



DEMOCRATIC AND POPULAR ALGERIAN REPUBLIC
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTRY OF HIGHER EDUCATION AND SCIENTIFIC RESEARCH
جامعة الشاذلي بن جديد - الطارف
CHADLI BENDJEDID EL TARF UNIVERSITY
كلية علوم الطبيعة والحياة
FACULTY OF NATURE AND LIFE SCIENCES
قسم العلوم البيولوجية



Mémoire de Fin d'Études
Présenté en vue de l'obtention d'un Diplôme de Master en

« **Toxicologie Fondamentale et Appliquée** »

Thème

Analyse des contaminants particuliers dans des matrices alimentaires par approche physicochimique

Présenté Par : HENCHIRI Khaoula et BEDIAF Aya

Soutenu publiquement le : 15 /06/ 2026

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Etablissement	Qualité
Dr. BOUMEDRIS Zineddine	MCA	UCBET	Président
Dr. ALAYAT Amel	MCA	UCBET	Encadrante
Dr. AMIRA Akila	MCA	UCBET	Examinatrice

Année universitaire : 2025/2026

Remerciements

Nous adressons nos plus sincères remerciements à Dieu le Tout-Puissant, qui nous a accordé la force, la patience et la volonté nécessaires pour mener à bien ce modeste travail.

Nous exprimons notre profonde gratitude à Mme ALAYAT AMEL, encadrante de ce mémoire, pour son accompagnement tout au long de sa réalisation, ainsi que pour ses précieux conseils, sa patience et son soutien scientifique constant.

Nous adressons également nos sincères remerciements aux honorables membres du jury qui nous ont fait l'honneur d'accepter d'évaluer ce travail :

À Mr. BOUMEDRIS ZINEDDINE, en sa qualité de président du jury, nous exprimons notre profonde reconnaissance pour avoir accepté de présider la soutenance de ce mémoire.

À Mme AMIRA AKILA, en sa qualité d'examinatrice, nous adressons nos plus vifs remerciements pour avoir accepté d'examiner ce travail, ainsi que pour le temps et les remarques précieuses qu'elle lui consacrera.

Nous leur exprimons également toute notre considération, ayant eu l'honneur d'être leurs étudiantes tout au long de notre parcours universitaire.

Nous espérons que ce travail sera le modeste reflet des connaissances et du savoir qu'ils ont su nous transmettre au cours de nos années d'études.

Dédicace

À ma très chère mère,

Aucune dédicace ne saurait exprimer toute ma reconnaissance pour ton amour infini, ta tendresse, tes sacrifices et ton soutien constant. Merci d'avoir toujours cru en moi et de m'avoir accompagnée à chaque étape de mon parcours

À mon cher père,

Pour tous les efforts que tu as consentis, pour tes conseils précieux, ton soutien et ta confiance. Que ce travail soit le témoignage de mon profond respect et de ma gratitude.

À mes frères et sœurs, Pour leur affection, leurs encouragements et les moments de partage qui ont illuminé mon chemin.

À toute ma famille, Pour leur présence, leur soutien moral et leurs vœux de réussite tout au long de mes études.

À mes amis, Pour leur amitié sincère, leur aide et les agréables moments passés ensemble.

À ma binôme Khaoula, En témoignage de l'estime et du respect que je te porte. Merci pour ta collaboration, ta patience et les efforts fournis tout au long de la réalisation de ce travail. Je te souhaite beaucoup de succès et d'épanouissement dans ton parcours futur.

À toutes les personnes qui m'ont soutenue de près ou de loin,
Je dédie ce modeste travail avec toute ma gratitude et mon respect.

Aya

Dédicace

Je rends grâce à Dieu Tout-Puissant qui m'a ouvert la porte de la connaissance et m'a permis de la surmonter.

Je dédie ce modeste travail à la mémoire de mon cher père **Hacene**, qui nous a quittés, mais dont l'amour et les sacrifices resteront à jamais profondément ancrés dans mon cœur.

Mon cher père, j'espère que ce travail sera l'expression de ma profonde gratitude pour tout ce que tu m'as donné. Que Dieu t'accorde Sa miséricorde et t'accueille en Son vaste Paradis.

À ma chère mère **Zahia** et à ma tante **Fatma**, qui ont été un véritable soutien dans ma vie, me donnant la force et étant une raison de ma réussite.

À mes chères sœurs : **Iman, Khouloud et Farah,**

À mes chers frères : **Abd el Moumen, Iyad et Nadir,**

À mes chers amis : **Oumaima et Hadjer,**

À ma binôme et partenaire dans ce travail, **Aya**, merci pour ta coopération, ta patience et tous les moments de travail et d'effort partagés. Je te souhaite un avenir plein de succès et d'excellence.

À tous ceux qui m'ont soutenue, encouragée et accompagnée, directement ou indirectement, tout au long de mon parcours éducatif.

khaoula

Résumé

Face à la contamination croissante des matrices alimentaires par les microplastiques, le lait aliment de première nécessité consommé par toutes les tranches d'âge, et en priorité par les nourrissons ; représente une matrice d'intérêt sanitaire majeur. La présente étude vise à détecter et à caractériser les microplastiques dans cinq types de lait commercialisés ou produits localement en Algérie (lait conditionné en sachet, lait d'élevage, lait infantile et deux laits UHT), par combinaison de digestions alcaline et oxydante et de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier en mode réflexion totale atténuée (FTIR-ATR). Les résultats confirment la présence de microplastiques dans la quasi-totalité des échantillons : le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP) et le polystyrène (PS) sont les polymères dominants, cohérents avec les matériaux d'emballage et d'équipement de la filière. Le lait infantile présente la contamination la plus marquée et le profil polymérique le plus complexe, ce qui soulève une préoccupation sanitaire prioritaire au regard de la vulnérabilité du public concerné. Le lait d'élevage, utilisé comme contrôle négatif, affiche un spectre plus propre mais confirme que la contamination peut survenir en amont de tout conditionnement industriel. La détection de polytétrafluoroéthylène (PTFE) dans les laits UHT pointe vers les procédés de traitement thermique et les revêtements d'équipements comme sources additionnelles. Ces résultats illustrent la vulnérabilité de la chaîne laitière à la contamination microplastique à chaque étape, des sources agricoles aux emballages, et appellent au développement de méthodes analytiques harmonisées, à un renforcement réglementaire et à des stratégies de prévention ciblées pour limiter l'exposition des consommateurs algériens.

Mots-clés : *Microplastiques, lait, FTIR-ATR, contamination, toxicité, sécurité alimentaire.*

Abstract

In the context of the increasing contamination of food matrices by microplastics, milk, as an essential food consumed by all age groups, particularly infants, represents a matrix of major public health importance. The present study aimed to detect and characterize microplastics in five types of milk marketed or locally produced in Algeria (bagged milk, farm milk, infant formula, and two UHT milks) using a combination of alkaline and oxidative digestion followed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy in Attenuated Total Reflectance mode (FTIR-ATR). The results confirmed the presence of microplastics in almost all samples. Polyethylene (PE), polypropylene (PP), and polystyrene (PS) were the predominant polymers, consistent with packaging materials and equipment used throughout the dairy production chain. Infant milk exhibited the highest level of contamination and the most complex polymeric profile, raising particular health concerns due to the vulnerability of the exposed population. Farm milk, used as a negative control, showed a cleaner spectrum but confirmed that contamination may occur upstream of industrial packaging. The detection of polytetrafluoroethylene (PTFE) in UHT milk suggests that thermal processing and equipment coatings may constitute additional sources of contamination. These findings highlight the vulnerability of the dairy chain to microplastic contamination at every stage, from agricultural sources to packaging materials, and emphasize the need for harmonized analytical methods, strengthened regulatory frameworks, and targeted preventive strategies to reduce the exposure of Algerian consumers.

Keywords: *Microplastics, milk, FTIR-ATR, contamination, toxicity, food safety.*

الملخص

في ظل التلوث المتزايد للمصفوفات الغذائية بالجسيمات البلاستيكية الدقيقة، يُعد الحليب، باعتباره غذاءً أساسياً يُستهلك من قبل جميع الفئات العمرية، وخاصة الرضع، مصفوفة ذات أهمية صحية بالغة. تهدف هذه الدراسة إلى الكشف عن الجسيمات البلاستيكية الدقيقة وتوصيفها في خمسة أنواع من الحليب المتداول أو المنتج محلياً في الجزائر: الحليب المعبأ في الأكياس، حليب المزارع، حليب الرضع ونوعان من الحليب المعقم (UHT)، وذلك بالاعتماد على مزيج من الهضم القلوي والهضم التأكسدي وتقنية مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه في نمط الانعكاس الكلي الموهن (FTIR-ATR). أكدت النتائج وجود الجسيمات البلاستيكية الدقيقة في معظم العينات المدروسة، حيث كانت بوليمرات البولي إيثيلين (PE) والبولي بروبيلين (PP) والبولي ستايرين (PS) هي الأكثر انتشاراً، بما يتوافق مع مواد التغليف والمعدات المستخدمة في سلسلة إنتاج الحليب. وقد أظهر حليب الرضع أعلى مستوى من التلوث وأكثر التراكمات البوليمرية تعقيداً، مما يثير مخاوف صحية ذات أولوية بالنظر إلى هشاشة الفئة المستهدفة. أما حليب المزارع، المستخدم كشاهد سلبي، فقد أظهر طيفاً أكثر نقاءً، لكنه أكد إمكانية حدوث التلوث قبل أي مرحلة من مراحل التعبئة الصناعية. كما يشير الكشف عن بولي تترافلوروإيثيلين (PTFE) في الحليب المعقم UHT إلى أن عمليات المعالجة الحرارية وطلاءات المعدات قد تمثل مصادر إضافية للتلوث. وتبرز هذه النتائج هشاشة السلسلة اللبنية تجاه التلوث بالجسيمات البلاستيكية الدقيقة في مختلف مراحلها، من المصادر الزراعية إلى مواد التغليف، مما يستدعي تطوير طرق تحليلية موحدة، وتعزيز الأطر التنظيمية، ووضع استراتيجيات وقائية موجهة للحد من تعرض المستهلك الجزائري لهذه الملوثات.

الكلمات المفتاحية: الجسيمات البلاستيكية الدقيقة، الحليب، FTIR-ATR، التلوث، السمية، السلامة الغذائية

Table des matières

Introduction	1
Chapitre I : Le lait comme matrice alimentaire et sa vulnérabilité à la contamination.....	4
I.1. Généralités sur les matrices alimentaires.....	4
I.1.1. Définition des matrices alimentaires	4
I.1.2. Complexité physico-chimique des matrices liquides	4
I.2. Le lait : composition et propriétés physico-chimiques	5
I.2.1. Définition et classification du lait	5
I.2.2. Composition chimique du lait	6
I.2.3. Structure colloïdale du lait	8
I.2.4. Propriétés rhéologiques et stabilité	8
I.3. Vulnérabilité du lait à la contamination particulière	9
I.3.1. Contamination environnementale	9
I.3.2. Contamination lors de la traite	9
I.3.3. Contamination lors de la transformation industrielle	10
I.3.4. Rôle des matériaux d'emballage	10
I.3.5. Facteurs favorisant la contamination.....	11
Chapitre II : Les microplastiques comme contaminants émergents	13
II.1. Les contaminants alimentaires : cadre général	13
II.1.1. Définition	13
II.1.2. Classification des contaminants alimentaires	13
II.1.3. Notion de contaminants émergents	14
II.2. Les microplastiques : définitions et caractéristiques	14
II.2.1. Définition	14
II.2.2. Classification selon la taille et la forme	15
II.2.3. Microplastiques primaires et secondaires	15
II.2.4. Principaux polymères rencontrés dans les aliments	16
II.2.5. Propriétés physico-chimiques des microplastiques.....	16
II.3. Sources et voies de contamination du lait par les microplastiques.....	17
II.4. Présence des microplastiques dans les produits laitiers	17
II.4.1. Données bibliographiques récentes	17
II.4.2. Comparaison lait cru et lait transformé.....	18
II.4.3. Facteurs influençant la concentration en microplastiques	19
II.5. Impacts potentiels sur la santé humaine	20

II.5.1. Toxicité physique	20
II.5.2. Toxicité chimique : additifs et polluants adsorbés	20
II.5.3. Effets inflammatoires et stress oxydatif.....	21
Chapitre III : Techniques d'identification et de caractérisation des microplastiques dans le lait	24
III.1. Prétraitement des échantillons de lait.....	24
III.1.1. Défis spécifiques à la matrice laitière	24
III.1.2. Protocoles d'extraction.....	24
III.2. Méthodes d'observation visuelle et morphologique	25
III.2.1. Microscopie optique	25
III.2.2. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	25
III.3. Techniques spectroscopiques d'identification chimique	25
III.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	25
III.3.2. Spectroscopie Raman et micro-Raman	26
III.4. Méthodes thermiques et chromatographiques	27
III.4.1. Analyse thermogravimétrique couplée à la spectrométrie de masse (TGA-MS) ...	27
III.4.2. Pyrolyse couplée à la chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (Py-GC/MS).....	27
Matériel et Méthodes	29
1. Échantillonnage et caractérisation des matrices laitières	29
2. Spécificités des chaînes de production et voies de contamination potentielles	29
3. Collecte et stockage des échantillons	30
4. Préparation des échantillons avant l'analyse FTIR.....	31
5. Filtration et récupération des microplastiques	35
6. Spectroscopie Infrarouge à Transformée De Fourier en réflexion totale atténuée (FTIR-ATR).....	35
7. Analyse des échantillons non digérés (témoins)	36
8. Identification des polymères plastiques par comparaison spectrale.....	36
RÉSULTATS	38
INTERPRÉTATION DES SPECTRES FTIR-ATR	38
1. Bandes communes à tous les spectres : Signature de la matrice laitière.....	38
2. Identification des marqueurs plastiques	38
3. Analyse comparative par échantillon	40
Discussion	45
Conclusion	51
Références bibliographiques	52

LISTE DES FIGURES

N°	Titre du figures	page
01	Aspect visuel des échantillons de lait après digestion alcaline.	33
02	Aspect visuel des échantillons de lait après digestion oxydative.	35
03	Spectres FTIR-ATR complets des cinq échantillons de lait (374–4000 cm^{-1}).	39
04	Agrandissement de la région basse fréquence (550–725 cm^{-1}).	43
05	Agrandissement de la région basse fréquence (550–725 cm^{-1}).	43
06	Agrandissement de la région empreinte (1250–1560 cm^{-1}).	44

LISTE DES TABLEAUX

N°	Titre du tableau	page
01	Caractérisation des échantillons de lait analysés	29
02	Protocole de digestion alcaline au KOH	32
03	Protocole de digestion oxydante au H ₂ O ₂	34
04	Bandes FTIR-ATR de référence des polymères plastiques ciblés	37

Liste des abréviations

AFM1 : Aflatoxine M1
ALARA : As Low As Reasonably Achievable
ECHA : European Chemicals Agency
EDX : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
EFSA : European Food Safety Authority
FAO : Food and Agriculture Organization
FTIR : Fourier Transform Infrared Spectroscopy
H₂O₂ : Peroxyde d'hydrogène
HTST : High Temperature Short Time
KOH : Hydroxyde de potassium
LCU : Lait Commercial UHT
LE : Lait d'Élevage
LI : Lait Infantile
LS : Lait en Sachet
LSU : Lait UHT Commercial
MEB : Microscopie Électronique à Balayage
MPs : Microplastiques
PCB : Polychlorobiphényles
PE : Polyéthylène
PEBD : Polyéthylène Basse Densité
PEHD : Polyéthylène Haute Densité
PET : Polyéthylène Téréphtalate
PP : Polypropylène
PS : Polystyrène
PTFE : Polytétrafluoroéthylène
PU : Polyuréthane
PVC : Polychlorure de Vinyle
ROS : Reactive Oxygen Species
UHT : Ultra Haute Température
UV : Ultraviolet
μ-Raman : Microspectroscopie Raman

Introduction

La mondialisation du secteur agroalimentaire a profondément reconfiguré les exigences en matière de qualité et de sécurité des produits alimentaires, conduisant de nombreux pays à renforcer leurs dispositifs réglementaires à chaque étape de la chaîne de production (Rodriguez *et al.*, 2024). La qualité alimentaire recouvre des dimensions organoleptiques, chimiques et sanitaires, cette dernière constituant un impératif absolu pour prévenir tout risque pour la santé publique (Roudier, 2007 ; Arango, 2023). Sur le plan normatif, la norme ISO 22000 (2005) constitue un cadre de référence international pour le management intégré de la sécurité alimentaire, impliquant une responsabilité partagée entre organismes de contrôle, industriels et consommateurs (Bami, 2023). Ces préoccupations sont aujourd'hui amplifiées par la tendance croissante vers des produits peu transformés et la réduction de l'emploi des conservateurs (Khan & Shafiur Rahman, 2021 ; Sharma *et al.*, 2021), ce qui impose un renforcement des systèmes de surveillance et de détection des contaminants.

Les contaminants alimentaires, introduits involontairement dans les matrices alimentaires via des sources naturelles, la pollution environnementale ou les différentes étapes de transformation et de conditionnement (OMS, 2023 ; Kantiani *et al.*, 2010), sont classés en trois catégories : biologiques (bactéries, virus, champignons, parasites) (Nobile *et al.*, 2020 ; McGinnis *et al.*, 2019), chimiques (toxines, résidus de pesticides, polluants organiques persistants, substances néoformées) (Lebelo *et al.*, 2021), et physiques (corps étrangers, microplastiques, contaminants radioactifs) (Muhib *et al.*, 2023 ; Kankaige & Babel, 2020 ; Srilerd *et al.*, 2024). Parmi ces derniers, les microplastiques suscitent une préoccupation croissante en raison de leur ubiquité dans les écosystèmes terrestres et aquatiques (Andrady, 2011), et de leur capacité avérée à s'intégrer dans les chaînes alimentaires humaines (Prata *et al.*, 2023 ; Shim *et al.*, 2016).

Le lait représente une matrice alimentaire particulièrement exposée à la contamination par les microplastiques, en raison de son contact permanent avec des matériaux d'emballage plastiques tout au long des étapes de conditionnement et de conservation. Quatre catégories de laits destinés à la consommation humaine sont considérées dans la présente étude : le lait infantile (en poudre ou liquide), destiné à une population vulnérable et présentant un risque sanitaire prioritaire ; le lait conditionné en sachet, largement répandu dans les marchés locaux et exposé à

des matériaux plastiques flexibles potentiellement dégradables ; les laits UHT, traités thermiquement et conservés dans des emballages multicouches contenant des couches plastiques ; et enfin le lait d'élevage collecté directement à la source, permettant d'évaluer la contamination en amont de la chaîne de transformation. L'analyse comparative de ces quatre matrices offre ainsi une vue d'ensemble du niveau de contamination à différents stades de la filière laitière algérienne.

La détection et la caractérisation des microplastiques dans des matrices alimentaires complexes telles que le lait nécessite des protocoles analytiques rigoureux associant étapes de prétraitement et techniques d'identification. La digestion alcaline (solutions de KOH ou NaOH) et la digestion oxydante (peroxyde d'hydrogène H_2O_2) constituent les méthodes de prétraitement de référence : elles permettent d'éliminer sélectivement la matière organique et de libérer les particules plastiques sans altérer leur structure chimique, réduisant ainsi les interférences de matrice et améliorant la fiabilité des analyses (Cole, 2016 ; Prata *et al.*, 2023). La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier en mode réflexion totale atténuée (FTIR-ATR) constitue la technique d'identification de choix pour les polymères plastiques : elle génère une empreinte spectrale caractéristique permettant d'identifier la nature des polymères (polyéthylène, polypropylène, polystyrène, PET, etc.) par comparaison aux bases de données spectrales de référence (Cole, 2016 ; Shim *et al.*, 2016).

C'est dans ce cadre que s'inscrit le présent travail, dont l'objectif général est de détecter et de caractériser les microplastiques présents dans cinq types de laits commercialisés en Algérie : lait infantile, lait en sachet, laits UHT et lait d'élevage ; par combinaison des techniques de digestion alcaline et oxydante et de la spectroscopie FTIR-ATR. Plus spécifiquement, cette étude vise à : (i) évaluer la présence et l'abondance des microplastiques dans chacune des matrices laitières analysées ; (ii) identifier la nature chimique des polymères détectés par comparaison spectrale aux données bibliographiques ; et (iii) contribuer à l'amélioration du contrôle qualité et de la sécurité sanitaire du lait destiné à la consommation huma

Chapitre I

Chapitre I : Le lait comme matrice alimentaire et sa vulnérabilité à la contamination

I.1. Généralités sur les matrices alimentaires

I.1.1. Définition des matrices alimentaires

Une matrice alimentaire désigne l'ensemble structuré et organisé constitué par les composants d'un aliment et leurs interactions physico-chimiques. Elle ne se réduit pas à une simple liste d'ingrédients, mais intègre la manière dont ceux-ci s'associent à différentes échelles (moléculaire, microscopique et macroscopique) pour conférer à l'aliment ses propriétés nutritionnelles, organoleptiques et fonctionnelles (Aguilera, 2006 ; Fardet et Rock, 2020).

Selon Donald (2004), la notion de matrice alimentaire dépasse la caractérisation compositionnelle, car les propriétés d'un aliment ne sont pas réductibles à la somme de ses constituants. Les interactions entre lipides, protéines, glucides, eau et composés bioactifs déterminent la biodisponibilité des nutriments, la texture et la stabilité microbiologique du produit. Cette complexité est particulièrement marquée dans les matrices liquides comme le lait, où coexistent des phases colloïdales, émulsionnées et dissoutes (Walstra *et al.*, 2006).

Les aliments sont classiquement regroupés selon leur état physique : liquides (lait, jus de fruits, boissons fermentées), solides (céréales, viandes, fromages affinés), semi-solides (yaourts, gels alimentaires) et émulsions (beurre, mayonnaise, crèmes). À cette diversité inter-produits s'ajoute une hétérogénéité intra-produit, liée aux microenvironnements internes qui conditionnent la stabilité et la sécurité sanitaire de chaque aliment (Wilson *et al.*, 2002 ; Verheyen et Van Impe, 2021).

I.1.2. Complexité physico-chimique des matrices liquides

Les matrices alimentaires liquides se distinguent par leur hétérogénéité structurale à l'échelle microscopique, malgré une apparence macroscopique homogène. Elles peuvent se présenter sous forme de solutions vraies, de suspensions colloïdales ou d'émulsions, voire de combinaisons de ces états. Dans le cas du lait, la matrice est particulièrement complexe : elle constitue simultanément une émulsion huile-dans-eau (globules gras dispersés), une suspension colloïdale (micelles de caséine) et une solution vraie (lactose, sels minéraux, protéines sériques) (Walstra *et al.*, 2006 ; Fox *et al.*, 2015).

Cette complexité structurale confère au lait une sensibilité particulière aux perturbations physiques, thermiques et chimiques, ainsi qu'aux contaminations particulières. Les interactions entre les différentes phases notamment entre les protéines et la matière grasse ; et peuvent en

effet influencer la rétention de contaminants exogènes tels que les microplastiques, en facilitant leur adsorption à la surface des micelles ou des globules gras (Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2020).

I.2. Le lait : composition et propriétés physico-chimiques

I.2.1. Définition et classification du lait

Le lait est défini comme le produit de la sécrétion mammaire normale d'une femelle laitière en bonne santé, obtenu par une ou plusieurs traites, sans addition ni soustraction, destiné à la consommation en l'état ou à une transformation ultérieure (Codex Alimentarius, 1999 ; FAO/OMS, 2011). Sur le plan sensoriel, il se présente comme un liquide blanc opaque, de saveur légèrement sucrée, dont la composition varie selon l'espèce, la race, le stade de lactation, l'alimentation et les conditions d'élevage (Mathieu, 1998 ; Fox *et al.*, 2015).

A. Classification selon le traitement thermique

Le lait cru est collecté à la ferme par traite mécanique ou manuelle et rapidement réfrigéré à une température inférieure à 4 °C afin de limiter la prolifération microbienne. Sa flore native, riche et diversifiée, peut présenter un risque sanitaire en l'absence de traitement thermique (Guiraud, 1998 ; Mahaut *et al.*, 2005).

Le lait pasteurisé est soumis à un traitement thermique modéré destiné à détruire la totalité des micro-organismes pathogènes et la quasi-totalité de la flore banale, tout en préservant au mieux les qualités organoleptiques et nutritionnelles. Deux procédés sont employés : la pasteurisation basse (63 °C pendant 30 minutes) et la pasteurisation haute température courte durée — HTST — (72-75 °C pendant 15 à 20 secondes). Le lait ainsi traité doit être conservé à une température inférieure à 4 °C et consommé dans un délai de 7 jours à compter de la fabrication (Mahaut *et al.*, 2005 ; Walstra *et al.*, 2006).

Le lait UHT (Ultra Haute Température) est traité à des températures comprises entre 135 et 150 °C pendant 2 à 6 secondes, puis conditionné aseptiquement. Ce procédé assure une destruction totale des micro-organismes et de leurs spores, conférant au produit une durée de vie commerciale d'environ 3 à 6 mois à température ambiante, tant que l'emballage demeure intact. L'intensité thermique appliquée reste toutefois inférieure à celle déclenchant massivement la réaction de Maillard, ce qui limite la dégradation des qualités nutritionnelles (Mahaut *et al.*, 2005 ; GEMRCN, 2009).

Le lait reconstitué est obtenu par réhydratation de poudre de lait entier ou écrémé dans de l'eau, tandis que le lait recombinaison résulte du mélange de matière grasse butyrique, de poudre de lait écrémé et d'eau. Ces produits, particulièrement utilisés dans les pays à déficit de

production laitière fraîche comme l'Algérie, sont soumis à un traitement thermique de stérilisation UHT avant commercialisation (JORA, 1993 ; FAO, 2013).

I.2.2. Composition chimique du lait

Le lait de vache est une matrice nutritionnellement complète dont la composition moyenne comprend environ 87 à 88 % d'eau, 3,5 à 4,5 % de lipides, 3,2 à 3,5 % de protéines, 4,6 à 4,9 % de lactose et 0,7 à 0,8 % de minéraux, avec des teneurs variables en vitamines et oligo-éléments (Walstra *et al.*, 2006 ; Fox *et al.*, 2015). Cette composition varie significativement selon la race bovine, le stade de lactation, la saison et les pratiques alimentaires (Pereira, 2014).

A. L'eau

L'eau représente le constituant le plus abondant du lait, avec une proportion comprise entre 87 et 89,5 %. Elle y existe sous deux formes fonctionnellement distinctes. L'eau libre ou extra-micellaire, qui représente environ 90 % de l'eau totale, constitue le solvant dans lequel sont dissous le lactose, les sels minéraux et les protéines sériques. L'eau liée ou intra-micellaire, représentant les 10 % restants, est associée aux micelles de caséines et aux globules gras, intervenant dans la stabilisation structurale de ces entités colloïdales (Lapointe-Vignola, 2002 ; Amiot *et al.*, 2002).

B. Les lipides

La matière grasse du lait est essentiellement constituée de triglycérides (95-98 %), accompagnés de phospholipides (0,2-1 %), de cholestérol, de cérobrosides et d'une fraction insaponifiable comprenant notamment les vitamines liposolubles et les caroténoïdes. Les triglycérides sont organisés en globules gras d'un diamètre compris entre 0,1 et 20 μm , enveloppés d'une membrane tripartite -la membrane du globule gras du lait (MFGM)- riche en phospholipides et en protéines membranaires (Walstra *et al.*, 2006 ; Lopez, 2011).

Le profil en acides gras du lait de vache est dominé par les acides gras saturés (65-70 %), avec une proportion notable d'acide palmitique (C16 :0), d'acide oléique (C18 :1) et d'acide stéarique (C18 :0). La fraction en acides gras à chaîne courte et moyenne (C4 à C12), caractéristique des lipides laitiers, confère au beurre ses propriétés aromatiques spécifiques. Par comparaison avec le lait humain, le lait bovin est plus pauvre en acides gras polyinsaturés essentiels, notamment en acide linoléique (1,6 % contre 8,5 %) (Jeantet *et al.*, 2008 ; Pereira, 2014).

C. Les protéines

Les protéines constituent un facteur clé de la valeur nutritionnelle et des propriétés technologiques du lait. Leur teneur, comprise entre 3,2 et 3,5 % dans le lait de vache, se répartit en deux fractions principales : les caséines (environ 80 % des protéines totales) et les protéines du lactosérum ou protéines sériques (environ 20 %) (Fox *et al.*, 2015).

Les caséines (α 1-, α 2-, β - et κ -caséines) s'organisent en micelles de 50 à 500 nm de diamètre, stabilisées par des ponts phosphocalciques. Ces structures colloïdales confèrent au lait son opacité caractéristique et jouent un rôle fondamental dans la coagulation fromagère et la texture des produits laitiers fermentés. Les protéines sériques - β -lactoglobuline, α -lactalbumine, immunoglobulines, lactoferrine et sérumalbumine - présentent une valeur biologique élevée et d'importantes propriétés fonctionnelles (Walstra *et al.*, 2006 ; Holt *et al.*, 2013).

D. Les glucides

Le lactose est le glucide quasi-exclusif du lait de vache, avec une teneur comprise entre 4,6 et 4,9 %. Ce disaccharide, constitué d'une unité de D-galactose liée en β -1,4 à une unité de D-glucose, est synthétisé dans les cellules épithéliales mammaires à partir du glucose sanguin, sous l'action du complexe enzymatique lactose synthase (Luquet et Bonjean-Linczowski, 1985 ; Fox *et al.*, 2015). Le lactose contribue à la pression osmotique du lait, influence le point de congélation et constitue le principal substrat des bactéries lactiques lors de la fermentation.

E. Les vitamines

Le lait est une source importante de vitamines hydrosolubles et liposolubles. Les vitamines liposolubles A, D, E et K sont associées à la fraction lipidique, certaines étant localisées au cœur des globules gras (vitamine A, β -carotène) et d'autres à leur périphérie. Les vitamines hydrosolubles du groupe B (B1, B2, B6, B12, acide folique) et la vitamine C sont dissoutes dans la phase aqueuse. La vitamine B2 (riboflavine) est particulièrement abondante et confère au lactosérum sa couleur jaune-verdâtre caractéristique (Mehnoune et Ferhoul, 2015 ; Pereira, 2014).

F. Les minéraux

Le lait est l'une des sources alimentaires les plus riches en calcium biodisponible, avec une teneur d'environ 120 mg/100 mL. Ce calcium se trouve en partie sous forme ionique libre dans la phase aqueuse et en partie lié aux micelles de caséines sous forme de phosphate calcique colloïdal. Le rapport calcium/phosphore favorable (environ 1,2), associé à la présence de vitamine D, favorise son absorption intestinale. Le lait fournit également du potassium, du

magnésium, du sodium et du zinc, mais est naturellement pauvre en fer ($< 0,05$ mg/100 mL) (Walstra *et al.*, 2006 ; Larab, 2016 ; Pereira, 2014).

I.2.3. Structure colloïdale du lait

La phase colloïdale du lait est dominée par les micelles de caséines, des agrégats supramoléculaires de 50 à 500 nm de diamètre, stabilisés par des interactions hydrophobes, électrostatiques et des ponts phosphocalciques entre les résidus phosphoryle des caséines. Ces micelles sont composées de sous-unités de caséines ($\alpha s1$, $\alpha s2$, β et κ) dans un ratio d'environ 3:1:3:1, maintenues en suspension colloïdale stable par la κ -caséine, dont la partie hydrophile glycosylée (caséinomacropéptide) forme une frange protectrice à la surface de la micelle (Holt *et al.*, 2013 ; Dalgleish et Corredig, 2012).

La stabilité des micelles est sensible aux variations de pH, de température, de concentration en ions calcium et aux traitements mécaniques. À pH inférieur à 4,6 (point isoélectrique de la caséine), la charge nette des micelles devient nulle, entraînant leur agrégation et la coagulation du lait — principe exploité dans la fabrication des fromages et des laits fermentés. Cette sensibilité structurale est également pertinente pour comprendre les interactions potentielles des micelles avec des particules exogènes telles que les microplastiques (Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2020 ; Walstra *et al.*, 2006).

I.2.4. Propriétés rhéologiques et stabilité

Le lait frais exhibe un comportement rhéologique de fluide newtonien à des températures supérieures à 20 °C, avec une viscosité dynamique d'environ 1,5 à 2,0 mPa·s à 25 °C, soit 1,5 à 2 fois supérieure à celle de l'eau pure. Cette viscosité est déterminée par les interactions entre les micelles de caséines, les globules gras et les protéines sériques (Walstra *et al.*, 2006). En dessous de 15 °C, la cristallisation partielle des lipides modifie le comportement rhéologique et peut provoquer une instabilité de l'émulsion.

La stabilité du lait vis-à-vis du chauffage est conditionnée par l'équilibre minéral, en particulier la concentration en calcium ionique, le pH et la teneur en protéines. Lors du traitement UHT, les protéines sériques se dénaturent partiellement et s'associent aux micelles de caséines, modifiant leurs propriétés fonctionnelles. Ces transformations structurales post-traitement influencent la texture, la coagulabilité et potentiellement la capacité du lait à interagir avec des contaminants particuliers (Dalgleish et Corredig, 2012 ; Holt *et al.*, 2013).

I.3. Vulnérabilité du lait à la contamination particulière

I.3.1. Contamination environnementale

Le lait, en raison de sa composition riche et de sa structure physico-chimique complexe, est particulièrement vulnérable aux contaminations d'origine environnementale tout au long de la chaîne de production. La contamination environnementale peut survenir lors de la phase d'élevage, sous l'effet de la qualité de l'air, de l'eau d'abreuvement, des litières et des fourrages ingérés par les animaux (Oliver *et al.*, 2011).

La contamination atmosphérique constitue une voie d'introduction importante, notamment dans les zones à forte activité industrielle ou agricole, où les particules en suspension - poussières, fibres textiles et microplastiques - peuvent se déposer sur les surfaces de traite et les équipements, et contaminer le lait par voie aéroportée. Des études récentes ont confirmé la présence de microplastiques dans l'air ambiant des exploitations laitières, avec des concentrations variables selon les pratiques d'élevage et l'intensité du trafic environnant (Jenner *et al.*, 2021 ; Zhang *et al.*, 2020).

La contamination de l'eau d'abreuvement représente également un vecteur significatif. L'ingestion d'eau contaminée par des microplastiques entraîne leur passage dans le tube digestif des bovins et potentiellement leur transfert dans le lait via la circulation sanguine. Cette voie de transfert a été documentée chez les ruminants exposés à des aliments ou à des eaux chargées en microplastiques (Perez-Guaita *et al.*, 2020 ; Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2021).

I.3.2. Contamination lors de la traite

La traite représente l'étape la plus critique pour la qualité microbiologique et physique du lait. Les principales sources de contamination lors de cette étape sont : la peau et le canal du trayon (flore résidente et transitoire), les surfaces des équipements de traite (tuyaux, manchons trayeurs, réservoirs), les mains et les vêtements de l'opérateur, ainsi que l'atmosphère ambiante de la salle de traite (Mansour, 2015 ; Oliver *et al.*, 2011).

Les manchons trayeurs et les tuyaux en caoutchouc ou en silicone des installations de traite constituent une source potentielle de microplastiques par phénomène d'abrasion et de vieillissement mécanique. Ces pièces, soumises à des pressions cycliques, des températures variables et à des agents de nettoyage chimiques, peuvent libérer des microparticules plastiques directement dans le lait en cours de traite. Ce mécanisme a été identifié comme l'une des voies d'introduction des microplastiques dans le lait cru (Ligouri *et al.*, 2021 ; Barboza *et al.*, 2018).

I.3.3. Contamination lors de la transformation industrielle

La filière de transformation laitière fait un usage intensif de matériaux plastiques : pompes, conduites, vannes, filtres, cuves, échangeurs thermiques à plaques et emballages primaires. Chacune de ces surfaces en contact avec le produit peut constituer une source de contamination par microplastiques, notamment lors des phénomènes d'abrasion mécanique, de vieillissement thermique ou chimique (Ligouri *et al.*, 2021 ; Karami *et al.*, 2017).

Les opérations de filtration, d'homogénéisation et de pasteurisation, bien qu'elles visent à standardiser et à assainir le produit, peuvent également contribuer à la fragmentation de particules plastiques déjà présentes dans la matrice ou introduire de nouvelles particules par contact avec les surfaces d'équipements dégradés. Les dispositifs de protection individuelle portés par les opérateurs (gants en nitrile, tabliers en polyéthylène, tenues non tissées) ont également été identifiés comme sources de fibres et de particules plastiques pouvant contaminer le lait en cours de traitement (Rubio *et al.*, 2020 ; Yang *et al.*, 2021).

De plus, les auxiliaires technologiques et additifs utilisés dans l'industrie laitière peuvent contenir des résidus plastiques issus de leur conditionnement ou de leur procédé de fabrication. L'ensemble de ces données souligne la nécessité d'une surveillance rigoureuse et de l'adoption de matériaux alternatifs dans les équipements en contact direct avec le produit laitier (Schymanski *et al.*, 2018).

I.3.4. Rôle des matériaux d'emballage

L'emballage constitue une source majeure de contamination du lait par les microplastiques. Les matériaux les plus couramment utilisés pour le conditionnement du lait : polyéthylène haute densité (PEHD), polyéthylène téréphtalate (PET), polypropylène (PP) et les cartons multicouches complexes Tetra Pak® associant polyéthylène, aluminium et carton ; peuvent libérer des microparticules dans le produit, en particulier lors des chocs thermiques, des contraintes mécaniques de remplissage et lors du stockage prolongé (Schymanski *et al.*, 2018 ; Welle et Franz, 2011).

Des études ont mis en évidence que le lait conditionné en bouteilles plastiques PET contient significativement plus de microplastiques que le lait en emballages en carton ou en verre. Guart *et al.* (2011) ont montré une migration de composés chimiques à partir des emballages plastiques vers le lait, fonction de la température de stockage et de la durée de conservation. Plus récemment, Schymanski *et al.* (2018) ont détecté des concentrations de microplastiques allant de 0 à 1136 particules/litre dans différents types d'emballages laitiers, les bouteilles PEHD étant associées aux concentrations les plus élevées.

Les bouchons à vis en polypropylène constituent également un point de contamination critique lors de l'ouverture des emballages, par génération de micro fragments résultant du frottement des filets. Ces particules, de taille micrométrique, peuvent se disperser directement dans le lait lors de chaque ouverture (Schymanski *et al.*, 2018 ; Rubio *et al.*, 2020).

1.3.5. Facteurs favorisant la contamination

Plusieurs facteurs intrinsèques et extrinsèques modulent l'intensité de la contamination du lait par des particules exogènes. Parmi les facteurs extrinsèques, la température de stockage joue un rôle déterminant : une élévation de température favorise la migration de composés et de particules plastiques depuis les emballages vers la phase aqueuse du lait, par augmentation de la mobilité moléculaire et dégradation accélérée des polymères (Welle et Franz, 2011 ; Pereira *et al.*, 2020).

La durée de conservation est également un facteur clé : une étude menée par Ligouri *et al.* (2021) a démontré que la concentration en microplastiques augmentait significativement avec la durée de stockage, particulièrement pour le lait conditionné en bouteilles plastiques. Les contraintes mécaniques : vibrations lors du transport, cycles de pression-dépression ; contribuent à l'abrasion des surfaces plastiques et à la libération de microparticules dans le produit.

Sur le plan intrinsèque, la composition du lait influence la rétention des microplastiques. La matière grasse et les protéines, notamment les caséines, possèdent des propriétés tensioactives et amphiphiles susceptibles de favoriser l'adsorption de microplastiques à leur surface. Des travaux récents ont montré que les microplastiques hydrophobes (PE, PP) présentent une affinité particulière pour la phase lipidique du lait, tandis que les particules plus hydrophiles peuvent s'associer aux micelles protéiques (Kuttralam-Muniasamy *et al.*, 2020 ; Brandt *et al.*, 2021).

Chapitre II

Chapitre II : Les microplastiques comme contaminants émergents

II.1. Les contaminants alimentaires : cadre général

II.1.1. Définition

Selon le Codex Alimentarius (FAO/OMS, 2022), les contaminants alimentaires sont définis comme toute substance non intentionnellement ajoutée aux denrées alimentaires, présente dans celles-ci comme résultante des différentes étapes de production, de transformation, de conditionnement, d'emballage, de transport ou de stockage, ou résultant d'une contamination environnementale. Leur présence dans les aliments est considérée comme inévitable mais doit être maintenue à des niveaux aussi bas que raisonnablement possible, en conformité avec le principe ALARA (*As Low As Reasonably Achievable*).

II.1.2. Classification des contaminants alimentaires

Contaminants biologiques

Les contaminants biologiques regroupent l'ensemble des micro-organismes pathogènes (bactéries, virus, champignons, parasites et prions) susceptibles de contaminer les aliments à n'importe quelle étape de la chaîne de production. Dans le contexte laitier, les principaux agents pathogènes d'intérêt sont *Listeria monocytogenes*, *Salmonella spp.*, *Staphylococcus aureus*, *Brucella abortus*, *Mycobacterium bovis*, *Campylobacter jejuni* et les souches entéropathogènes d'*Escherichia coli* (Oliver *et al.*, 2011 ; EFSA, 2019).

Les mycotoxines, produites par des moisissures lors du stockage des fourrages, constituent également un contaminant biologique indirect d'importance dans le lait. L'aflatoxine M1 (AFM1), métabolite de l'aflatoxine B1 ingérée par la vache, est excrétée dans le lait et est classée cancérogène de groupe 1 par le CIRC (EFSA, 2020). La réglementation européenne fixe un seuil maximal de 0,05 µg/kg pour ce contaminant dans le lait destiné à la consommation directe.

Contaminants chimiques

Les contaminants chimiques comprennent une vaste gamme de substances d'origine industrielle, agricole ou naturelle. Dans le lait, les principaux contaminants chimiques identifiés sont les résidus de médicaments vétérinaires (antibiotiques, hormones, anti-parasitaires), les pesticides organochlorés et organophosphorés, les métaux lourds (plomb, cadmium, mercure, arsenic), les dioxines et furannes, les polychlorobiphényles (PCB) et, plus récemment, les microplastiques et leurs additifs chimiques associés (EFSA, 2021 ; Nacher-Mestre *et al.*, 2018).

Contaminants physiques

Les contaminants physiques sont des corps étrangers de nature diverse pouvant se retrouver dans les aliments lors des différentes étapes de la filière : débris métalliques, fragments de verre ou de céramique, matériaux plastiques, corps étrangers d'origine végétale ou animale. Contrairement aux contaminants biologiques et chimiques, les contaminants physiques sont généralement visibles à l'œil nu au-delà d'une certaine taille, mais les particules de dimensions micrométriques dont font partie les microplastiques ; échappent à toute détection organoleptique (Hicks *et al.*, 2019).

II.1.3. Notion de contaminants émergents

Les contaminants émergents sont des substances pour lesquelles les données sur la présence dans l'environnement ou les aliments, les effets sur la santé et les niveaux d'exposition humaine sont encore parcellaires, mais dont la préoccupation croissante justifie une surveillance renforcée (Kümmerer, 2011 ; NORMAN Network, 2022). Cette catégorie inclut notamment les perturbateurs endocriniens, les résidus pharmaceutiques, les nanomatériaux et les microplastiques.

Les microplastiques se distinguent des contaminants émergents classiques par leur nature particulière hétérogène ; en termes de composition chimique, de taille, de forme et de charge de surface ; ce qui complique singulièrement leur caractérisation, leur quantification et l'évaluation de leur risque sanitaire. L'EFSA (2016) a publié la première évaluation scientifique de leur présence dans les aliments destinés à la consommation humaine, soulignant l'absence de méthodes standardisées et la nécessité d'approfondir les recherches.

II.2. Les microplastiques : définitions et caractéristiques

II.2.1. Définition

Le terme « microplastique » a été introduit pour la première fois par Thompson *et al.* (2004) pour décrire les petits fragments plastiques observés dans les sédiments marins. La définition la plus communément admise les caractérise comme des particules plastiques de taille inférieure à 5 mm, quelle que soit leur forme (Thompson *et al.*, 2004 ; Arthur *et al.*, 2009). Cette définition, bien qu'adoptée par la majorité des instances scientifiques et réglementaires internationales, fait l'objet de discussions quant à la borne inférieure de taille : certains auteurs proposent 1 µm (ECHA, 2019), d'autres 100 nm, en dessous de laquelle les particules sont conventionnellement désignées comme nanoplastiques (Hartmann *et al.*, 2019).

La Commission européenne, dans sa définition adoptée en 2023 pour la réglementation REACH sur la restriction des microplastiques intentionnellement ajoutés, retient la taille de 5 mm comme borne supérieure et 1 nm comme borne inférieure. L'EFSA (2016) précise que les particules inférieures à 150 μm présentent le risque de translocation intestinale le plus élevé, soulignant l'importance de différencier les sous-fractions de taille au sein de la catégorie « microplastiques ».

II.2.2. Classification selon la taille et la forme

Sur le plan dimensionnel, plusieurs sous-catégories peuvent être distinguées : les macroplastiques ($> 5\text{ mm}$), les mésoplastiques (1-5 mm), les microplastiques sensu stricto (1 μm à 5 mm) et les nanoplastiques ($< 1\text{ }\mu\text{m}$). Certains auteurs distinguent en outre les grands microplastiques (1-5 mm) des petits microplastiques (1 μm -1 mm), ces derniers présentant des comportements environnementaux et toxicologiques distincts (Van Cauwenberghe *et al.*, 2015 ; Ng *et al.*, 2018).

La forme des microplastiques est un paramètre essentiel pour l'évaluation de leur impact. On distingue classiquement cinq morphotypes : les fragments (particules irrégulières issues de la fragmentation de pièces plastiques plus grandes), les fibres (filaments synthétiques d'origine textile principalement), les films (fines pellicules issues de la dégradation de sacs et d'emballages plastiques), les granulés ou pellets (matière première industrielle, dit « nurdles ») et les sphères (microsphères produites industriellement) (Guo et Wang, 2019 ; Hicks *et al.*, 2019).

II.2.3. Microplastiques primaires et secondaires

Les microplastiques primaires sont produits intentionnellement sous forme de particules de petite taille pour diverses applications industrielles et commerciales. Ils incluent les granulés industriels utilisés comme matière première dans la fabrication de produits plastiques, les microsphères abrasives incorporées dans les produits cosmétiques exfoliants (gommages, dentifrices), les microbilles encapsultrices utilisées en pharmacologie et en agriculture, ainsi que les fibres synthétiques issues des textiles (polyester, nylon, acrylique) libérées lors du lavage (Boucher et Friot, 2017 ; Rani *et al.*, 2021).

Les microplastiques secondaires résultent de la fragmentation de macroplastiques et de mésoplastiques sous l'action combinée des rayonnements UV, des contraintes mécaniques (abrasion, friction), des variations thermiques et de l'activité biologique. Cette fragmentation est un processus continu qui génère des particules de taille de plus en plus réduite, jusqu'à l'échelle nanométrique. Les sources principales sont les déchets plastiques abandonnés dans

l'environnement (emballages, bouteilles, films agricoles, pneus automobiles) et les équipements industriels en fin de vie (Andrady, 2011 ; Guo et Wang, 2019).

II.2.4. Principaux polymères rencontrés dans les aliments

Les polymères thermoplastiques les plus fréquemment identifiés dans les matrices alimentaires sont le polyéthylène (PE, haute et basse densité), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS), le polyéthylène téréphtalate (PET) et le polyuréthane (PU). Collectivement, ces polymères représentent plus de 50 % des microplastiques détectés dans les denrées alimentaires analysées dans la littérature, ce qui reflète leur usage dominant dans les emballages et équipements agroalimentaires (Hicks *et al.*, 2019 ; EFSA, 2016).

Dans le contexte spécifique des produits laitiers, des études ont identifié le polyéthylène, le polypropylène et le polyéthylène téréphtalate comme les polymères prédominants, en lien direct avec les matériaux d'emballage utilisés pour le conditionnement du lait. Le polystyrène a également été détecté, en association avec les emballages de yaourts et de desserts lactés. La cellophane (cellulose régénérée) est parfois répertoriée, bien qu'il s'agisse techniquement d'un polymère semi-synthétique (Schymanski *et al.*, 2018 ; Ligouri *et al.*, 2021).

II.2.5. Propriétés physico-chimiques des microplastiques

Les propriétés physico-chimiques des microplastiques sont déterminantes pour comprendre leur comportement dans les matrices alimentaires et leurs interactions avec les composants du lait. La densité des polymères varie de 0,89 g/cm³ pour le polypropylène à 1,44 g/cm³ pour le PET, influençant leur comportement de sédimentation ou de flottaison dans les liquides. La charge de surface, généralement négative en milieu aqueux, module les interactions électrostatiques avec les protéines et autres macromolécules du lait (Hartmann *et al.*, 2019 ; Guo et Wang, 2019).

L'hydrophobie est une propriété centrale des microplastiques qui conditionne leur affinité pour la phase grasse du lait et leur capacité à adsorber des contaminants organiques hydrophobes tels que les PCB, les phtalates et les résidus de pesticides. Cette propriété est à l'origine du phénomène de « cheval de Troie » : les microplastiques peuvent servir de vecteurs concentrateurs et transporteurs de polluants organiques persistants dans la chaîne alimentaire (Hartmann *et al.*, 2019 ; Rodrigues *et al.*, 2019).

Par ailleurs, les microplastiques présentent une grande surface spécifique relative à leur masse, facilitant les échanges avec le milieu environnant. Cette surface peut être colonisée par des biofilms microbiens phénomène dit de « plastisphère » et peut accumuler des métaux lourds

et des perturbateurs endocriniens issus de la matrice alimentaire ou de l'environnement (Zettler *et al.*, 2013 ; Hartmann *et al.*, 2019).

II.3. Sources et voies de contamination du lait par les microplastiques

La contamination du lait par les microplastiques est multifactorielle et peut survenir à chaque étape de la chaîne de production, depuis l'élevage jusqu'au consommateur. Plusieurs voies d'entrée ont été identifiées dans la littérature récente : l'ingestion par l'animal, le contact avec les équipements de traite, les procédés de transformation industrielle, les emballages et les conditions de stockage et de distribution (Ligouri *et al.*, 2021 ; Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2021).

À l'échelle de l'élevage, les animaux peuvent ingérer des microplastiques via les fourrages contaminés par des films agricoles dégradés, l'eau d'abreuvement et les compléments alimentaires industriels conditionnés dans des emballages plastiques. Des études ont détecté des microplastiques dans les fèces bovines et dans le contenu ruminal d'animaux d'élevage, suggérant un possible transfert vers le lait via la circulation systémique (Dris *et al.*, 2017 ; Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2021).

La contamination aéroportée constitue également un vecteur non négligeable, particulièrement documenté en milieu industriel et dans les salles de traite. Les fibres synthétiques issues des tenues de travail, des filtres à air et des matériaux d'isolation se déposent sur les surfaces ouvertes et dans les équipements, pouvant contaminer le lait en cours de collecte ou de transformation. Jenner *et al.* (2021) ont estimé la contribution des dépôts atmosphériques à plusieurs centaines de fibres par litre de lait dans les environnements les moins contrôlés.

La consommation alimentaire humaine représente la principale voie d'exposition aux microplastiques, devant l'inhalation et le contact cutané (Cox *et al.*, 2019). La présence de microplastiques a été documentée dans l'eau de boisson, les produits de la mer, le miel, le sel de table, la bière, les sucres raffinés et, plus récemment, dans les produits laitiers. L'estimation de l'ingestion quotidienne de microplastiques par un adulte varie considérablement selon les études et les populations, de quelques dizaines à plusieurs milliers de particules par jour (Van Sebille *et al.*, 2015 ; Cox *et al.*, 2019).

II.4. Présence des microplastiques dans les produits laitiers

II.4.1. Données bibliographiques récentes

La contamination des produits laitiers par les microplastiques est un domaine de recherche en plein essor, avec une accélération notable des publications depuis 2018. Les

premières études systématiques ont été menées par Schymanski *et al.* (2018), qui ont analysé 14 produits laitiers commerciaux allemands conditionnés dans différents types d'emballages. Ces auteurs ont détecté des microplastiques dans 11 des 14 produits analysés, avec des concentrations allant de 0 à 1136 particules/litre dans le lait, les valeurs les plus élevées étant associées aux bouteilles en polyéthylène haute densité (PEHD).

Ligouri *et al.* (2021) ont conduit une étude sur le marché italien, analysant du lait UHT conditionné en briques Tetra Pak® et en bouteilles plastiques PEHD. Leurs résultats indiquent des concentrations comprises entre 39 et 1065 particules/litre, avec une prédominance de fragments de polyéthylène et de polypropylène. L'étude a mis en évidence une corrélation significative entre la durée de stockage et la concentration en microplastiques, suggérant une migration progressive depuis l'emballage vers le produit.

Kutralam-Muniasamy *et al.* (2021) ont examiné le lait commercial mexicain conditionné en différents emballages et ont identifié des concentrations moyennes de 1000 à 2400 particules/litre, avec une dominance de fibres de polyéthylène téréphtalate et de fragments de polypropylène. Ces niveaux sont parmi les plus élevés rapportés dans la littérature et ont été attribués à la qualité des emballages et aux conditions de distribution dans la région étudiée.

Des études sur le lait en poudre, produit particulièrement sensible en raison de son usage pour l'alimentation infantile, ont détecté des concentrations significatives de microplastiques. Une étude chinoise publiée par Li *et al.* (2020) a analysé 22 marques de laits en poudre pour nourrissons et a détecté des microplastiques dans 100 % des échantillons, avec des concentrations moyennes de 1800 à 2100 particules/kg. Ces résultats ont suscité une vive préoccupation des autorités sanitaires quant à l'exposition des nourrissons à ces contaminants dès les premières semaines de vie.

En ce qui concerne les autres produits laitiers, des études ont détecté des microplastiques dans les yaourts, les fromages et les crèmes. Les concentrations rapportées varient considérablement selon le type de produit, son mode de fabrication et son conditionnement. Les fromages à pâte molle, en raison de leur processus de fabrication plus prolongé impliquant de nombreux contacts avec des équipements plastiques, tendent à présenter des concentrations plus élevées (Yang *et al.*, 2021 ; Brandt *et al.*, 2021).

II.4.2. Comparaison lait cru et lait transformé

La comparaison des concentrations en microplastiques entre le lait cru et le lait transformé constitue un axe de recherche important pour identifier les étapes critiques d'introduction des contaminants. Les données disponibles suggèrent que les traitements

thermiques industriels (pasteurisation, UHT) n'éliminent pas les microplastiques du lait, mais peuvent modifier leur concentration et leur répartition selon les phases.

Des études comparatives ont montré que le lait cru directement collecté à la ferme présente des concentrations en microplastiques inférieures à celles mesurées dans le lait conditionné en emballages plastiques après transformation, suggérant que les étapes industrielles et l'emballage contribuent significativement à la contamination finale (Schymanski *et al.*, 2018 ; Ligouri *et al.*, 2021). Cependant, cette comparaison est difficile à interpréter en raison des différences de méthodes analytiques et de conditions de collecte entre les études.

Les traitements thermiques à haute température (UHT) pourraient théoriquement accélérer la dégradation des polymères plastiques présents dans les équipements, générant davantage de microparticules. Inversement, le lait pasteurisé, soumis à des traitements thermiques plus modérés mais à des durées de stockage généralement plus courtes et conditionnés en emballages carton plutôt qu'en plastique rigide, présente souvent des concentrations inférieures à celles du lait UHT en bouteille plastique (Ligouri *et al.*, 2021).

II.4.3. Facteurs influençant la concentration en microplastiques

La concentration des microplastiques dans le lait dépend d'une multiplicité de facteurs interdépendants. Le type d'emballage est le facteur le mieux documenté : les bouteilles en plastique rigide (PEHD, PET) sont systématiquement associées à des concentrations plus élevées que les emballages en carton multicouches ou en verre. La corrélation entre type d'emballage et concentration en microplastiques a été démontrée dans plusieurs études comparatives (Schymanski *et al.*, 2018 ; Yang *et al.*, 2021).

La durée et les conditions de stockage exercent une influence directe sur la migration des microplastiques depuis l'emballage vers le produit. Une température de stockage élevée (supérieure à 25 °C), une exposition à la lumière UV et une durée de conservation prolongée favorisent la dégradation des polymères et augmentent la libération de microparticules dans le produit (Welle et Franz, 2011 ; Ligouri *et al.*, 2021). Ces conditions sont particulièrement préoccupantes dans les pays à climat chaud, où la chaîne du froid n'est pas toujours assurée de manière rigoureuse.

La composition du lait et notamment sa teneur en matière grasse influence également la rétention et la répartition des microplastiques dans la matrice. Les particules hydrophobes (PE, PP) présentent une affinité particulière pour la phase grasse et s'accumulent préférentiellement dans la crème, tandis que les particules plus hydrophiles peuvent rester en suspension dans la

phase aqueuse. Cette distribution différentielle doit être prise en compte lors de la conception des méthodes d'extraction analytique (Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2020 ; Brandt *et al.*, 2021).

II.5. Impacts potentiels sur la santé humaine

II.5.1. Toxicité physique

La toxicité physique des microplastiques est principalement liée à leur taille, leur forme et leur capacité à interagir avec les tissus biologiques. Des études *in vivo* sur des modèles animaux ont démontré que les particules de taille inférieure à 150 µm peuvent traverser la barrière intestinale par transcytose et se distribuer dans différents organes — foie, rate, rein, cerveau — où elles s'accumulent (Hwang *et al.*, 2019 ; Deng *et al.*, 2020). Les particules nanométriques (< 1 µm) possèdent une capacité de translocation encore plus élevée et peuvent potentiellement franchir la barrière hémato-encéphalique et la barrière placentaire (Leslie *et al.*, 2022).

La forme des microplastiques est également un déterminant majeur de leur toxicité physique. Les fibres présentent un rapport longueur/diamètre élevé qui ralentit leur transit intestinal et augmente leur temps de contact avec la muqueuse, favorisant les lésions mécaniques et les phénomènes d'irritation chronique. Des études chez les invertébrés aquatiques ont montré que les fibres de polypropylène induisent une toxicité plus élevée que des sphères de même masse, en raison de leur rétention prolongée dans le tube digestif (Au *et al.*, 2015 ; Fackelmann et Sommer, 2019).

II.5.2. Toxicité chimique : additifs et polluants adsorbés

Les microplastiques présentent une toxicité chimique intrinsèque liée aux additifs incorporés lors de leur fabrication. Ces additifs (plastifiants (phtalates, bisphénol A), stabilisants thermiques - composés organostanniques-, retardateurs de flamme (polybromés), antioxydants et colorants) peuvent migrer depuis les polymères vers les matrices alimentaires en contact, notamment sous l'effet de la chaleur et de la présence d'acides gras (Hahladakis *et al.*, 2018 ; Campanale *et al.*, 2020).

Le bisphénol A (BPA) et ses substituts (BPS, BPF) sont parmi les additifs plastiques les mieux documentés sur le plan toxicologique. Ce perturbateur endocrinien, utilisé comme monomère dans les résines époxy et certains polycarbonates, est capable de mimer l'action des œstrogènes et de perturber l'axe hypothalamo-hypophyso-gonadique. L'EFSA a abaissé en 2023 la dose journalière tolérable du BPA à 0,2 ng/kg de poids corporel par jour, soit 20 000 fois

inférieure à la valeur précédente, reflétant la prise de conscience de ses effets à de très faibles concentrations (EFSA, 2023).

Par ailleurs, les microplastiques exercent une capacité d'adsorption de polluants organiques hydrophobes persistants (polychlorobiphényles, hydrocarbures aromatiques polycycliques, pesticides organochlorés) depuis les matrices environnementales, pouvant les concentrer de plusieurs ordres de grandeur par rapport à leur concentration en solution. Ce phénomène de concentration et de vecteur (effet « cheval de Troie ») peut représenter un risque sanitaire lors de l'ingestion de microplastiques chargés en polluants (Rodrigues *et al.*, 2019 ; Hartmann *et al.*, 2019).

II.5.3. Effets inflammatoires et stress oxydatif

Des études *in vitro* sur cellules humaines (cellules épithéliales intestinales Caco-2, macrophages, cellules dendritiques) ont démontré que les microplastiques induisent une réponse inflammatoire dose-dépendante, caractérisée par une surexpression de cytokines pro-inflammatoires, notamment l'interleukine-1 β (IL-1 β), l'interleukine-6 (IL-6), l'interleukine-8 (IL-8) et le facteur de nécrose tumorale alpha (TNF- α) (Hwang *et al.*, 2019 ; Lim, 2021).

Le stress oxydatif constitue un mécanisme clé de la cytotoxicité des microplastiques. La génération de dérivés réactifs de l'oxygène (ROS) en réponse à l'exposition aux microplastiques entraîne des dommages oxydatifs aux lipides membranaires (peroxydation lipidique), aux protéines (carbonylation) et à l'ADN (cassures de brins, modifications de bases), pouvant ultimement conduire à l'apoptose cellulaire. Ces effets ont été documentés dans des études animales après exposition chronique à des concentrations de microplastiques représentatives des niveaux environnementaux (Jin *et al.*, 2019 ; Deng *et al.*, 2020).

Au niveau du microbiote intestinal, des études récentes chez le rongeur ont mis en évidence que l'exposition aux microplastiques modifie la composition et la diversité du microbiome intestinal, avec une réduction des bactéries bénéfiques (*Lactobacillus*, *Bifidobacterium*) et une augmentation des espèces pro-inflammatoires. Ces perturbations du microbiote pourraient contribuer au développement de maladies inflammatoires chroniques de l'intestin, de l'obésité et de troubles métaboliques (Jin *et al.*, 2019 ; Lu *et al.*, 2022).

Des données épidémiologiques émergentes associent la présence de microplastiques dans les tissus humains à des pathologies chroniques. Leslie *et al.* (2022) ont détecté des microplastiques dans des plaques d'athérome de patients atteints de maladies cardiovasculaires, avec une corrélation positive entre la charge en microplastiques et le risque d'infarctus du myocarde ou d'accident vasculaire cérébral. Ces résultats, bien que préliminaires et devant être

confirmés par des études longitudinales, soulèvent des interrogations fondamentales sur les effets sanitaires à long terme de l'exposition aux microplastiques via l'alimentation.

Chapitre III

Chapitre III : Techniques d'identification et de caractérisation des microplastiques dans le lait

III.1. Prétraitement des échantillons de lait

III.1.1. Défis spécifiques à la matrice laitière

La détection des microplastiques dans le lait présente des défis analytiques spécifiques liés à la complexité de cette matrice. La forte teneur en matière grasse (émulsion) et en protéines (suspension colloïdale) génère des interférences lors des étapes d'isolement et de caractérisation des particules. Ces constituants peuvent en effet coprécipiter avec les microplastiques lors des centrifugations, produire des absorptions infrarouges parasites lors des analyses spectroscopiques et complexifier l'observation microscopique par formation d'un biofilm organique à la surface des particules (Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2020 ; Brandt *et al.*, 2021).

La concentration généralement faible en microplastiques dans le lait (de quelques dizaines à quelques milliers de particules par litre) impose de travailler sur des volumes d'échantillon importants (1 à 10 L) et de mettre en œuvre des protocoles d'enrichissement efficaces pour atteindre les limites de détection requises. Le risque de contamination croisée lors de la manipulation des échantillons constitue par ailleurs une préoccupation majeure, qui impose des précautions opératoires strictes (utilisation de matériel en verre ou en acier inoxydable, filtrage de l'air, tenues en coton plutôt qu'en matériaux synthétiques) (Hernandez *et al.*, 2019 ; Brandt *et al.*, 2021).

III.1.2. Protocoles d'extraction

Les protocoles d'extraction des microplastiques du lait comportent généralement plusieurs étapes successives. La déprotéinisation enzymatique ou chimique — par digestion à la protéinase K, à la lipase ou par traitement à l'eau oxygénée (H₂O₂) à 30-35 % — vise à éliminer la matière organique susceptible d'interférer avec l'analyse, sans dégrader les polymères plastiques (Hurley *et al.*, 2018). La digestion alcaline au KOH (10 % w/v à 60 °C pendant 24 h) est également utilisée, notamment pour les matrices riches en graisses.

La séparation des microplastiques de la phase aqueuse est ensuite réalisée par filtration sur membrane (seuil de coupure variable selon la fraction de taille étudiée : 0,45 µm, 1 µm, 10 µm ou 100 µm) ou par centrifugation différentielle. La séparation par densité (flottation dans une solution saline dense ou dans de l'iodure de sodium) peut également être employée pour séparer les polymères de densité inférieure à celle de la solution de flottation (Coppock *et al.*, 2017 ; Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2020).

III.2. Méthodes d'observation visuelle et morphologique

III.2.1. Microscopie optique

La microscopie optique est la technique de première intention pour l'identification visuelle des microplastiques sur filtre après extraction. Elle permet une évaluation morphologique (forme, couleur, taille approximative) des particules suspectes à des grossissements allant de 10× à 1 000×, selon la taille des particules à analyser. L'identification repose sur des critères visuels standardisés : absence de structure cellulaire, absence de lumen (pour distinguer fibres plastiques et fibres cellulosiques), bords nets et réguliers, couleur homogène et résistance au fraisage mécanique (Hidalgo-Ruz *et al.*, 2012 ; Löder et Gerdts, 2015).

La principale limitation de la microscopie optique réside dans son incapacité à confirmer la nature chimique des particules, conduisant à des taux de faux positifs élevés en raison de la présence de particules minérales, de débris organiques ou de fibres naturelles morphologiquement similaires aux microplastiques. Une confirmation spectroscopique est donc systématiquement recommandée (Hartmann *et al.*, 2019 ; Shim *et al.*, 2017).

III.2.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) offre une résolution spatiale nettement supérieure à la microscopie optique, permettant l'observation de la morphologie de surface des microplastiques avec une précision nanométrique. Couplée à la spectroscopie à dispersion d'énergie des rayons X (EDX), elle permet une caractérisation élémentaire semi-quantitative des particules, utile pour distinguer les polymères organiques des particules minérales (silicates, carbonates). Cependant, les protocoles de préparation — métallisation des échantillons — sont destructifs et empêchent toute analyse chimique postérieure (Watteau *et al.*, 2018).

III.3. Techniques spectroscopiques d'identification chimique

III.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie FTIR est la méthode de référence pour l'identification chimique des microplastiques. Elle repose sur la mesure de l'absorption du rayonnement infrarouge par les liaisons moléculaires des polymères, chaque polymère présentant une signature spectrale caractéristique utilisable comme « empreinte digitale » chimique. La comparaison des spectres expérimentaux avec des bases de données de référence (Flopp/Flopp-e, OpenSpecy, KnowItAll®) permet l'identification du type de polymère avec une fiabilité élevée (Löder et Gerdts, 2015 ; Cowger *et al.*, 2021).

La micro-FTIR en mode réflexion totale atténuée (ATR- μ FTIR) est la configuration la plus couramment utilisée pour l'analyse des microplastiques dans les matrices alimentaires. Elle permet l'analyse directe sur filtre de particules de taille supérieure à 20-30 μm , avec une préparation minimale des échantillons. Le couplage à un microscope infrarouge (μ FTIR en mode imagerie) permet l'analyse automatisée d'un grand nombre de particules sur une surface de filtre et l'obtention de cartographies chimiques des dépôts, réduisant considérablement le temps d'analyse par rapport à l'analyse point par point (Primpke *et al.*, 2020 ; Kappler *et al.*, 2016).

Les limites de la FTIR sont bien documentées : la borne inférieure de détection est d'environ 10-20 μm pour le mode ATR et 1-5 μm pour le mode transmission, ce qui exclut l'analyse des nanoplastiques et des microplastiques submicroniques. De plus, la présence de résidus organiques (graisses, protéines) à la surface des particules peut masquer les bandes caractéristiques des polymères et conduire à des identifications erronées, nécessitant une digestion préalable efficace (Jung *et al.*, 2018 ; Primpke *et al.*, 2020).

III.3.2. Spectroscopie Raman et micro-Raman

La spectroscopie Raman est basée sur la diffusion inélastique de la lumière (effet Raman), découverte par C.V. Raman et K.S. Krishnan en 1928. Lorsqu'un échantillon est irradié par un laser monochromatique, la quasi-totalité des photons diffusés conservent la fréquence du faisceau incident (diffusion Rayleigh), mais une infime fraction (environ 10^{-6} photons) échange de l'énergie avec les vibrations moléculaires du matériau, générant un spectre Raman caractéristique de la structure chimique (McCreery, 2005).

La micro-Raman présente plusieurs avantages décisifs par rapport à la μ FTIR pour l'analyse des microplastiques. Sa résolution spatiale est de l'ordre de 1 μm , permettant l'analyse de particules bien inférieures à la limite de détection du FTIR. La technique est peu sensible à l'eau, permettant l'analyse directe d'échantillons humides sans prétraitement de séchage. La micro-Raman en mode imagerie (Raman mapping) permet une analyse automatisée haute débit sur filtre, avec cartographie chimique à haute résolution (Lenz *et al.*, 2015 ; Anger *et al.*, 2018).

L'inconvénient majeur de la spectroscopie Raman réside dans le phénomène de fluorescence, fréquent avec les particules fortement colorées ou contenant des additifs fluorescents, qui peut masquer le signal Raman. Des solutions techniques ont été développées pour atténuer ce problème : utilisation de lasers de grande longueur d'onde (785 nm ou 1064 nm), photobleaching préalable, ou recours à la spectroscopie Raman à décalage temporel (TRSRs). La durée d'analyse est également plus longue que pour la μ FTIR, ce qui en limite l'application pour les très grands nombres de particules (Cowger *et al.*, 2020 ; Primpke *et al.*, 2020).

III.4. Méthodes thermiques et chromatographiques

III.4.1. Analyse thermogravimétrique couplée à la spectrométrie de masse (TGA-MS)

L'analyse thermogravimétrique couplée à la spectrométrie de masse (TGA-MS) ou à la spectrométrie infrarouge (TGA-FTIR) permet la caractérisation et la quantification des microplastiques sur la base de leur décomposition thermique. Lors du chauffage progressif (généralement de 25 à 700 °C sous atmosphère contrôlée), les polymères se décomposent à des températures caractéristiques, libérant des fragments gazeux identifiables par spectrométrie de masse. Cette technique fournit à la fois une identification qualitative du type de polymère et une quantification de la masse totale de plastique dans l'échantillon, sans distinction de taille ni de forme des particules (Duemichen *et al.*, 2019 ; Dumichen *et al.*, 2019).

III.4.2. Pyrolyse couplée à la chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (Py-GC/MS)

La pyrolyse couplée à la chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (Py-GC/MS) est une méthode analytique particulièrement puissante pour l'identification et la quantification des polymères plastiques dans les matrices complexes. Les particules plastiques sont pyrolysées à haute température (généralement entre 500 et 800 °C), générant des produits de pyrolyse caractéristiques de chaque polymère, séparés par chromatographie en phase gazeuse et identifiés par spectrométrie de masse. Cette technique offre une excellente sensibilité et permet la détection de concentrations de l'ordre du nanogramme (Fischer et Scholz-Böttcher, 2017 ; Primpke *et al.*, 2020).

Son principal inconvénient est son caractère destructif, qui ne permet pas de récupérer les particules pour des analyses morphologiques complémentaires. De plus, la Py-GC/MS ne fournit pas d'information sur la taille, la forme ou le nombre de particules, mais uniquement sur la masse totale de chaque polymère présent. Son application aux matrices alimentaires complexes comme le lait nécessite des étapes de prétraitement rigoureuses pour éliminer les interférences de la matière organique (Fischer et Scholz-Böttcher, 2017 ; Kutralam-Muniasamy *et al.*, 2020).

Matériel et Méthodes

Matériel et Méthodes

1.Échantillonnage et caractérisation des matrices laitières

Cinq échantillons de lait, représentatifs des principales catégories de produits laitiers commercialisés en Algérie, ont été analysés dans le cadre de cette étude (Tableau 1). Le choix de ces matrices a été dicté par leur prédominance sur le marché national et par la diversité de leurs modes de production, de traitement thermique et de conditionnement, facteurs susceptibles d'influencer la contamination par les microplastiques (MPs) auxquelles est exposée la population algérienne. Chaque échantillon a été collecté dans des conditions représentatives de sa distribution habituelle.

Tableau 1 : Caractérisation des échantillons de lait analysés

Échantillon	Symbole	Désignation	Origine / provenance	Conditionnement	Traitement thermique
Échantillon 1	LS	Lait reconstitué en sachet	Industrie laitière algérienne (poudre de lait réhydratée)	Sachet plastique	Pasteurisation industrielle (72°C/15 s)
Échantillon 2	LE	Lait d'élevage cru	Ferme locale – collecte directe auprès de l'éleveur	Bouteille en verre stérilisée (prélèvement direct à la ferme)	Aucun traitement thermique post-prélèvement
Échantillon 3	LI	Lait infantile	Industrie agroalimentaire – produit importé	Boîte métallique avec couvercle plastique	Fortement traité (stérilisé, séché)
Échantillon 4	LCU	Lait UHT (lait entier)	Industrie laitière algérienne	Brique Tetra Pak® multicouche (carton/PE/Al)	UHT (135–140°C, 4–5 s)
Échantillon 5	LSU	Lait UHT (lait entier)	Industrie laitière algérienne	Brique Tetra Pak® multicouche (carton/PE/Al)	UHT (135–140°C, 4–5 s)

2. Spécificités des chaînes de production et voies de contamination potentielles

- **Echantillon LS : Lait reconstitué pasteurisé en sachet plastique**

Le lait reconstitué représente une part significative du marché laitier algérien. Le processus industriel comprend : (i) Réhydratation de la poudre de lait dans de l'eau traitée (ii) Standardisation de la teneur en matière grasse et en protéines (iii) Pasteurisation (72°C, 15s) (iv) Conditionnement aseptique en sachets plastiques souples.

Les sachets utilisés sont généralement en polyéthylène basse densité (PEBD) ou en complexes multicouches PE/PP/EVOH (Polyéthylène/Polypropylène/Éthylène-Alcool Vinylique). La

pasteurisation, bien que moins agressive que l'UHT, est suivie d'un refroidissement rapide et d'un remplissage à température modérée (4–10°C).

Echantillon LE : Lait entier d'élevage (contrôle négatif environnemental)

Cet échantillon constitue la référence de base essentielle de l'étude. Prélevé directement à la trayeuse dans un élevage bovin laitier au niveau de la wilaya d'El Tarf, il n'a subi aucun traitement industriel ni contact avec un emballage plastique avant analyse. Il a été collecté dans un récipient en verre borosilicate.

Echantillon LI : Lait infantile en boîte métallique

Le lait infantile est une formule nutritionnelle complexe, reconstituée à partir de poudres de lait écrémé, de concentrés de protéines, de lipides végétaux (huiles de palme, coprah, colza, tournesol), de glucides (lactose, maltodextrine) et d'additifs nutritionnels (vitamines, minéraux, acides gras polyinsaturés). Le conditionnement en boîte métallique présente une spécificité majeure : l'absence de contact direct avec un polymère plastique à l'extérieur, mais la présence d'un revêtement intérieur organique (résine époxy à base de bisphénol A, polyester, ou laque organosol) destiné à prévenir la corrosion métallique.

Echantillons LCU et LSU : Laits UHT en brique Tetra Pak®

Le lait UHT entier standard, conditionné en brique carton multicouches, est le format dominant sur le marché algérien. La structure de l'emballage Tetra Pak® est un complexe stratifié :

- Couche externe de carton (~75% de l'épaisseur) : rigidité mécanique
- Couche de polyéthylène (PE) : étanchéité
- Feuille d'aluminium (Al, 6–7 µm) : barrière à la lumière et aux gaz
- Couche interne de PE : contact alimentaire

Les adhésifs de laminage peuvent contenir des caoutchoucs nitriles, des polyuréthanes ou des *hot-melts* (adhésifs thermoplastiques) à base d'éthylène-acétate de vinyle (EVA).

3. Collecte et stockage des échantillons

Les modalités de collecte ont été adaptées à la nature spécifique de chaque échantillon :

- **LS — Lait reconstitué en sachet** : Acheté d'un point de vente dans la région d'El Tarf (lot de fabrication identifié), l'échantillon a été conservé à 4°C, analyse dans les 48h suivant l'ouverture.
- **LE — Lait d'élevage** : Collecte directe auprès d'un éleveur local (région d'El Tarf) dans des conditions d'hygiène contrôlées. Transport réfrigéré (< 6°C), analyse dans les 24h. Ce lait n'est soumis à aucun traitement industriel, ce qui en fait un échantillon de référence

pour évaluer la contamination environnementale et d'origine bovine, indépendamment de l'emballage industriel.

- **LI — Lait infantile** : Achat en pharmacie (marque couramment prescrite en Algérie). Boîte métallique intacte, non entamée.
- **LCU/LSU — Laits UHT Tetra Pak®** : Deux marques nationales distinctes, achetées dans le commerce. Briques hermétiquement fermées, dans leur conditionnement d'origine.
- Après la collecte, tous les échantillons ont été correctement identifiés et stockés dans des conditions appropriées afin d'éviter toute altération. Les échantillons -LS et LE- ont été conservés à une température contrôlée (4°C), tandis que les échantillons Laits UHT ont été maintenus dans leurs emballages d'origine jusqu'à leur utilisation.
- Pour tous les échantillons, les précautions suivantes ont été observées : manipulation sous hotte à flux laminaire, utilisation exclusive d'ustensiles en verre ou en acier inoxydable, port de gants en nitrile (sans poudre), afin de prévenir toute contamination exogène par les microplastiques lors de la manipulation.

4. Préparation des échantillons avant l'analyse FTIR

La matrice laitière est particulièrement complexe du point de vue analytique : lipides (3,5–4,5 %), protéines (3,2–3,5 %), lactose (4,6–4,9 %) et minéraux (0,7–0,8 %) génèrent tous des bandes d'absorption infrarouge susceptibles d'interférer avec la détection des polymères plastiques. Afin d'éliminer ces interférences et d'isoler les microplastiques avec la meilleure spécificité possible, un double prétraitement chimique a été appliqué à chaque échantillon : une digestion alcaline à l'hydroxyde de potassium (KOH) suivie d'une digestion oxydante au peroxyde d'hydrogène (H₂O₂). Ce protocole en deux étapes est conforme aux recommandations méthodologiques établies pour l'analyse des MPs dans les matrices alimentaires d'origine animale (Dehaut *et al.*, 2016 ; Munno *et al.*, 2018).

Étape 1 — Digestion alcaline à l'hydroxyde de potassium (KOH)

La digestion alcaline au KOH constitue la première étape du prétraitement. Elle cible la destruction sélective des composants organiques azotés (protéines, caséines, lactosérum) et lipidiques (saponification des triglycérides) sans altérer la structure chimique des polymères plastiques (PE, PP, PVC, PS et PET) et leurs empreintes spectrales FTIR, ce qui en fait la méthode de choix pour les matrices laitières riches en protéines et en matières grasses (Cole *et al.*, 2014 ; Dehaut *et al.*, 2016 ; Löder *et al.*, 2017 ; Karami *et al.*, 2017).

Chaque échantillon de lait (LS, LE, LI, LCU, LSU) a été homogénéisé par agitation manuelle douce (éviter la formation de mousse susceptible d'entraîner des particules à l'interface

air-liquide). Un volume de 50 mL a été prélevé à l'aide d'une éprouvette graduée en verre borosilicate et transféré dans un bécher en verre de 250 mL préalablement rincé à l'eau ultra-pure. Le protocole de la digestion alcaline au KOH appliqué est mis en évidence dans le tableau suivant :

Tableau 2. Protocole de digestion alcaline au KOH -Étape 1-
Protocole adapté de Dehaut et al. (2016) et Löder et al. (2017)

Étape	Opération	Conditions opératoires détaillées	Objectif
1	Homogénéisation	Agitation douce au vortex (30 s, T° ambiante). Volume prélevé : 50 mL de lait dans un bécher en verre de 250 mL	Uniformiser la répartition des particules avant traitement
2	Préparation du réactif KOH	Dissolution de KOH (qualité analytique, ≥ 85 %) dans de l'eau ultra-pure pour obtenir une solution à 10 % (m/v)	Réactif alcalin saponifiant pour la destruction des lipides et protéines
3	Addition du KOH	Ajout de 50 mL de solution KOH 10 % dans l'échantillon. Mélange par agitation douce	Initier la saponification des triglycérides et la solubilisation des protéines
4	Incubation	Chauffage à 40°C pendant 24 heures, sous agitation magnétique (200 rpm). Bécher recouvert pour limiter l'évaporation	Digestion alcaline complète. T° limitée à 40°C pour préserver l'intégrité des polymères plastiques
5	Refroidissement	Retour à T° ambiante (20–25°C), 15 min	Stabiliser le milieu avant filtration

Au terme des 24 heures, le mélange présentait une teinte brunâtre à brun foncé, caractéristique de la présence de pigments Maillard et de résidus organiques oxydés. Une phase lipidique flottante était observable pour les échantillons à forte teneur en matière grasse (LI, LE, LCU, LSU).



Figure 1. Aspect visuel des échantillons de lait après digestion alcaline

Étape 2 — Digestion oxydante au peroxyde d'hydrogène (H_2O_2)

Après la digestion alcaline réalisée avec une solution de KOH à 10 %, une étape complémentaire d'oxydation a été effectuée afin d'éliminer les résidus organiques réfractaires au KOH : pigments, polysaccharides (lactose, galactose), lipides non saponifiables et matières colorantes encore présents dans les échantillons. Cette seconde digestion, oxydante, au peroxyde d'hydrogène (H_2O_2 à 30 % v/v) est appliquée pour éliminer ces interférences résiduelles et améliorer ainsi la qualité du spectre FTIR final (Tagg *et al.*, 2015 ; Munno *et al.*, 2018).

Tableau 3. Protocole de digestion oxydante au H₂O₂ -Étape 2-
Protocole adapté de Tagg et al. (2015) et Munno et al. (2018)

Étape	Opération	Conditions opératoires détaillées	Objectif
1	Addition du H₂O₂	30 mL en moyenne de H ₂ O ₂ à 30 % (v/v) (eau oxygénée) sont versés lentement dans l'échantillon sous hotte aspirante. Effervescence légère attendue (O ₂ dégagé) témoignant de l'oxydation de la matière organique	Première phase d'oxydation des composés réfractaires au KOH (polysaccharides, pigments)
2	Activation thermique	Si coloration résiduelle persistante : traitement thermique complémentaire à 40°C en utilisant l'agitateur chauffant, durée 2h à 2h30 en moyenne pour chaque échantillon. Seuil critique : ne pas dépasser 50°C pour préserver l'intégrité spectrale des polymères (notamment PS et PE basse densité)	Accélération de la dégradation oxydante. Limite thermique absolue : 50°C
3	Neutralisation et rinçage	Trois lavages successifs avec 10 mL d'eau ultrapure sous vide pour éliminer tout résidu de H ₂ O ₂ et produits d'oxydation	Ajustement du pH du rinçât à 7,0 ± 0,5. La neutralisation est impérative pour éviter la dégradation des membranes de filtration et préserver l'intégrité des groupements fonctionnels des polymères lors de l'analyse FTIR.
4	Séchage final	Séchage à l'air libre sous hotte, T° ambiante (25°C), minimum 2 heures. Le filtre doit être sec et sans trace d'humidité avant analyse	Obtenir un dépôt sec, homogène et analysable directement par FTIR-ATR
5	Dépôt sur cristal ATR	Dépôt direct du filtre sec sur le cristal diamant (face active en contact). Pression uniforme assurée par la vis de serrage de l'accessoire ATR	Assurer un contact intime entre résidu solide et cristal pour maximiser le signal



Figure 2. Aspect visuel des échantillons de lait après digestion oxydative.

5. Filtration et récupération des microplastiques

Après les étapes de digestion alcaline et d'oxydation, les échantillons ont été filtrés sous vide afin de récupérer les particules de microplastiques éventuellement présentes dans le lait. La filtration a été réalisée à l'aide d'un système de filtration en verre afin de limiter toute contamination plastique externe. Une membrane filtrante en fibre de verre ou en cellulose, de porosité adaptée, a été placée dans le dispositif de filtration.

Chaque échantillon digéré a été homogénéisé puis versé progressivement dans l'entonnoir de filtration sous vide. Le passage de la solution à travers la membrane permet de retenir les particules solides, notamment les microplastiques, à la surface du filtre.

Après filtration complète, la membrane a été récupérée à l'aide d'une pince métallique propre puis déposée dans une boîte de Pétri en verre préalablement nettoyée et recouverte afin d'éviter toute contamination atmosphérique. Les filtres ont ensuite été laissés à sécher à température ambiante avant l'analyse ATR-FTIR.

6. Spectroscopie Infrarouge à Transformée De Fourier en réflexion totale atténuée (FTIR-ATR)

• Analyse FTIR et acquisition des spectres

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une méthode qui permet de reconnaître la nature chimique d'un matériau en étudiant la manière dont il absorbe la lumière infrarouge. Chaque liaison chimique (par exemple C–H, C–O, C–Cl) vibre à une fréquence qui lui est propre et absorbe la lumière à des longueurs d'onde spécifiques. Le spectre obtenu constitue une véritable « empreinte digitale » de la substance analysée.

Dans cette étude, les filtres retenant les particules issues des laits ont été analysés à l'aide d'un spectromètre FTIR (Cary 630, Agilent Technologies) équipé d'un accessoire ATR (réflexion totale atténuée) muni d'un cristal de diamant. Cette technique a l'avantage de ne nécessiter aucune préparation supplémentaire : le filtre est simplement pressé contre le cristal, et le faisceau infrarouge interagit avec les premiers micromètres de l'échantillon.

Pour chaque filtre, trois zones différentes ont été analysées afin de prendre en compte une éventuelle répartition hétérogène des particules. Les conditions d'enregistrement étaient les suivantes :

- Gamme de nombres d'onde : 4000 à 374 cm^{-1} ;
- Résolution : 4 cm^{-1} ;
- Accumulation de 32 balayages pour améliorer la qualité du signal.

Les spectres bruts ont été automatiquement corrigés pour éliminer les interférences due à la vapeur d'eau et au dioxyde de carbone présents dans l'air ambiant. Une correction de ligne de base a également été appliquée.

Enfin, chaque spectre a été comparé à une base de données de référence contenant les signatures spectrales de plusieurs polymères (polyéthylène, polypropylène, polychlorure de vinyle, etc.). Un score de correspondance (hit quality) supérieur à 70 % a été considéré comme une identification positive du polymère.

7. Analyse des échantillons non digérés (témoins)

Des spectres FTIR-ATR directs ont également été enregistrés sur les échantillons de lait bruts (50 μl déposés sur cristal) comme référence comparative pour la soustraction spectrale (matrice digérée vs matrice native).

8. Identification des polymères plastiques par comparaison spectrale

L'identification des polymères repose sur la comparaison des bandes d'absorption mesurées avec les empreintes spectrales de référence des principaux polymères plastiques retrouvés dans les emballages alimentaires (Tableau 4). Une attribution est retenue lorsqu'au moins deux bandes caractéristiques d'un même polymère coïncident avec les pics détectés dans le spectre de l'échantillon, avec une tolérance de $\pm 15 \text{ cm}^{-1}$.

Tableau 4. Bandes FTIR-ATR de référence des polymères plastiques ciblés (Andreucetti et al. 2019).

Polymère	Symbole	Bandes diagnostiques (cm ⁻¹)	Liaison vibrationnelle clé	Usage emballage
Polyéthylène	PE	2919, 2851, 1472, 1462, 730, 720	Élongation CH ₂ asymétrique/symétrique, balancement CH ₂	Sachets, films, flacons
Polypropylène	PP	2953, 2920, 2868, 1456, 1376, 997, 974, 898, 841	Élongation CH ₃ , squelettale C-C	Bouchons, couvercles
Polystyrène	PS	3082, 3060, 1601, 1492, 1452, 757, 700–703	C-H aromatique, C=C aromatique	Pots, barquettes
Poly(éthylène téréphtalate)	PET	1720, 1409, 1340, 1242, 1094, 871, 725	C=O ester, C-O-C	Bouteilles, films
Polychlorure de vinyle	PVC	2969, 1427, 1332, 965, 845, 730, 617–619	C-Cl élongation (très diagnostique)	Tuyaux, joints
Polyamide	PA/Nylon	3302, 2934, 1637, 1539, 1263	N-H, Amide I, Amide II	Films barrières
PTFE	PTFE	1207, 1150, 637	C-F élongation	Joints, vannes

RÉSULTATS

INTERPRÉTATION DES SPECTRES FTIR-ATR

Cette section présente une analyse détaillée des spectres FTIR-ATR obtenus pour les différents échantillons de lait, en identifiant les bandes d'absorption caractéristiques et en les attribuant aux composants de la matrice ou aux microplastiques potentiellement présents. L'interprétation s'appuie sur les connaissances bibliographiques des signatures spectrales des polymères courants et des constituants du lait.

1. Bandes communes à tous les spectres : Signature de la matrice laitière

Avant l'identification des microplastiques, il est essentiel de reconnaître les bandes attribuables aux composants naturels du lait, qui constituent le "fond spectral" biologique commun à tous les échantillons. Ces bandes, listées ci-dessous, ne doivent pas être confondues avec des signatures plastiques :

- **3263–3308 cm^{-1}** : Élongation O-H — bande la plus intense du spectre, attribuable à l'eau libre et aux groupements hydroxyles (lactose, glycoprotéines). Présente dans tous les échantillons.
- **2921 + 2853 cm^{-1}** : Doublet CH_2 — élongations asymétrique et symétrique des chaînes d'acides gras des triglycérides du lait. Ce doublet est identique à la signature du PE/PP. La discrimination nécessite l'analyse des bandes secondaires.
- **1743 cm^{-1}** : Élongation C=O des esters (triglycérides) — marqueur des lipides laitiers ; utilisé comme référence interne.
- **1637–1650 cm^{-1}** : Amide I (C=O des liaisons peptidiques) — signature des protéines du lait (caséines, lactosérum).
- **1540–1547 cm^{-1}** : Amide II (N-H déformation) — signature protéique complémentaire.
- **1019–1078 cm^{-1}** : Élongation C-O-C — lactose et autres sucres. Très intense dans le Lait infantile enrichi en glucides.
- **548–550 cm^{-1}** : Phosphate minéral (P-O) — minéraux du lait (phosphate de calcium).

2. Identification des marqueurs plastiques

Des bandes spécifiques aux polymères ont été détectées dans plusieurs échantillons :

- Région **2800–3000 cm^{-1}** : présence de bandes à 2922 et 2853 cm^{-1} → **PE et PP**
- Région **1250–1500 cm^{-1}** : bande à 1377 cm^{-1} → **PP**
- Région **725–1725 cm^{-1}** : bande à 1340 signaux compatibles avec **PET**
- Région **600–700 cm^{-1}** : bandes à ~619 cm^{-1} → **PVC**
- Région **758 et 698 cm^{-1}** : **PS** + bandes aromatiques

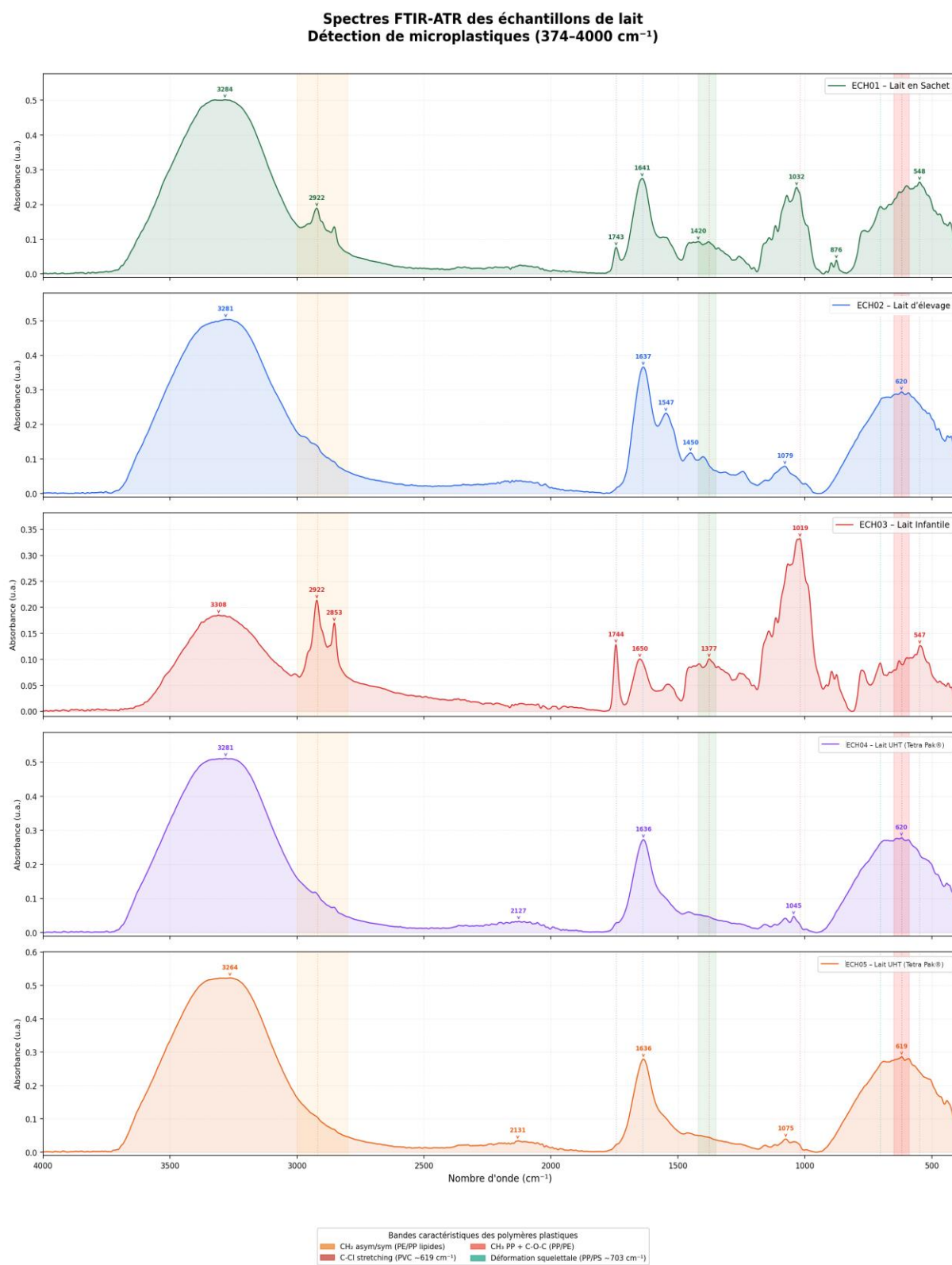


Figure 3 . Spectres FTIR-ATR complets des cinq échantillons de lait (374–4000 cm^{-1}). Légende : LS = lait reconstitué en sachet, LE = lait d'élevage (contrôle négatif), LI = lait infantile, LCU = lait UHT conditionné en brique Tetra Pak® (marque 1), LSU = lait UHT conditionné en brique Tetra Pak® (marque 2). Les zones ombrées indiquent les régions d'intérêt : orange (CH₂, 2800–3000 cm^{-1} , PE/PP) et rouge (C-Cl, 590–650 cm^{-1} , PVC). Les lignes pointillées verticales matérialisent les positions des bandes plastiques diagnostiques.

3. Analyse comparative par échantillon

❖ Echantillon 1 – LS : Lait reconstitué conditionné en sachet plastique

Ce lait est fabriqué par reconstitution de poudre de lait importée avec de l'eau, puis conditionné directement dans un sachet en polyéthylène (PE). Il est soumis à pasteurisation (72°C/15s) avant conditionnement. L'emballage PE représente la source principale de contamination potentielle.

Le spectre de LS présente un doublet à **2921,8 cm⁻¹** et **2853,1 cm⁻¹** dont l'intensité dépasse celle attendue pour les seuls lipides laitiers (proéminence : 0,056 u.a. vs ~0,020 attendu pour la matrice). Ce surplus d'intensité est attribué à la contribution du polyéthylène (PE), confirmé par les bandes secondaires à 730 cm⁻¹ (balancement CH₂, PE). La bande à **1379,5 cm⁻¹** (déformation CH₃ symétrique, PP) et celle à **896,5 cm⁻¹** (vibration squelettale PP) indiquent une co-contamination par du polypropylène, probablement d'origine industrielle (bouchon, scellage ou équipements de reconstitution). La bande à **701,8 cm⁻¹** est cohérente avec la déformation =C-H aromatique du polystyrène (PS).

❖ Echantillon 2 – LE : Lait d'élevage

Le spectre de LE (Figure 3, courbe 2) constitue la référence fondamentale de cette étude en tant qu'unique échantillon non soumis à un conditionnement industriel plastique. Il présente un profil spectral "propre" côté plastique, avec une bande amide I à 1637 cm⁻¹ et une amide II bien résolue à 1547 cm⁻¹, témoignant de l'intégrité structurale des protéines natives non dénaturées par un traitement thermique industriel. La bande O–H/N–H à 3281 cm⁻¹ est symétrique et étroite, caractéristique d'un lait frais non dégradé.

Ce lait cru, collecté directement auprès d'un éleveur, n'est soumis à aucun traitement industriel et n'est pas conditionné dans un emballage plastique commercial. Son inclusion dans l'étude est déterminante : toute contamination détectée ne peut être attribuée à un emballage industriel, mais doit être recherchée dans l'environnement de l'exploitation (plastiques agricoles, abreuvoirs, équipements de traite), dans l'alimentation de l'animal, ou dans la chaîne de collecte/transport.

Le spectre de lait d'élevage présente une bande hautement caractéristique à **619,6 cm⁻¹** (proéminence = 0,294 u.a.), soit la troisième bande la plus intense du spectre. Cette fréquence est

diagnostique de l'élongation C-Cl du **polychlorure de vinyle (PVC)**. Les bandes secondaires à **1244,2 cm⁻¹** et **1401,4 cm⁻¹** renforcent cette attribution. L'absence de bande intense dans la région 2800–3000 cm⁻¹ (au-delà du fond lipidique) exclut une contamination PE/PP significative.

Cette détection de PVC sur le contrôle négatif est d'une importance méthodologique majeure. Elle démontre que la bande à ~619–620 cm⁻¹ n'est pas spécifique d'une contamination par l'emballage, mais peut refléter : (i) une contamination environnementale de l'air de la salle de traite (poussières, fibres atmosphériques) ; (ii) la présence de sels minéraux du lait (chlorures, phosphates) dont les vibrations réseau basse fréquence coïncident avec cette région ; (iii) un artefact instrumental systématique (réponse du détecteur MCT ou harmonique de la source).

La bande à 620 cm⁻¹, partagée avec les échantillons conditionnés, est réinterprétée comme non spécifique du PVC. Ce résultat souligne l'impérieuse nécessité d'inclure des contrôles négatifs matriciels dans toute analyse de MPs. Cette observation invalide l'attribution PVC pour les échantillons commerciaux LCU et LSU, sauf si une intensité nettement supérieure ou des bandes satellites étaient observées (ce qui n'est pas le cas).

❖ **Echantillon 3 – LI : Lait infantile**

Ce lait infantile en poudre, conditionné dans une boîte métallique avec couvercle plastique, est destiné aux nourrissons. Il nécessite une reconstitution avec de l'eau à une température précise (généralement 50–70°C selon les recommandations OMS). Les sources potentielles de contamination incluent : le revêtement intérieur de la boîte métallique (résine époxy ou laque plastique), le couvercle plastique, la poudre elle-même, et les ustensiles utilisés lors de la préparation.

Le spectre de LI est le plus riche en signatures plastiques de l'ensemble de l'étude. Le doublet CH₂ à **2921,8 + 2853,1 cm⁻¹** présente l'intensité la plus élevée (proéminence 0,214), bien au-delà du fond lipidique attendu pour ce type de produit. La bande à **1019,0 cm⁻¹** est la plus intense du spectre (proéminence = 0,332), pouvant résulter d'une co-contribution du lactose enrichi et des élongations C-O-C du PP. Les bandes à **1377,3 cm⁻¹** (CH₃ PP), **894,4 cm⁻¹** (squelettale PP) et **703,2 cm⁻¹** (PS aromatique) complètent un profil de contamination tripolymère (PP + PE + traces PS).

La netteté et l'intensité de ces bandes spécifiques au PE dans l'échantillon du lait infantile, comparées aux autres échantillons, suggèrent une contamination plus prononcée ou une meilleure accessibilité des particules de polyéthylène pour l'analyse FTIR-ATR.

❖ **Echantillon 4 (LCU) et Echantillon 5 (LSU) — Laits UHT entiers en Tetra Pak®**

Les échantillons LCU et LSU représentent deux marques commerciales distinctes de lait UHT entier conditionné en brique Tetra Pak®, produits les plus consommés en Algérie. Ce conditionnement est composé de six couches superposées : deux couches de polyéthylène (PE), deux couches de papier carton, une couche d'aluminium (barrière à l'oxygène et à la lumière) et une couche de PE intérieure au contact direct du lait. Le traitement UHT (135–140°C, 4–5 s) est suivi d'un conditionnement aseptique.

Les deux spectres (figure 3) présentent un profil très similaire, avec une bande caractéristique à **619,6 cm⁻¹** (LCU, proéminence = 0,278) et **618,9 cm⁻¹** (LSU, proéminence = 0,286), tous deux attribuables à la signature C-Cl du **PVC**. Des bandes secondaires à 1044–1077 cm⁻¹ et 1157–1158 cm⁻¹ sont cohérentes avec des élongations C-O-C (PE/PVC) et C-F (PTFE, traces). La grande similarité inter-échantillons de ces deux profils spectraux est particulièrement instructive : elle suggère une source de contamination commune aux deux marques, vraisemblablement liée aux équipements des lignes de conditionnement UHT (vannes, joints, tuyaux) plutôt qu'à la composition spécifique de l'emballage.

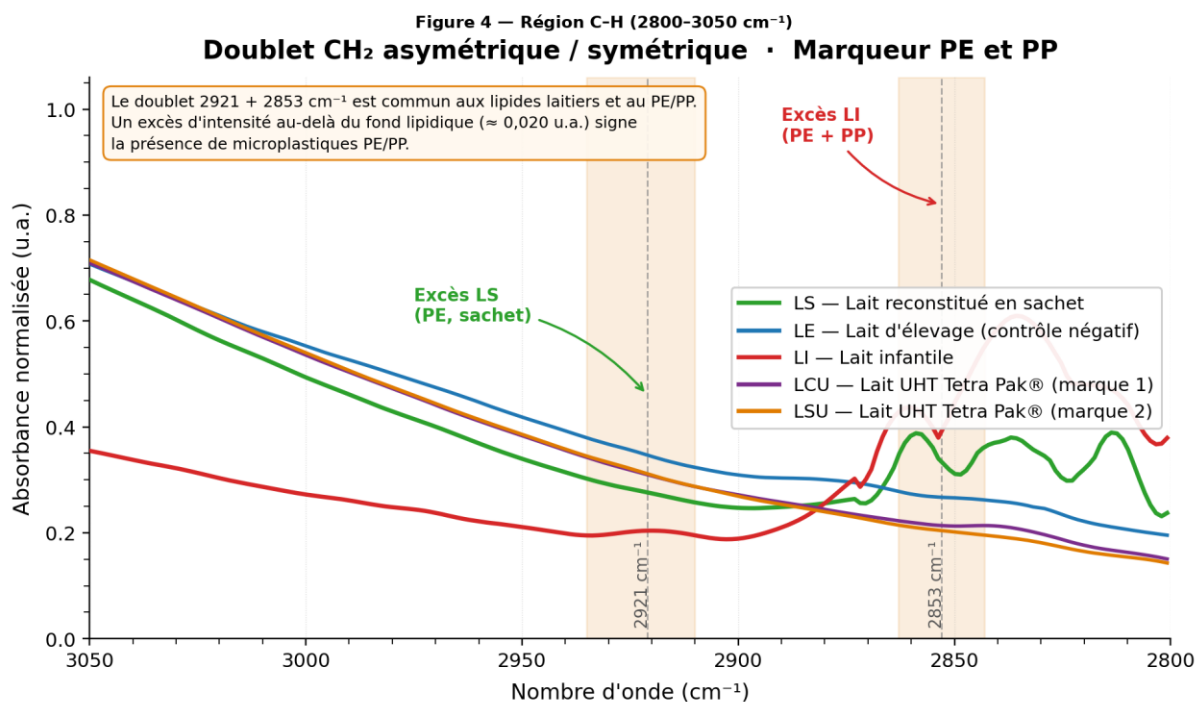


Figure 4. Agrandissement de la région C–H (2800–3050 cm^{-1}). Doublet CH_2 asymétrique/symétrique (2921 et 2853 cm^{-1}), marqueur PE et PP. L'excès d'intensité observé dans LS (lait en sachet) et LI (lait infantile) au-delà du fond lipidique de la matrice laitière ($\approx 0,020$ u.a.) témoigne d'une contamination par des microplastiques PE/PP.

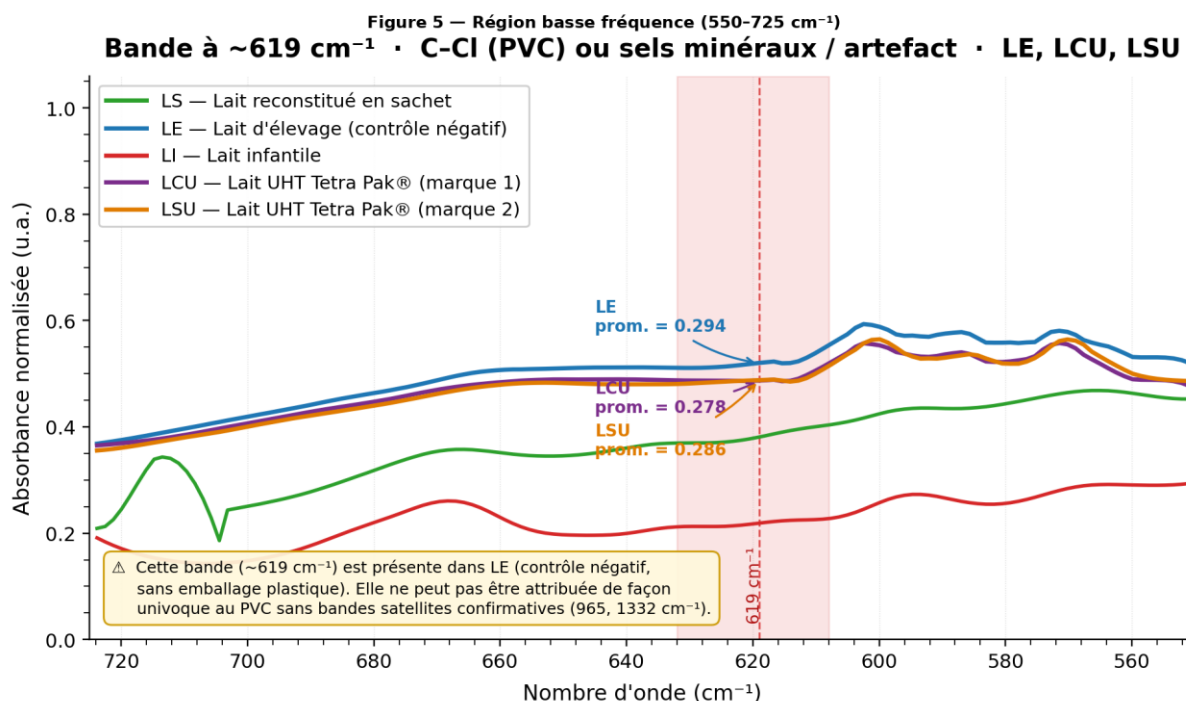


Figure 5. Agrandissement de la région basse fréquence (550–725 cm^{-1}). Bande à ~ 619 cm^{-1} dominante dans LE, LCU et LSU. Cette bande, présente dans le contrôle négatif (LE, sans emballage plastique), ne peut être attribuée de façon univoque au PVC ; elle pourrait refléter des sels minéraux de la matrice ou un artefact instrumental. Les valeurs de proéminence sont indiquées pour LE (0,294), LCU (0,278) et

LSU (0,286).

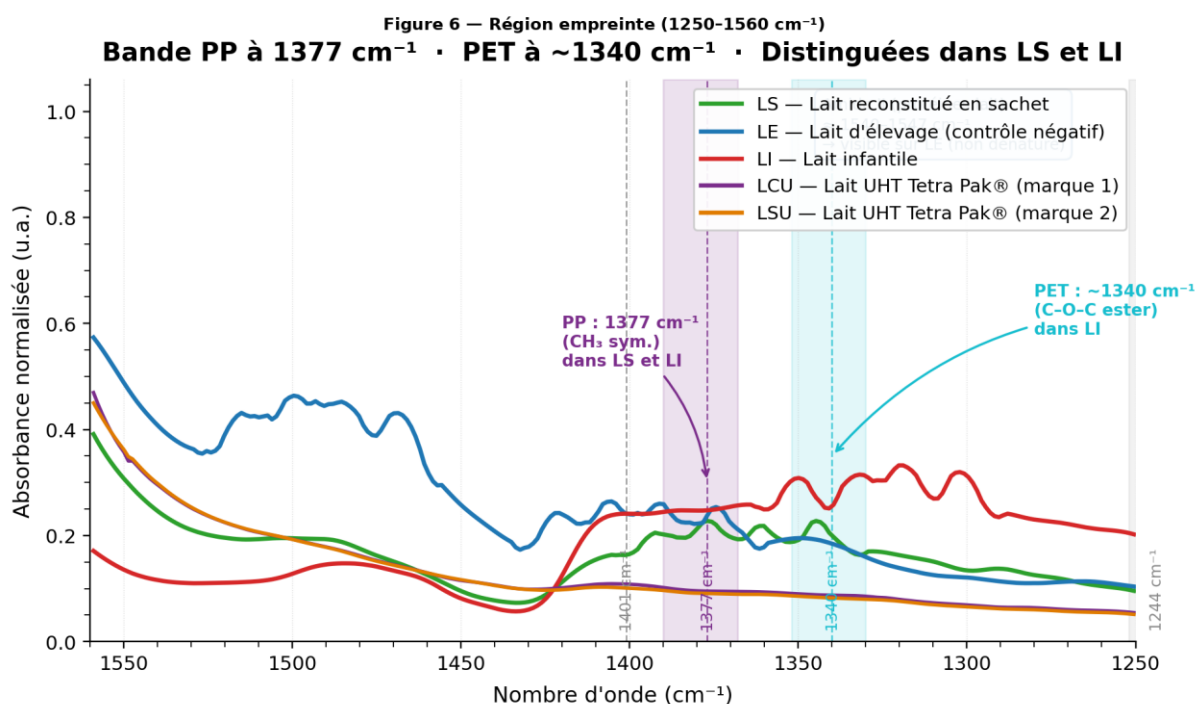


Figure 6. Agrandissement de la région empreinte (1250–1560 cm^{-1}). La bande à 1377 cm^{-1} (déformation CH_3 symétrique) constitue le marqueur diagnostique du PP, distingué dans LS et LI. La bande à ~1340 cm^{-1} est compatible avec le PET dans LI. Les bandes à 1244 et 1401 cm^{-1} observées dans LE (contrôle négatif) sont interprétées comme des bandes satellites non spécifiques.

Discussion

La contamination des aliments par les microplastiques (MPs) constitue une problématique émergente de sécurité sanitaire qui suscite une attention croissante de la part de la communauté scientifique et des autorités réglementaires. Le lait, aliment de première nécessité et particulièrement consommé par les nourrissons et les enfants, représente une matrice d'intérêt majeur en raison de sa forte exposition aux matériaux plastiques tout au long de la chaîne de production, de transformation et de conditionnement. Dans ce contexte, la présente étude a été conduite dans le but de détecter et d'identifier les microplastiques présents dans cinq types de lait commercialisés ou produits localement — lait en sachet (LS), lait d'élevage (LE), lait infantile (LI) et deux laits UHT commerciaux (LCU et LSU) — par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), technique de référence pour la caractérisation polymérique des MPs. Les résultats obtenus sont discutés ci-après en relation avec les données de la littérature scientifique récente.

1. Lait reconstitué conditionné en sachet plastique (LS)

L'analyse de l'échantillon LS (lait reconstitué conditionné en sachet plastique) a mis en évidence la présence de plusieurs signatures spectrales caractéristiques de microplastiques. Le spectre obtenu présente un doublet à $2\,921,8\text{ cm}^{-1}$ et $2\,853,1\text{ cm}^{-1}$ dont les intensités dépassent celles attendues pour la seule matrice laitière, indiquant une contribution probable du polyéthylène (**PE**), confirmée par la présence de la bande caractéristique à 730 cm^{-1} . Par ailleurs, les bandes à $1\,379,5\text{ cm}^{-1}$ et $896,5\text{ cm}^{-1}$ suggèrent une co-contamination par le polypropylène (**PP**), pouvant provenir des matériaux de conditionnement ou des équipements de transformation. Enfin, la bande à $701,8\text{ cm}^{-1}$ a été attribuée au polystyrène (**PS**), révélant ainsi une contamination plastique multiple pour cet échantillon.

Nos résultats, qui montrent une prédominance du **PE** accompagnée d'une présence concomitante de **PP** et de **PS**, sont en accord partiel avec les données rapportées par *Adjama et Dave (2025)*, qui ont identifié plusieurs types de polymères dans des laits conditionnés, notamment le LDPE, le PET, le PP, le PU, le Nylon et l'EVA. Dans leur étude, le LDPE représentait l'un des polymères les plus fréquemment détectés, ce qui concorde avec nos observations concernant la forte présence du PE. Cette similitude s'explique aisément par la nature des matériaux d'emballage utilisés pour le lait en sachet, généralement fabriqués à partir de polyéthylène basse densité (LDPE), dont la flexibilité et la large utilisation dans l'emballage

alimentaire favorisent le relargage de microparticules dans le produit. La présence de PP dans nos échantillons est également cohérente avec les résultats de la même étude, ce polymère étant largement utilisé dans les équipements de transformation, les bouchons et les dispositifs de fermeture en contact avec les aliments. En revanche, la détection notable du PS dans nos échantillons constitue une différence par rapport aux polymères principaux rapportés par ces auteurs, différence qui pourrait s'expliquer par la diversité des conditions de production, des matériaux d'emballage et des sources environnementales de contamination propres à chaque contexte de production.

Dans la mesure où le lait en sachet est issu d'une poudre de lait reconstituée par ajout d'eau, il est pertinent de rapprocher ces résultats de ceux obtenus sur des poudres de lait. L'étude de *Visentin et al. (2024)*, réalisée sur des poudres de lait écrémé, a détecté des microplastiques dans l'ensemble des échantillons analysés, composés principalement de PP, PE, PS et PET, de diverses couleurs et tailles, suggérant une contamination liée aux emballages et aux étapes de transformation industrielle. La concordance entre ces données et nos propres résultats — dominés par le PE, suivi du PP et du PS — renforce l'hypothèse d'une contamination liée aux matériaux plastiques intervenant lors du conditionnement et/ou de la reconstitution des poudres de lait.

2. Lait d'élevage (LE) - contrôle négatif-

L'échantillon LE, utilisé comme contrôle négatif en raison de l'absence de conditionnement dans un emballage plastique industriel, a présenté un profil spectral globalement propre, caractéristique d'un lait frais non transformé. La qualité structurale de la matrice protéique est confirmée par les bandes amide I ($1\,637\text{ cm}^{-1}$) et amide II ($1\,547\text{ cm}^{-1}$), ainsi que par la bande O-H/N-H à $3\,281\text{ cm}^{-1}$, qui témoignent de l'intégrité des protéines natives non dénaturées. L'absence de bandes caractéristiques dans la région $2\,800\text{--}3\,000\text{ cm}^{-1}$ exclut toute contamination significative par le PE ou le PP.

Cependant, une bande intense observée à $619,6\text{ cm}^{-1}$, initialement susceptible d'être attribuée au PVC, a également été détectée dans cet échantillon non emballé. Cette observation est méthodologiquement déterminante : la présence de cette bande dans un contrôle négatif dépourvu d'emballage plastique industriel indique qu'elle ne peut pas être interprétée comme le marqueur spécifique d'une contamination exogène par des MPs d'origine plastique. Elle pourrait être attribuée à une contamination environnementale (poussières de la salle de traite, équipements agricoles), à des sels minéraux naturellement présents dans le lait, ou encore à un artefact

instrumental. Ce résultat impose donc la plus grande prudence dans l'interprétation de cette bande dans les autres échantillons : la présence supposée de PVC dans les échantillons commerciaux ne peut être confirmée sur la seule base de l'absorption autour de 620 cm^{-1} , et doit être considérée avec réserve en l'absence de critères spectraux supplémentaires.

Sur le plan de la contamination de fond, les résultats obtenus pour cet échantillon LE s'inscrivent dans la continuité des études menées sur le lait cru à l'échelle internationale. Da Costa Filho *et al.* (2021), en Suisse, ont rapporté des concentrations de MPs comprises entre 2040 et 6250 MP/kg dans du lait cru, avec le PE comme polymère dominant, soulignant que la contamination peut survenir avant même le conditionnement industriel. En Turquie, Rbaibi Zipak *et al.* (2024) ont détecté des MPs dans environ 90 % des 588 échantillons de lait cru analysés (84–128 MP/kg), les fibres représentant la forme morphologique dominante (52 %) et le copolymère éthylène-propylène (EPC) le polymère le plus fréquent, avec une contamination attribuée aux équipements agricoles et aux systèmes de traite. Banica *et al.* (2024), en Roumanie, ont quant à eux mesuré des concentrations de 7 à 23 MP/kg dans des échantillons de lait cru, soulignant l'influence des méthodes analytiques, des conditions environnementales et des pratiques agricoles sur les niveaux de contamination observés. L'ensemble de ces données converge pour démontrer que la contamination du lait par les MPs peut se produire dès les premières étapes de la chaîne de production, indépendamment de tout conditionnement plastique.

3. Lait infantile (LI)

L'échantillon LI a présenté le profil spectral le plus riche en signatures polymériques parmi l'ensemble des échantillons analysés. Les bandes caractéristiques observées, notamment dans les régions des liaisons C–H ($2\,800\text{--}3\,000\text{ cm}^{-1}$) et C–O–C ($1\,000\text{--}1\,200\text{ cm}^{-1}$), indiquent la contribution de plusieurs types de polymères, principalement le **PE** et le **PP**, avec des traces potentielles de **PS**. La forte intensité de certaines bandes et la complexité du spectre obtenu suggèrent une interaction plus marquée entre les microparticules polymériques et la matrice du produit, probablement en lien avec la composition riche en lipides et en protéines du lait infantile et/ou avec la multiplicité des matériaux plastiques intervenant lors de sa fabrication et de son conditionnement.

Ces résultats sont en accord avec les données publiées par Zhang *et al.* (2023), qui ont analysé des laits infantiles en poudre commercialisés en Chine et identifié plusieurs polymères microplastiques, dominés par le PE, suivi du PET, du PP, du PS et du PVC. La concordance entre la prédominance du PE dans cette étude et nos propres observations renforce l'hypothèse selon

laquelle ce polymère constitue l'un des principaux marqueurs de contamination microplastique des produits laitiers infantiles. Cette prédominance est cohérente avec l'utilisation massive du PE dans les films protecteurs, les emballages multicouches et les équipements de dosage et de remplissage employés dans l'industrie des laits infantiles. Le profil polymérique plus complexe de cet échantillon par rapport aux autres laits analysés pourrait également refléter la multiplicité des étapes de fabrication (mélange, séchage par atomisation, reconstitution) et la diversité des matériaux en contact avec le produit tout au long de la chaîne de production.

Au regard de la vulnérabilité particulière de la population à laquelle ce produit est destiné : les nourrissons, dont les systèmes immunitaire, digestif et neurologique sont en cours de maturation ; la détection de microplastiques dans le lait infantile est une observation d'une portée sanitaire considérable, qui justifie une attention réglementaire renforcée.

4. Laits UHT (LCU et LSU)

Les deux échantillons de lait UHT analysés, LCU et LSU, présentent des profils spectraux très similaires, témoignant d'une réponse homogène entre les deux marques commerciales étudiées. Les deux spectres révèlent la présence d'une bande intense autour de 619 cm^{-1} , accompagnée de bandes secondaires dans les régions $1044\text{--}1077\text{ cm}^{-1}$ et $1157\text{--}1158\text{ cm}^{-1}$. Comme discuté précédemment dans l'analyse du contrôle négatif (LE), la bande à 619 cm^{-1} ne peut être interprétée de façon univoque comme le marqueur d'une contamination par le PVC. Néanmoins, sa présence à une intensité plus prononcée dans les deux laits UHT par rapport au lait d'élevage, combinée aux bandes dans la région $1040\text{--}1160\text{ cm}^{-1}$, pourrait indiquer une contribution de polymères halogénés ou d'esters dans ces échantillons conditionnés, liée aux matériaux de transformation ou aux emballages Tetra Pak.

Par ailleurs, la forte similarité spectrale entre LCU et LSU suggère une source commune de contamination, indépendante de la marque commerciale, et probablement liée à des facteurs partagés dans la chaîne de production et de transformation des laits UHT : tels que les lignes d'homogénéisation, les échangeurs thermiques et les circuits de remplissage aseptique. La détection de PTFE (polytétrafluoroéthylène) dans ces échantillons mérite une attention particulière : ce polymère fluoré est couramment utilisé pour le revêtement des joints, des membranes de filtration et des conduites intervenant dans les installations de traitement thermique à haute température (traitement UHT à $135\text{--}150\text{ °C}$). L'usure mécanique de ces revêtements sous l'effet combiné de la chaleur et des pressions élevées constitue une source plausible de microparticules de PTFE susceptibles de contaminer le produit fini.

Ces observations s'inscrivent dans un contexte où plusieurs études ont documenté des profils polymériques variés dans les laits UHT. Basaran *et al.* (2022) ont rapporté une contamination moyenne de 6 ± 5 MP/kg dans des laits UHT, dominée par des fibres et des fragments dont les polymères incluaient le PEVA, le PA, le PET et le PP. Kutralam-Muniasamy *et al.* (2021) et Diaz-Basantes *et al.* (2020) ont identifié, dans d'autres laits commerciaux, des polymères tels que le PES, le PSU, le PEHD et le PEBD, soulignant la grande diversité des profils de contamination selon les contextes de production. La présence du PTFE dans nos échantillons constitue donc un résultat original par rapport à la littérature disponible, et pourrait indiquer une spécificité liée aux procédés de traitement UHT et aux matériaux d'équipements utilisés dans les unités de production étudiées.

5. Implications sanitaires de l'exposition aux microplastiques via le lait

Au-delà de la détection analytique, l'identification de microplastiques dans plusieurs types de lait soulève la question des effets potentiels sur la santé humaine, en particulier pour les populations à risque telles que les nourrissons et les jeunes enfants. La littérature scientifique récente s'est principalement focalisée sur les effets cardiovasculaires, digestifs, endocriniens et immunotoxiques de ces particules.

Sur le plan cardiovasculaire, l'exposition aux MPs par ingestion ou inhalation peut conduire à leur translocation au niveau intestinal et à leur passage dans la circulation sanguine, permettant leur distribution dans divers tissus. Plusieurs travaux ont montré que les MPs induisent une réponse inflammatoire systémique via l'activation des macrophages et la surproduction de cytokines pro-inflammatoires, phénomène pouvant contribuer au dysfonctionnement endothélial et, à terme, à des pathologies athéroscléreuses (Li *et al.*, 2023 ; Jin *et al.*, 2022 ; Wang *et al.*, 2021). Simultanément, les MPs génèrent un stress oxydatif par production excessive d'espèces réactives de l'oxygène (ROS) au niveau des cellules vasculaires, susceptible d'altérer la biodisponibilité de l'oxyde nitrique (NO), molécule clé de la vasodilatation et de l'homéostasie vasculaire, et de favoriser ainsi le développement de l'hypertension artérielle (Chen *et al.*, 2022 ; Hu *et al.*, 2021).

L'endothélium vasculaire apparaît comme une cible particulièrement sensible. Des études expérimentales ont démontré que les MPs peuvent interagir directement avec les cellules endothéliales, induire une cytotoxicité et perturber l'équilibre vasculaire, constituant des événements précoces dans la pathogenèse de l'athérosclérose et de la thrombose (Liu *et al.*, 2022 ; Xu *et al.*, 2021). Des données récentes suggèrent par ailleurs une activité procoagulante des

MPs, favorisant l'agrégation plaquettaire et l'activation de la cascade de coagulation. Wu *et al.* (2024) ont notamment rapporté les premières observations visuelles et analyses Raman de microplastiques dans des thrombus humains, renforçant l'importance d'une réévaluation des risques thrombotiques associés à ces particules. Enfin, des perturbations du métabolisme lipidique induites par les MPs, avec accumulation de plaques athéroscléreuses, ont également été documentées dans des modèles expérimentaux (Guo *et al.*, 2023 ; Sun *et al.*, 2022).

Ces données toxicologiques confèrent une dimension sanitaire particulièrement préoccupante aux résultats de la présente étude, compte tenu du fait que le lait, notamment le lait infantile, est consommé de manière régulière et en quantités importantes par les populations les plus vulnérables aux effets chroniques de l'exposition aux MPs.

Conclusion

Les microplastiques constituent aujourd'hui un enjeu émergent de sécurité alimentaire en raison de leur présence croissante dans les denrées de consommation courante. Dans ce contexte, la présente étude a permis d'explorer la contamination microplastique de différents types de lait commercialisés et produits localement à travers l'utilisation de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

Les résultats obtenus confirment la présence de microplastiques dans la majorité des échantillons analysés, avec des profils polymériques variables selon la nature du produit et son mode de conditionnement. Le polyéthylène (PE) apparaît comme le polymère prédominant dans les laits conditionnés, tandis que la détection de PTFE dans les laits UHT suggère une contribution potentielle des équipements et procédés de traitement thermique. Par ailleurs, l'analyse du lait d'élevage, utilisé comme contrôle négatif, a mis en évidence la nécessité d'interpréter avec prudence certaines signatures spectrales, celles-ci pouvant provenir de la matrice elle-même ou de sources de contamination autres que les emballages plastiques.

L'ensemble de ces observations met en évidence le rôle potentiel des matériaux d'emballage, des équipements industriels et des différentes étapes de transformation dans l'introduction des microplastiques au sein de la chaîne laitière. Ces résultats soulignent également l'importance de développer des méthodes analytiques harmonisées et des protocoles standardisés permettant une évaluation plus fiable de la contamination microplastique dans les matrices alimentaires.

Enfin, bien que les conséquences sanitaires liées à l'exposition chronique aux microplastiques demeurent encore insuffisamment élucidées, leur présence dans un aliment de consommation quotidienne tel que le lait justifie la poursuite des recherches dans ce domaine. Une meilleure compréhension des sources de contamination ainsi que la mise en place de stratégies de prévention adaptées contribueront à réduire l'exposition des consommateurs et à renforcer la sécurité sanitaire des produits laitiers.

Références bibliographiques

- Abbas, G., Ahmed, U., & Ahmad, M. A. (2025). Impact of microplastics on human health: Risks, diseases, and affected body systems. *Microplastics*, 4(2), Article 23.
- Adjama, I., & Dave, H. (2026). Microplastics detection from packaged milk: Estimation, diagnosis of probable sources, evaluation of dietary exposure, pollution load, and risk assessment. *Food and Chemical Toxicology*, 207, 115833.
- Aguilera, J. M. (2006). Seligman Lecture 2005: Food product engineering: Building the right structures. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86(8), 1147–1155.
- Amiot, J., Fournier, S., Lebeuf, Y., Paquin, P., & Simpson, R. (2002). Composition, propriétés physicochimiques, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyse du lait. In *Science et technologie du lait* (pp. 1–74). Presses internationales Polytechnique.
- Andrady, A. L. (2011). Microplastics in the marine environment. *Marine Pollution Bulletin*, 62(8), 1596–1605.
- Arthur, C., Baker, J., & Bamford, H. (Eds.). (2009). *Proceedings of the International Research Workshop on the Occurrence, Effects, and Fate of Microplastic Marine Debris*. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-30.
- Au, S. Y., Bruce, T. F., Bridges, W. C., & Klaine, S. J. (2015). Responses of *Hyalella azteca* to acute and chronic microplastic exposures. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 34(11), 2564–2572.
- Barboza, L. G. A., Dick Vethaak, A., Lavorante, B. R. B. O., Lundebye, A.-K., & Guilhermino, L. (2018). Marine microplastic debris: An emerging issue for food security, food safety and human health. *Marine Pollution Bulletin*, 133, 336–348.
- Boucher, J., & Friot, D. (2017). *Primary Microplastics in the Oceans: A Global Evaluation of Sources*. IUCN.
- Boudad, D., Jrhirid, S., This, M., & Ait Lahcen, L. (2025). Les modalités de mise en œuvre du plan d'action pour la sécurité alimentaire chez un distributeur de denrées alimentaires : une approche ISO 22000 : 2018. *Journal of Economics, Finance and Management (JEFM)*, 4(2), 431–442.
- Brandt, J., Fischer, F., Kanaki, E., Becker, R., Lorenz, C., & Gräber, I. (2021). Assessment of analytical methods for the detection and quantification of microplastics in food matrices. *Food Chemistry: X*, 10, 100133.

- Chaib, I. (2025). La contamination des produits alimentaires par les microplastiques [Thèse de doctorat, Université du Littoral Côte d'Opale]. HAL Open Science.
- Campanale, C., Massarelli, C., Savino, I., Locaputo, V., & Uricchio, V. F. (2020). A detailed review study on potential effects of microplastics and additives of concern on human health. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(4), 1212.
- Codex Alimentarius. (1999). Codex Standard for Milk and Milk Products (CODEX STAN 206-1999). FAO/OMS.
- Coppock, R. L., Cole, M., Sherrod, P. K., Cole, M., & Galloway, T. S. (2017). A small-scale, portable method for extracting microplastics from marine sediments. *Environmental Pollution*, 230, 829–837.
- Cowger, W., Steinmetz, Z., Gray, A., Munno, K., Lynch, J., Hapich, H., Primpke, S., De Frond, H., Rochman, C., & Herodotou, O. (2021). Microplastic spectral classification needs an open source community: Open specy to the rescue! *Analytical Chemistry*, 93(21), 7543–7548.
- Cox, K. D., Covernton, G. A., Davies, H. L., Dower, J. F., Juanes, F., & Dudas, S. E. (2019). Human consumption of microplastics. *Environmental Science & Technology*, 53(12), 7068–7074.
- Dalgleish, D. G., & Corredig, M. (2012). The structure of the casein micelle of milk and its changes during processing. *Annual Review of Food Science and Technology*, 3, 449–467.
- De Frond, H., Thornton Hampton, L., Kotar, S., Gesulga, K., Matuch, C., Lao, W., Mudie, S. T., Ho, K. T., Burgess, R. M., & Rochman, C. (2022). Monitoring microplastics in drinking water: An interlaboratory study to inform effective methods for quantifying and characterizing microplastics. *Chemosphere*, 298, 134282.
- Deng, Y., Zhang, Y., Lemos, B., & Ren, H. (2020). Tissue accumulation of microplastics in mice and biomarker responses after inhalation exposure to polystyrene particles. *Chemosphere*, 256, 127000.
- Donald, A. M. (2004). *Understanding starch structure and functionality*. Woodhead Publishing.
- Dris, R., Gasperi, J., Saad, M., Mirande, C., & Tassin, B. (2017). Synthetic fibers in atmospheric fallout: A source neglected in microplastic pollution. *Science of the Total Environment*, 582, 296–303.

- Duan, K., Pang, G., Duan, Y., Onyeaka, H., & Krebs, J. (2025). Current research development on food contaminants, future risks, regulatory regime and detection technologies: A systematic literature review. *Journal of Environmental Management*, 381, 125246.
- Duemichen, E., Eisentraut, P., Celina, M., & Braun, U. (2019). Automated thermal extraction-desorption gas chromatography mass spectrometry: A multifunctional tool for comprehensive characterization of polymers and their degradation products. *Journal of Chromatography A*, 1592, 133–142.
- EFSA Panel on Contaminants in the Food Chain. (2016). Presence of microplastics and nanoplastics in food, with particular focus on seafood. *EFSA Journal*, 14(6), e04501.
- EFSA. (2019). Salmonella in livestock: Guidance on setting targets for the reduction. *EFSA Journal*, 17(3), e05666.
- EFSA. (2020). Risk assessment of aflatoxins in food. *EFSA Journal*, 18(3), e06040.
- EFSA. (2021). Chemical contaminants. Annual report on pesticide residues. *EFSA Journal*.
- EFSA. (2023). Re-evaluation of the risks to public health related to the presence of bisphenol A (BPA) in foodstuffs. *EFSA Journal*, 21(4), e06857.
- FAO. (2013). Milk and dairy products in human nutrition. Food and Agriculture Organization of the United Nations.
- FAO/OMS. (2011). Codex Alimentarius: Milk and Milk Products (2nd ed.). FAO/OMS.
- FAO/WHO Codex Alimentarius. (2022). General Standard for Contaminants and Toxins in Food and Feed (CODEX STAN 193-1995, Rev. 2022). FAO/OMS.
- Fardet, A., & Rock, E. (2020). Ultra-processed foods and food system sustainability: What are the links? *Sustainability*, 12(15), 6280.
- Fischer, M., & Scholz-Böttcher, B. M. (2017). Simultaneous trace identification and quantification of common types of microplastics in environmental samples by pyrolysis-gas chromatography–mass spectrometry. *Environmental Science & Technology*, 51(9), 5052–5060.
- Fox, P. F., Uniacke-Lowe, T., McSweeney, P. L. H., & O'Mahony, J. A. (2015). *Dairy Chemistry and Biochemistry* (2nd ed.). Springer.
- Gemrcn. (2009). Recommandations du groupe d'étude des marchés de restauration collective et de nutrition. Ministère de l'Économie.

- Guart, A., Bono-Blay, F., Borrell, A., & Lacorte, S. (2011). Migration of plasticizers phthalates, bisphenol A and alkylphenols from plastic containers and evaluation of risk. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 28(5), 676–685.
- Guiraud, J. P. (1998). *Microbiologie alimentaire*. Dunod.
- Guo, X., & Wang, J. (2019). The chemical behaviors of microplastics in marine environment: A review. *Marine Pollution Bulletin*, 142, 1–14.
- Gürmeriç, H. E., & Basaran, B. (2025). Microplastics in dairy products: Occurrence, characterization, contamination sources, detection methods, and future challenges. *Applied Sciences*, 15(17), 9411.
- Hahladakis, J. N., Velis, C. A., Weber, R., Iacovidou, E., & Purnell, P. (2018). An overview of chemical additives present in plastics: Migration, release, fate and environmental impact during their use and after their end-of-life. *Journal of Hazardous Materials*, 344, 179–199.
- Hartmann, N. B., Hüffer, T., Thompson, R. C., Hassellöv, M., Verschoor, A., Daugaard, A. E., Rist, S., Karlsson, T., Brennholt, N., Cole, M., Herrling, M. P., Hess, M. C., Ivleva, N. P., Lusher, A. L., & Wagner, M. (2019). Are we speaking the same language? Recommendations for a definition and categorization framework for plastic debris. *Environmental Science & Technology*, 53(3), 1039–1047.
- Hernandez, L. M., Xu, E. G., Larsson, H. C. E., Tahara, R., Maisuria, V. B., & Tufenkji, N. (2019). Plastic teabags release billions of microparticles and nanoparticles into tea. *Environmental Science & Technology*, 53(21), 12300–12310.
- Hicks, A. L., Gilmore, E. A., & Gilmore, E. A. (2019). Physical and chemical properties of microplastics. In *Microplastics in Water and Wastewater* (pp. 1–22). IWA Publishing.
- Hidalgo-Ruz, V., Gutow, L., Thompson, R. C., & Thiel, M. (2012). Microplastics in the marine environment: A review of the methods used for identification and quantification. *Environmental Science & Technology*, 46(6), 3060–3075.
- Holt, C., Carver, J. A., Ecroyd, H., & Thorn, D. C. (2013). Invited review: Caseins and the casein micelle: Their biological functions, structures, and behavior in foods. *Journal of Dairy Science*, 96(10), 6127–6146.
- Hurley, R. R., Lusher, A. L., Olsen, M., & Nizzetto, L. (2018). Validation of a method for extracting microplastics from complex, organic-rich, environmental matrices. *Environmental Science & Technology*, 52(13), 7409–7417.

- Hwang, J., Choi, D., Han, S., Choi, J., & Hong, J. (2019). An assessment of the toxicity of polypropylene microplastics in human derived cells. *Science of the Total Environment*, 684, 657–669.
- Jeantet, R., Croguennec, T., Mahaut, M., Schuck, P., & Brulé, G. (2008). *Les produits laitiers* (2e éd.). Tec & Doc Lavoisier.
- Jenner, L. C., Rotchell, J. M., Bennett, R. T., Cowen, M., Tentzeris, V., & Sadofsky, L. R. (2021). Detection of microplastics in human lung tissue using μ FTIR spectroscopy. *Science of the Total Environment*, 779, 146441.
- Jin, Y., Lu, L., Tu, W., Luo, T., & Fu, Z. (2019). Impacts of polystyrene microplastic on the gut barrier, microbiota and metabolism of mice. *Science of the Total Environment*, 649, 308–317.
- JORA. (1993). *Journal Officiel de la République Algérienne*. Décret exécutif n° 93-71 du 16 mars 1993 relatif aux conditions hygiéniques et aux qualités requises des laits de consommation. Algérie.
- Jung, M. R., Horgen, F. D., Orski, S. V., Rodriguez, C. V., Beers, K. L., Balazs, G. H., Jones, T. T., Work, T. M., Brignac, K. C., Royer, S. J., Hyrenbach, K. D., Jensen, B. A., & Lynch, J. M. (2018). Validation of ATR FT-IR to identify polymers of plastic marine debris, including those ingested by marine organisms. *Marine Pollution Bulletin*, 127, 704–716.
- Kappler, A., Fischer, D., Oberbeckmann, S., Schernewski, G., Labrenz, M., Eichhorn, K.-J., & Voit, B. (2016). Analysis of environmental microplastics by vibrational microspectroscopy: FTIR, Raman or both? *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 408(29), 8377–8391.
- Karami, A., Golieskardi, A., Choo, C. K., Larat, V., Galloway, T. S., & Salamatina, B. (2017). The presence of microplastics in commercial salts from different countries. *Scientific Reports*, 7, 46173.
- Kodio, A. (2005). *Qualité sanitaire du lait et des produits laitiers*. FAO.
- Kümmerer, K. (2011). Emerging contaminants. In *Treatise on Water Science* (Vol. 3, pp. 69–87). Elsevier.
- Kutralam-Muniasamy, G., Pérez-Guaita, D., Shruti, V. C., & Mnif, W. (2020). A critical synthesis of current peer-reviewed literature on the microplastics research in dairy food matrices and dairy environments. *Science of the Total Environment*, 773, 144796.

- Kutralam-Muniasamy, G., Pérez-Guaita, D., Shruti, V. C., & Mintenig, S. M. (2021). Plastic in dairy food environments: Systematic review and meta-analysis to inform next steps. *Trends in Food Science & Technology*, 112, 233–245.
- Lapointe-Vignola, C. (2002). *Science et technologie du lait. Transformation du lait*. Presses Internationales Polytechnique.
- Larab, N. (2016). *Étude de la qualité microbiologique et physicochimique du lait cru [Mémoire de master]*. Université de Batna.
- Lenz, R., Enders, K., Stedmon, C. A., Mackenzie, D. M. A., & Nielsen, T. G. (2015). A critical assessment of visual identification of marine microplastic using Raman spectroscopy for analysis improvement. *Marine Pollution Bulletin*, 100(1), 82–91.
- Leslie, H. A., van Velzen, M. J. M., Brandsma, S. H., Vethaak, A. D., Garcia-Vallejo, J. J., & Lamoree, M. H. (2022). Discovery and quantification of plastic particle pollution in human blood. *Environment International*, 163, 107199.
- Li, D., Shi, Y., Yang, L., Xiao, L., Kehoe, D. K., Gun'ko, Y. K., Boland, J. J., & Wang, J. J. (2020). Microplastic release from the degradation of polypropylene feeding bottles during infant formula preparation. *Nature Food*, 1(11), 746–754.
- Ligouri, L., Biffi, S., Falchi, A., Pizzichetta, G., Savini, M., & Schiavone, E. (2021). Contamination of commercial milk with microplastics in Italy. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 18(11), 5701.
- Lim, X. Z. (2021). Microplastics are everywhere — but are they harmful? *Nature*, 593(7857), 22–25.
- Löder, M. G. J., & Gerdts, G. (2015). Methodology used for the detection and identification of microplastics — a critical appraisal. In M. Bergmann, L. Gutow, & M. Klages (Eds.), *Marine Anthropogenic Litter* (pp. 201–227). Springer.
- Lopez, C. (2011). Lipid domains in the milk fat globule membrane: Dynamics, role in the dairy sciences, and future perspectives. In *Biophysical Journal* (Vol. 100, pp. 1895–1897).
- Lu, L., Wan, Z., Luo, T., Fu, Z., & Jin, Y. (2022). Polystyrene microplastics induce gut microbiota dysbiosis and hepatic lipid metabolism disorder in mice. *Science of the Total Environment*, 631–632, 449–458.
- Luquet, F. M., & Bonjean-Linczowski, M. (1985). *Laits et produits laitiers. Vache, Brebis, Chèvre* (Vol. 1). Tec & Doc.

- Mahaut, M., Jeantet, R., & Brulé, G. (2005). Initiation à la technologie fromagère. Tec & Doc Lavoisier.
- Mansour, A. (2015). Étude de la qualité hygiénique du lait cru en exploitations bovines [Mémoire de master]. Université de Mostaganem.
- Mathieu, J. (1998). Initiation à la physicochimie du lait. Lavoisier.
- McCreery, R. L. (2005). Raman Spectroscopy for Chemical Analysis. Wiley-Interscience.
- Mehnoune, S., & Ferhoul, N. (2015). Évaluation de la qualité physicochimique du lait cru [Mémoire de master]. Université de Batna.
- Nacher-Mestre, J., Serrano, R., Portolés, T., Berntssen, M. H. G., Pérez-Sánchez, J., & Hernández, F. (2018). Screening of pesticides and polycyclic aromatic hydrocarbons in feeds and fish tissues by gas chromatography coupled to high-resolution mass spectrometry using atmospheric pressure chemical ionization. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(10), 2165–2174.
- Ng, E. L., Lwanga, E. H., Eldridge, S. M., Johnston, P., Hu, H. W., Geissen, V., & Chen, D. (2018). An overview of microplastic and nanoplastic pollution in agroecosystems. *Science of the Total Environment*, 627, 1377–1388.
- Noblet, R. (2012). Guide des fromages. Larousse.
- NORMAN Network. (2022). NORMAN Suspect List Exchange (NORMAN-SLE): Facilitating European harmonization of suspect screening in environmental monitoring. *Environmental Sciences Europe*, 34(1), 18.
- Oliver, S. P., Jayarao, B. M., & Almeida, R. A. (2011). Foodborne pathogens in milk and the dairy farm environment: Food safety and public health implications. *Foodborne Pathogens and Disease*, 2(2), 115–129.
- Pakdel, M., Olsen, A., & Bar, E. M. S. (2023). A review of food contaminants and their pathways within food processing facilities using open food processing equipment. *Journal of Food Protection*, 86(12), 100184.
- Peinador-Davila, R., & Ginisty, P. (2026). Détection des microplastiques dans les systèmes à fibres creuses par fluorescence et fluorimétrie in situ. *Techniques Sciences Méthodes (TSM)*.
- Pereira, P. C. (2014). Milk nutritional composition and its role in human health. *Nutrition*, 30(6), 619–627.

- Pereira, A., Amlinger, F., Angst, C., Faltejskova, A., Hann, S., Hilber, I., ... & Bucheli, T. D. (2020). Micro- and nanoplastic pollution in agricultural soils: Is it time to speak up? *CHIMIA International Journal for Chemistry*, 74(12), 924–931.
- Primpke, S., Christiansen, S. H., Cowger, W., De Frond, H., Deshpande, A., Fischer, M., Holland, E. B., Meyns, M., O'Donnell, B. A., Ossmann, B. E., Pittroff, M., Sarau, G., Scholz-Böttcher, B. M., & Wiggin, K. J. (2020). Critical assessment of analytical methods for the harmonized and cost-efficient analysis of microplastics. *Applied Spectroscopy*, 74(9), 1012–1047.
- Raman, C. V., & Krishnan, K. S. (1928). A new type of secondary radiation. *Nature*, 121(3048), 501–502.
- Rani, M., Shim, W. J., Han, G. M., Jang, M., Al-Odaini, N. A., Song, Y. K., & Hong, S. H. (2021). Qualitative analysis of additives in plastic marine debris and its new products. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 69(3), 352–366.
- Rodrigues, M. O., Abrantes, N., Gonçalves, F. J. M., Nogueira, H., Marques, J. C., & Gonçalves, A. M. M. (2019). Spatial and temporal distribution of microplastics in water and sediments of a freshwater system (Antuã River, Portugal). *Science of the Total Environment*, 633, 1549–1559.
- Rubio, N. R., Xiang, N., & Kaplan, D. L. (2020). Plant-based and cell-based approaches to meat production. *Nature Communications*, 11(1), 6276.
- Schymanski, D., Goldbeck, C., Humpf, H.-U., & Fürst, P. (2018). Analysis of microplastics in water by micro-Raman spectroscopy: Release of plastic particles from different packaging into mineral water. *Water Research*, 129, 154–162.
- Shim, W. J., Hong, S. H., & Eo, S. E. (2017). Identification methods in microplastic analysis: A review. *Analytical Methods*, 9(9), 1384–1391.
- Thompson, R. C., Swan, S. H., Moore, C. J., & vom Saal, F. S. (2009). Our plastic age. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 364(1526), 1973–1976.
- Thompson, R. C., Olsen, Y., Mitchell, R. P., Davis, A., Rowland, S. J., John, A. W. G., McGonigle, D., & Russell, A. E. (2004). Lost at sea: Where is all the plastic? *Science*, 304(5672), 838.
- Van Cauwenberghe, L., Devriese, L., Galgani, F., Robbins, J., & Janssen, C. R. (2015). Microplastics in sediments: A review of techniques, occurrence and effects. *Marine Environmental Research*, 111, 5–17.

- Van Seville, E., Wilcox, C., Lebreton, L., Maximenko, N., Hardesty, B. D., Van Franeker, J. A., Eriksen, M., Siegel, D., Galgani, F., & Law, K. L. (2015). A global inventory of small floating plastic debris. *Environmental Research Letters*, 10(12), 124006.
- Verheyen, D., & Van Impe, J. F. (2021). Challenges in assessing the microbial safety of food. *Current Opinion in Food Science*, 41, 68–73.
- Visentin, E., Manuelian, C. L., Niero, G., Benetti, F., Perini, A., Zanella, M., Pozza, M., & De Marchi, M. (2024). Characterization of microplastics in skim-milk powders. *Journal of Dairy Science*, 107, 5393–5401.
- Walstra, P., Wouters, J. T. M., & Geurts, T. J. (2006). *Dairy Science and Technology* (2nd ed.). CRC Press.
- Watteau, F., Dignac, M.-F., Bouchard, A., Revallier, A., & Houot, S. (2018). Microplastic detection in soil amended with municipal solid waste composts as revealed by transmission electronic microscopy and pyrolysis/GC/MS. *Frontiers in Sustainable Food Systems*, 2, 81.
- Welle, F., & Franz, R. (2011). Microplastic in bottled natural mineral water – literature review and considerations on exposure and risk characterisation. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 28(1), 1–11.
- Wilson, P. D. G., Brocklehurst, T. F., Francis, S. A., Dodd, C. E. R., Sherrat, T. J., Roberts, M. S., & Walker, S. L. (2002). Trapping of bacteria by flow reversal in dead ends in sinusoidal channels to simulate food soiling and cleaning. *Journal of Food Engineering*, 54(3), 195–202.
- Yang, D., Shi, H., Li, L., Li, J., Jabeen, K., & Kolandhasamy, P. (2021). Microplastic pollution in table salts from China. *Environmental Science & Technology*, 49(22), 13622–13627.
- Zhang, D., Liu, X., Huang, W., Li, J., Wang, C., Zhang, D., & Zhang, C. (2020). Microplastic pollution in deep-sea sediments and organisms of the western Pacific Ocean. *Environmental Pollution*, 259, 113948.
- Zettler, E. R., Mincer, T. J., & Amaral-Zettler, L. A. (2013). Life in the 'Plastisphere': Microbial communities on plastic marine debris. *Environmental Science & Technology*, 47(13), 7137–7146.