées d'un lait stérilisé à ultra haute température conditionné aseptiquement.

Dans la définition proposée par la F.I.L., le lait U.H.T. doit satisfaire aux deux tests suivants :

— Test de conservabilité (norme F.I.L. n° 48 concernant les méthodes de contrôle des laits stérilisés) : stabilité à 55° C pendant 10 j et à 30° C pendant 20 j.

— Test de turbidité positif.

Pien [10] a souligné à juste titre l'importance de cette épreuve qui seule permet d'effectuer la distinction avec un lait stérilisé classique.

La recherche de la phosphatase alcaline nous a permis de confirmer la fréquence de sa réactivation. Ce phénomène, étudié par de nombreux auteurs, notamment par Wright et Tramer [14] semble devoir se produire lorsque les conditions suivantes sont réunies :

1° Présence de phosphatase dont les protéines n'auraient pas été entièrement dégradées.

2° Absence des inhibiteurs de réactivation, sensibles à une température dont le maximum se situerait au voisinage de 82° C.

3° Durée du chauffage. Dans les conditions de traitement U.H.T. quelques fractions de seconde en plus ou en moins peuvent modifier la réaction.

La dégradation de l'enzyme avait été jusqu'ici considérée comme complète lorsque les protéines solubles du lait sont coagulées (test de turbidité négatif). Cette conception a été confirmée par tous les examens pratiqués sur le lait traité par chauffage direct. Par contre, avec le traitement indirect, nous avons observé un nombre élevé de réactivations sur des échantillons à turbidité négative.

L'épreuve de la phosphatase ne peut donc être retenue en raison de la fréquence et de l'irrégularité de sa réactivation. Il serait

intéressant, toutefois, comme l'a suggéré Basille [1, 11] d'effectuer ce test immédiatement après le conditionnement. Mais ceci ne présente qu'un intérêt relatif pour les services de contrôle qui sont le plus souvent amenés à opérer au stade de la commercialisation.

La recherche de la peroxydase, constamment négative, ne présente guère d'intérêt. Notons, toutefois, que sa présence impliquerait la présomption d'une insuffisance du traitement.

Deux des laits (A et B) que nous avons soumis à l'analyse présentaient donc les caractères exigés pour un lait U.H.T. Le lait C, par contre, satisfaisant aux épreuves de stabilité, n'a pas donné un résultat conforme à l'épreuve de turbidité dans 44 p. 100 des échantillons. Bien que ses caractères organoleptiques aient été meilleurs que ceux du lait stérilisé, il se trouve donc dans la position suivante :

— Ce n'est pas un lait stérilisé classique, pour lequel la turbidité doit toujours être négative.

— Ce n'est pas un lait U.H.T. conditionné aseptiquement.

Pour apporter un élément nouveau de diagnostic Maida et *al.* [7, 8] ont procédé à l'électrophorèse du sérum du lait U.H.T. empré-suré. Ils ont noté l'apparition d'une fraction pré- β , qui n'apparaît pas avec le lait cru, pasteurisé, ou stérilisé. Toutefois, cette technique n'est pas utilisable en pratique car elle donne des résultats inconsistants. Ces auteurs ont eux-mêmes observé que le test de turbidité était négatif sur 23 p. 100 des échantillons de lait traité par chauffage indirect.

AVANTAGES DU NOUVEAU CONDITIONNEMENT

L'emballage Tetra-Brik aseptique présente, sur le berlingot qui l'a précédé, les avantages suivants :

— Sa forme permet une meilleure préhension, ce qui est appréciable pour le consommateur. Notons à ce sujet qu'un renforcement de sa rigidité est obtenu par l'application d'une couche supplémentaire de polyéthylène sur les arêtes de l'emballage. L'ouverture est facile et le rangement aisé.

— Au stade de la commercialisation, ses dimensions, soigneusement étudiées, sont des sous-multiples de la palette européenne normalisée de 80×120 . Les briques sont groupées par fardeaux de 12 sous film rétractable, plus faciles à gerber. L'absence d'air dans le récipient donne à celui-ci une excellente rigidité, qui permet de placer 720 cartons par palette.

CONCLUSIONS

L'examen de 156 échantillons de lait U.H.T. conditionné en récipients « Tetra Brik » aseptique nous a permis de confirmer les résultats précédemment obtenus avec les berlingots.

- Excellente stabilité biologique après les épreuves d'étuvage.
- Qualités organoleptiques très supérieures à celles du lait stérilisé classique.
- Protection efficace contre l'action de la lumière.
- Altération très faible de la valeur nutritive, notamment en ce qui concerne les vitamines.
- Il apporte en outre, aux commerçants et aux consommateurs, une solution élégante au problème des manipulations.

Une seule réserve s'impose : le lait traité par chauffage indirect, dont l'épreuve de turbidité est très irrégulièrement positive, ne correspond pas à la définition généralement admise d'un lait traité à ultra haute température et conditionné aseptiquement. Si l'on ajoute une altération plus sensible des qualités organoleptiques du produit, il ne semble pas que le chauffage indirect soit à la hauteur du progrès que représente le conditionnement aseptique.

Summary

156 samples of U.H.T. milk, packed in « Tetra Brik aseptic », have been examined.

The experiment ensures that the product shows an excellent biological stability and an effective protection against the light activity.

The organoleptic qualities were higher than those of standard sterilised milk, and the food value was very slightly adulterated.

The shape of packing makes the manipulations easy.

A reserve must be necessarily expressed : the milk, treated by indirect heating, does not answer to the general definition of a product treated by ultra high temperature and aseptically packed.

Bibliographie

- [1] BASILLE (D) (1962). — Méthodes pour apprécier le traitement thermique et pour estimer, après ce traitement, la qualité du lait et des produits laitiers. *C.R. 3^e Symp. Ass. Vét. Int. Hyg. Al., Nice*.
- [2] FREMONT (Y.) (1973). — Le lait U.H.T. et son conditionnement aseptique. *Thèse Doct. Vétérinaire, Alfort*.
- [3] HERMIER (J.) et MOCQUOT (G.) (1961). — Une étude bactériologique et organoleptique du lait « upérisé » conditionné aseptiquement en paquet « Tetra Pak ». *L'industrie Laitière*, 179, 225.
- [4] JORDAN (W. K.) (1968). — Stérilisation et emballage aseptique des produits laitiers. Changements subis dans ces produits. *J. of Dairy Science*, 52 (7), 1144.

-
- [5] LANGLET (J. H.) (1957). — La fragilité du lait et de ses vitamines. *La Technique Laitière*, 218.
- [6] LEMBKE (A.), FRAHM (H.) et WEGENER (K. H.) (1968). — Le traitement du lait à ultra haute température au point de vue de la physiologie de la nutrition. *Kieler Milchw. Forsch.*, 20, 331.
- [7] MAIDA (B.) (1967). — Fraction électrophorétique en position pré- β dans le sérum de lait chauffé à haute température. Le sérum emprésuré du lait U.H.T. *Le Lait*, 47, 261.
- [8] MAIDA (B.) et FERRETTI (L.) (1971). — Contrôle et différenciation du lait soumis au traitement U.H.T. *Le Lait*, 51, 50.
- [9] MATTSSON (S.) (1954). — Influence de la lumière sur le lait en bouteilles verre et sur le lait Tetra Pak. *Svenska Mejeritidningen.*, 36, 501.
- [10] PIEN (J.) (1971). — Définition et contrôle du lait stérilisé. *Le Lait*, 51, 176.
- [11] THIEULIN (G.) (1963). — Traitement thermique du lait à très haute température (U.H.T.) et conditionnement du lait U.H.T. en « Tetra Pak » aseptique. *Le Lait*, 43, 241.
- [12] THIEULIN (G.) et VUILLAUME (R.) (1967). — Eléments pratiques d'analyse et d'inspection du lait (3^e édition). Edition « *Le Lait* », 48, avenue du Président-Wilson - 75116 Paris.
- [13] Van EEKELEN (M.) et HEIJNE (J. J. I. G.) (1965). — Valeur nutritive du lait stérilisé (effet de la stérilisation thermique sur la valeur nutritive du lait de vache). *Etudes Agricoles de la F.A.O.*, 65, 37.
- [14] WRIGHT et TRAMER (1953). — Reactivation of milk phosphatase, following heat treatment. *I.J. of Dairy Research*, 20, 177.
-