



**Chapitre II : revue bibliographie**

<b>I.</b>	<b>Généralités les produits laitiers</b>
1- lait	5
1.1- Composition biochimique du lait	5
1.2- Caractère physique du lait	8
2-le yaourt	8
3-la crème et le beurre	9
4-fromage	9
<b>II. Les Procédés fabrication des produits laitiers</b>	
1) Réception du lait	9
2) Préparation des produits laitiers	10
1-Filtrage	10
2-Dégazeur	10
3-Refroidissement et stockage	10
4-Thermisation	10
5- Standardisation	11
6- Pasteurisation et Homogénéisation	11
7- Maturation	11
8-Brassage	12
9-Conditionnement	13
10-Conservation des yaourts	13
<b>III.</b>	<b>L'évolution de la viscosité et la texture des produits laitiers</b>
1-Généralités	14
2-La viscosité et la rhéologie	14
2.1-La viscosité	14
a-Les fluides newtoniens	16
b-Les fluides non newtoniens	16
2.2-Les propriétés rhéologiques	18
2.2.a -La température	18
2.2.b-Taux du cisaillement	19
2.2.c-Ecoulement des fluides	20
2.3-Resistance des fluides au mouvement des corps immergent	21
3-Généralités la texture	22
3.1-Les différents types texturent	23
3.2-Les caractéristiques du texturant amidon	24
3.2.a-Définition	24
3.2.b-Propriétés des amidons	24
3.3-Structure et texture du yaourt	25
3.3.1- Influence de la composition en protéines sur la structure des yaourts	25
3.3.2-Influence du traitement mécanique sur la structure des yaourts	26
<b>Chapitre 3 : MATERIELS ET METHODES</b>	



---

1).....	Les
analyses sensorielles.....	28
• Analyse du gout.....	28
• Analyse de la texture.....	28
• Test synérèse.....	28
2) Les analyses physico-chimiques.....	29
• Mesure PH.....	29
• Mesure la teneur de sucre.....	29
• Mesure la matière grasse.....	30
• Mesure la matière sèche.....	31
• Test inhibiteurs.....	32
• Test phosphatase.....	33
• Détermination l'acidité en DORNIC.....	34
3) Contrôles microbiologique.....	35
4) Méthodes de caractérisation.....	36
i. Viscosimètre BROOKFIELD.....	36
ii. Viscosimètre à l'écoulement .....	38
iii. Consistomètre BOSTWIK .....	38
Résultats et interprétations.....	41
<u>Partie théorique :</u>	
Les cartes des contrôles :	
1-Objectif.....	41
2-Principe de fonctionnement.....	41
<u>Partie pratique :</u>	
A. Carte de contrôle de la viscosité du Raibi .....	42
B. Cartes de contrôle de la viscosité du yaourt à boire .....	45
C. Carte de contrôle de la viscosité du yaourt brassé .....	47
Conclusion.....	57
Annexe	
Bibliographie	

---



## Introduction :

Pour mettre fin à notre cursus de deux ans d'études en master à la faculté des sciences et techniques de Fès, nous sommes tenues de passer un stage de fin d'études de trois mois dont le but est de découvrir le monde professionnel, d'enrichir nos connaissances théoriques qu'on a reçues durant cinq ans d'études par l'affrontement à des problèmes concrets qu'un responsable au sein d'une entreprise peut rencontrer régulièrement.

**L'entreprise 'DOMAINE DOUIET' s'est développée de façon exceptionnelle depuis les dernières années. Le besoin et la demande élevée en produits 'prêt à consommer' à pousser l'entreprise à chercher des nouveaux procédés de fabrication de plus en plus développés.**

**Les produits laitiers frais fermentent comme le yaourt apparaît comme un produit laitier très digeste qui possède une grande valeur nutritionnelle et qui est apprécié pour son goût et texture c'est un produit consommé la plupart du temps comme dessert très prisé par le monde, car il convient à toutes les tranches d'âge, La dynamique actuelle de la marche oblige à formuler constamment de nouveaux produits.**

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre stage de projet de fin d'études, au sein de l'entreprise domaine DOUIET, qui porte sur le suivi la viscosité et la texture des produits laitiers de l'usine oued NJA.

Notre projet se compose de deux volets essentiels :

Au niveau du premier volet de notre projet, objet de deuxième chapitre, nous allons faire une synthèse bibliographique sur les produits laitiers en premier lieu, la caractérisation et la fabrication des produits laitiers, après un rappel des principales propriétés rhéologiques (la viscosité et la texture des produits agroalimentaires).

Le second volet, faisant l'objet de troisième chapitre qui concerne à la présentation d'un large éventail des matériels et les méthodes mis en œuvre dans le cadre du travail expérimental, les techniques de caractérisation physico chimique sont détaillées. Les systèmes d'observations en conditions d'équilibre et en dynamique et les protocoles expérimentaux sont précisés, il y a trois méthodes d'évaluation la viscosité des produits laitiers, les résultats et interprétations sont ensuite développés par des cartes de contrôle au niveau du conditionnement des produits.



## Chapitre 1 : présentation domaine Douiet

### 1-Historique du Domaine Douiet :



Le domaine Douiet est une exploitation agricole qui s'étend sur une superficie d'environ 700 Ha dont 330Ha cultivables et qui disposent de 2 forages « Ain Allah » et « Bourkaize », situé à 15 Km au nord ouest de la ville de Fès. Il est constitué de divers secteurs de production animale, agricole et laitières et emploie un effectif d'environ 800 personnes.

1970 : Création de la ferme dont la production est destinée uniquement au propriétaire.

1997 : Construction de la nouvelle usine de la production laitière dans le but d'élargir le champ de

Commercialisation et de viser une nouvelle clientèle

1998 : Création de trois départements distincts (élevage, horticulture et produits laitiers.)

2000 : Mise en place du système HACCP (**Hazard Analysis Critical Control Point ou Analyse des dangers - points critiques pour leur maîtrise**).

2003 : Certification ISO 9001 version qui vise à accroître la satisfaction de ses clients

2007 : Reconduite de la certification ISO 9001

2007 : Certification ISO 22000 qui assure la sécurité du consommateur

2010 : Création d'une nouvelle usine à Oued Nja destinée à la production des yaourts, lait,

Leben et jus à base de lait, dans le but d'augmenter la production, ainsi l'ancienne a été destinée à la production du fromage.

## **2-Filière Élevage-Culture :**

Le secteur élevage a deux activités principales : l'élevage des bovins (jeunes bovins, vache laitière, génisses) et des caprins. Ce secteur est considéré comme la base de la production laitière car le volume et la qualité des produits laitiers sont tributaires de la quantité et de la qualité du lait collecté par jour. Le secteur comprend deux complexes (CI et CII) placés sous la responsabilité du chef du département. Le secteur Culture est scindé en trois zones : deux à Douiet et une ouad nja.



## **3-Filière d'Horticulture :**

Le secteur d'horticulture certifié EUREPGAP (satisfaction de clients) a trois activités principales

- Production maraîchère (divers légumes)



- Arboriculture (pêche, vigne,...)
- Floriculture

#### **4-Filière des produits laitiers :**

Le secteur production et transformation laitière a été créé en 1997 sur une surface de 2150 m<sup>2</sup> et il assure une production moyenne de 9000l par jour, soit une capacité de production de 24 millions de litres par an.

On peut distinguer trois lignes de fabrication:

- Ligne carton :
  - Lait pasteurisé : entier et écrémé
  - Leben : nature, aromatisé (raïb citron, raïb banane) et beldi
  - Jus de fruits au lait (mangue, pêche/abricot, orange/fraise).
- Ligne yaourt :
  - Yaourt à boire : aromatisé (avocat, vanille, amande, fraise, pêche, melon)
  - Yaourt ferme : nature ,0% MG, chèvre et aromatisé (fraise, citron, coco, etc....)
  - Yaourt brassé (finesse, bifidus)
  - Yaourt crémeux (fruits de bois, noisette, citron,...)
- Fromagerie :
  - Fromages frais et affinés : fromage blanc, tome, mini tome, Emmental, cottage cheese, Zouaghi, affiné de chèvre...
  - Crème fraîche et beurre.
- Service d'expédition :

Un service d'expédition au sein du département assure la réception des commandes clients par fax. A partir de ces fax, le responsable prépare une synthèse hebdomadaire des commandes et un programme résumant les quantités à préparer pour chaque produit. La palettisation, le chargement et les températures doivent répondre aux normes Qualité.

Les objectifs stratégiques du Domaine sont axés sur la production et la transformation de produits agricoles et agroalimentaires de qualité, dans le respect de l'environnement, tout en contribuant au développement technologique du secteur agricole du pays.



## Chapitre II: Revue bibliographique

### I. Généralités les produits laitiers

#### 1- Lait :

Le lait est un liquide blanc mat, légèrement visqueux, dont la composition et les caractéristiques physico-chimiques varient sensiblement selon les espèces animales, et même selon les races. Ces caractéristiques varient également au cours de la période de lactation, ainsi qu'au cours de la traite ou de l'allaitement, du point de vue réglementaire il est défini comme étant :

« Le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. »

#### Les différents types du lait :

**Le lait cru :** désigne un lait brut, qui n'a pas subi de pasteurisation, de stérilisation, de thermisation, de microfiltration. Un lait cru n'a jamais excédé la température de 40 degrés Celsius, c'est-à-dire proche de la température du corps de l'animal.

**Le lait pasteurisé :** est un lait chauffé à une température comprise entre 60 et 95°C pendant un temps inférieur à 30 minutes. La température de pasteurisation dépend de qualité bactériologique souhaitée finale. La pasteurisation permet d'augmenter la durée de conservation tout en conservant la vitamine C.

- ✓ **Le lait entier :** est un lait de vache contenant toutes ses matières grasses soit environ 35 g/l. De ce fait le lait entier est riche en vitamines liposolubles (A et D).
- ✓ **Le lait écrémé :** est un lait qui contient un maximum de 0,1 % de matières grasses. On y ajoute de la vitamine A pour compenser les pertes survenues avec le retrait des matières grasses. Il est également enrichi en vitamine D.



### 1.1-Composition biochimique du lait :

Le lait est un aliment liquide complet, très nourrissant, réunissant à lui seul tous les composants nécessaires à l'alimentation humaine. 100 g de lait contient 87 g d'eau et 13 g de matières sèches.



Les principaux constituants de la matière sèche du lait sont :

- **La matière grasse**

C'est le constituant le plus variable du lait, constituée d'un mélange d'acides gras saturés et non saturés qui se trouvent en suspension dans le lait sous forme de minuscules gouttelettes (globules gras) et forme une émulsion.

- **La matière azotée**

On distingue deux groupes de matières azotées dans le lait :

- ✓ Les protéines, parmi lesquelles la caséine (80 %), les protéines solubles (albumines et globulines), 19 % des protéines diverses (enzymes), en constituent la fraction essentielle (voir tableau).
- ✓ Les matières azotées non protéiques.

Tableau : Composition en protéines de la matière azotée

	% protéines	concentration de lait g/l
<b>Caséines (total)</b>	80	26,5
$\alpha$ -caséine	40	13,5
$\kappa$ -caséine	12	4
$\gamma$ -caséine	4	1
Protéines solubles (total)	20	6,5
Lactalbumine	12	4
Lactoglobuline	5	1,6
Immunoglobulines	2	0,6
Autres	1	0,3

Le lait constitue donc une importante source de protéines pour l'homme, en particulier pour l'enfant. Sa teneur en protéines est par voie de conséquence une caractéristique essentielle de sa valeur marchande.

Les protéines lactées sont présentes dans deux phases différentes :

- ✓ Une phase instable constituée de particules solides en suspension qui diffusent la lumière et contribuent, avec les globules gras, à donner au lait son aspect blanc et opaque : se sont les caséines.



- ✓ La phase soluble stable constituée des différentes protéines solubles ou protéines du lactosérum.



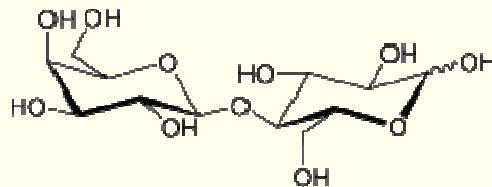
- **Le lactose**

C'est un sucre disaccharide qui se présente sous forme de solution et qui est généralement le principal élément solide du lait, la formule brute est  $C_{12}H_{22}O_{11}$ . Son pouvoir sucrant est six fois plus faible que celui du saccharose. Il peut provoquer certaines intolérances.

Il est composé d'une molécule de  $\beta$ -D-galactose et d'une molécule de  $\alpha/\beta$ -D-glucose reliées entre elles par une liaison osidique  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4).

Le nom officiel du lactose est le  **$\beta$ -D-galactopyrannosyl (1 $\rightarrow$ 4) D-glucopyrannose**.

Le lactose est un sucre réducteur.



- **La matière saline**

Ils sont constitués par les sels, les enzymes, les vitamines et les oligo-éléments. Sa richesse en calcium et en phosphore font du lait un aliment très adapté à la croissance des jeunes enfants. Le phosphore y est fixé sous forme de phosphates. Le calcium s'associe au phosphate et à la caséine pour donner le complexe phosphocaséinate de calcium et forme un colloïde. On y trouve également du magnésium, du potassium et du sodium mais il est, du moins pour le lait de vache, pauvre en oligoéléments.

- **Les gaz dissous**

Le lait contient des gaz dissous, essentiellement du dioxyde de carbone ( $CO_2$ ), du diazote ( $N_2$ ) et du dioxygène ( $O_2$ ).

### 1.2- Caractères physiques :

Sur le plan physique, le lait à la fois une solution (lactose, sels minéraux), une suspension (matières azotées) et une émulsion (matières grasses) et qui possède les caractéristiques suivantes :



**Tableau 1 : Caractères physiques du lait**





pH	6.6 à 6.78	
Point de congélation	-0.55 à -0.57°C	
Acidité	16 à 18°D	
Chaleur spécifique à 15°C	0.940 cal/g °C	
Activité d'eau	0.995	
Viscosité dynamique à 25°C	2.20 Cp	
Conductivité électrique à 25°C	45 * 10 <sup>-4</sup> mS	
Densité	Lait entier	1,032
	Lait écrémé	1,036

## 2- le yaourt :

Le yaourt ou yoghourt est un produit fermenté d'origine animale à base de lait. Sa fabrication fait intervenir des bactéries lactiques dont l'action conduit à la formation d'acide lactique à partir du lactose ou sucre du lait.

### Les différents types des yaourts :

#### ✓ *Yaourt ferme :*

Le lait et les ferments sont mis en pots dans le récipient définitif. Dès la fin de la fermentation, le yaourt est refroidi. C'est le yaourt grand classique.

#### ✓ **Yaourt brassé**

Le yaourt brassé est fabriqué de la même façon que le yaourt nature normal. Toutefois, afin de lui donner cet aspect plus crémeux et onctueux, il est passé dans une machine qui le brasse, et lui permet ainsi d'avoir une toute nouvelle texture, plus douce en bouche.

#### ✓ **Yaourt aromatisé ou aux fruits**

La fabrication du yaourt permet d'obtenir une multitude de goûts et de possibilité. Aromatisé à la vanille, sucrée, on peut également lui ajouter des fruits, en morceaux, sous forme d'arôme ou de coulis.

#### ✓ **Yaourt à boire**

Vedette des petits-déjeuners et des goûters, le yaourt à boire fait partie de la grande famille des yaourts. Il est fabriqué à partir de yaourt brassé. Pour obtenir cette texture liquide, il suffit de le battre.





### 3-La crème et le beurre :

✓ **La crème** est obtenue par écrémage du lait, opération qui s'effectue au moyen d'une écrémeuse. Celle-ci sépare la crème, riche en matière grasse (de 30 à 35 %, voire 40 % l'été), du lait écrémé, pauvre en matière grasse. Immédiatement après, la crème est refroidie, puis "mûrie" pendant un temps et à une température qui sont fonction des "bonnes" conditions de mûrissement du lieu.

✓ **Le beurre** est fabriqué au départ de la crème, sa teneur en matière grasse doit être de 82 % minimum et sa teneur en eau de 16 % maximum. La fabrication des beurres à partir du lait se fait en quatre étapes : Le barattage, le lavage, le malaxage et L'emballage.

### 4-Les fromages :

Il existe plusieurs types de fromages (fromages frais ou non fermentés, les fromages fermentés à pâte molle et les fromages fermentés à pâte dure ou semi dure), chacun ayant ses spécificités. Ils varient par la nature du lait (vache, brebis, chèvre), par la teneur en matière grasse (résultant de l'addition ou non de crème ou de lait entier), par la consistance de leur pâte, par leur durée de conservation, et ou par leur mode de préparation. La fabrication des fromages à partir du lait se fait en quatre étapes : la coagulation, l'égouttage, le salage et l'affinage ou maturation.

## II. Les procédés fabrication des produits laitiers :

Puisque je n'avais pas eu l'autorisation pour accéder à la fromagerie, du fait du déménagement de l'usine de laiterie, je ne vais présenter dans cette partie que les processus en relation avec la laiterie installée près du laboratoire de contrôle qualité où j'ai effectué mon stage de fin d'études.

### 1) *Réception du lait :*

#### 1- Collecte du lait

Les domaines de Douiet, Kouacem, Bouderra et Sid Lkamel assurent constamment, l'approvisionnement de l'unité de production laitière en matière de lait cru, moyennant des camions- citernes :

- Camion- citerne : 12 tonnes
- Camion-citerne : 19-21 tonnes





## 2- Tests:

Avant son dépotage vers les tanks de réception, le lait doit subir certains tests physico-chimiques de conformité pour toute préparation technologique, à savoir :

- pH
- MG
- EST
- MAP
- Test d'inhibiteur (beta-star), (delvotest) Permet de contrôler l'aptitude fermentaire du lait destiné à la production de ses dérivés.
- Test organoleptique : Réalisé par la dégustation et aspect visuel.
- Température : C'est un test préliminaire et elle est mesurée par un thermomètre.

## 3- Refroidissement et stockage :

Le lait stocke à température  $4^{\circ}\text{C}\pm 2$  dans les grands tanks.

### 2) Préparation des produits laitiers :

#### 1-Filtrage :

C'est une étape pour éliminée tous les impuretés dans le lait.

#### 2-Dégazeur :

C'est une partie réduction d'air incorporé (tous les mauvaises odeurs).

#### 3-Refroidissement et stockage :

Après sa filtration et son dégazage, le lait subit un refroidissement à  $4^{\circ}\text{C}\pm 2$  afin de limiter le développement des germes, puis stocké dans des cuves équipées d'agitateurs servant à homogénéiser la température du lait dans le bac.

#### 4-Thermisation :

C'est la première étape de la chaîne de production au sein de l'usine, elle a un double rôle : d'une part elle permet la destruction d'un nombre considérable de microorganisme et d'autre part elle facilite l'étape de l'écémage.





#### 5-Standardisation :

Selon les besoins de la production, la salle de préparation reçoit, en début de journée, Un programme de fabrication journalier, dans laquelle sont indiquées toutes les préparations à faire pendant la journée.

On entend par la standardisation et un procédé pour occuper la valeur normale de concentration de matière grasse 35 g/l, l'ajout des différents ingrédients entrant dans la composition du Mix ; que ce soit la poudre du lait 1% ou 26%, ainsi que le sucre, le texturant et les arômes.

#### 6-pasteurisation et homogénéisation :

C'est une opération de stabilisation du produit pour augmenter sa durée de conservation et par le fait même, élargir les possibilités de commercialisation et de consommation, elle assure les fonctions suivantes :

- ✓ La destruction de 90% de la flore banale et tous les germes pathogènes.
- ✓ Dénaturation maximale des protéines solubles pour éviter le phénomène de la synérèse.

L'homogénéisation permet d'empêcher le phénomène de crémage (remontée de crème en surface) et d'accroître la viscosité pour obtenir une meilleure homogénéité et texture des produits laitiers formulés. Ceci est le résultat du processus de fractionnement des globules gras qui permet la stabilisation de l'émulsion de matière grasse dans le lait.

- Crème : viscosité plus élevée, meilleurs goût et texture.
- Yaourt et autres produits fermentés : meilleure texture et empêche la séparation du lactosérum.

#### 7-La maturation (fermentation) :

Pendant cette étape le Mix pasteurisé subira de profondes modifications notamment sur le plan organoleptique (changement de texture, aromatisation ...) et physico-chimique (acidification du milieu et formation de coagulum). Ceci est dû à l'action conjuguée de deux souches de ferments lactiques, se développant en symbiose :

-*Streptococcus salivarius* subsp *thermophilus* : c'est une bactérie micro-aérophile mésophile ; qui croît de façon optimale entre 42°C et 45°C. Elle est thermorésistante, pouvant survivre à des barèmes thermiques de 65°C / 30' ou bien 74°C / 15''. Moins acidifiant que *Lactobacillus*, il donne un caillé doux et fin.

-*Lactobacillus bulgaricus* : c'est une bactérie microaérophile mésophile; qui se développe de façon optimale entre 47°C et 50°C. Elle un pouvoir acidifiant important et permet d'obtenir un caillé de saveur acide.

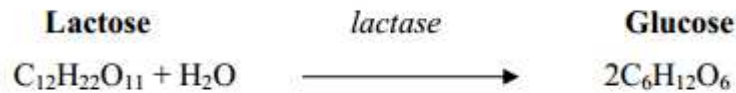
Selon les caractéristiques qu'on souhaite obtenir viscosité, consistance, acidité, saveur, on va jouer sur la proportion de ces deux microorganismes dans le levain. Donc, pour chaque produit existe un levain particulier, composés des mêmes souches de base, mais dans des proportions différents.



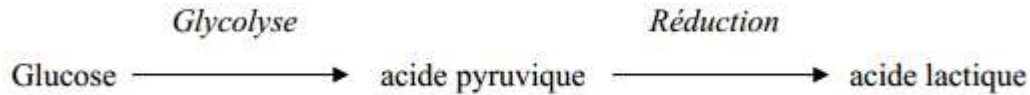
- Principe :

La fabrication du yaourt se fait en ensemençant le lait avec des bactéries, comme *Lactobacillus bulgaricus* et *Streptococcus thermophilus*, qui fermentent, à partir du lactose, et permettent d'acidifier le lait (production d'acide lactique par fermentation homolactique) et de développer les arômes. La conservation du lait est liée à ce phénomène, puisque le caillage correspond également à une fermentation par acidification, d'ailleurs utilisé pour certains yaourts.

Le principal sucre du lait est le lactose, or les bactéries lactiques présentes dans le yaourt possèdent une lactase qui hydrolyse le lactose selon la réaction suivant :



Puis le glucose est assimilé par les bactéries ce qui correspondra à la multiplication bactérienne. Le glucose est transformé en acide pyruvique par l'ensemble des réactions de la glycolyse. Enfin, l'acide pyruvique est transformé en acide lactique par réduction.



Au cours de la fermentation, en théorie, les bactéries se multiplient, produisent de l'acide lactique et ses composés aromatiques. Le lait s'acidifie par formation d'acide lactique ( $pK_a = 3,8$ ) puis lorsque pH atteint 4,6 les caséines du lait précipitent ce qui entraîne la coagulation du lait entraînant une viscosité que nous allons étudier.

### 8-Brassage :

On procède alors après la coagulation au découpage et au brassage du caillé qui fluidifie le yaourt et assure son onctuosité, avant le refroidissement par l'un des procédés ci-après:

- agitation mécanique à l'aide d'un brasseur à turbine ou à hélice
- passage du gel à travers un tamis
- homogénéisation à basse pression (inférieur à 50 atm)

Ce traitement a pour but de rendre le caillé onctueux. Il doit être réalisé avec précaution. Si le brassage est trop violent et s'il s'accompagne d'une incorporation excessive d'air, il peut se produire une séparation du sérum. Si la dilacération du coagulum est insuffisante, le produit risque de devenir ultérieurement trop épais.



### 9-conditionnement :

Le domaine de Douiet est équipé de sept conditionneuses :

- RG, VPA et VPB : Pour le conditionnement en carton.
- ARCIL1 et ARCIL2, ARCIL3, pour le conditionnement des pots yaourts.
- Sérac : produit conditionne en bouteille.

### 10-Conservation des yaourts :

Préparés selon une technologie rigoureuse et dans des conditions hygiéniques strictes. Ces produits peuvent se conserver environ 3 semaines jusqu'à la vente au consommateur sous réserve d'être maintenus au froid (entre 4 et 8 °C). Si le maintien des yaourts au froid empêche la multiplication bactérienne. Bien que lente, la production d'acide lactique se poursuit. De plus, des enzymes hydrolysent les protéines avec, comme conséquences, une diminution de la fermeté et de la viscosité et l'apparition de peptides à goût amer. Pour ces raisons, on procède parfois quand la réglementation le permet, à un traitement thermique après la fermentation.



L'objectif de notre travail suivi la viscosité et la texture des produits laitiers, plusieurs facteurs influencent la composition du yaourt, Nous exposerons dans un premier temps, les notions clés pour comprendre des fluides.

### III. **L'évolution de la viscosité et la texture des produits laitiers :**

#### **1-Généralités :**

La viscosité est un des principaux paramètres mesurés lors de l'étude de l'écoulement de fluides. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons principalement aux liquides. Les mesures de viscosités sont en général liées à la qualité et aux performances d'un produit. Toute personne ayant à caractériser un flux, en recherche, ou en développement, sera, à un moment ou à un autre, confronté à une mesure de viscosité.

Plusieurs industriels voient à présent les viscosimètres comme faisant partie intégrante de leurs programmes de recherches, développement et contrôle. Ils savent que les mesures de viscosité représentent souvent la méthode la plus rapide, précise et sûre pour analyser certains des facteurs les plus importants affectant la performance des produits. Les données rhéologiques nous aident à comprendre les fluides sur lesquels nous travaillons de sorte que nous puissions savoir comment ils se comportent, ou comment les forcer à se comporter de la façon désirée.

Il existe de nombreuses techniques différentes pour mesurer la viscosité, chacune adaptée à des cas et matériaux spécifiques. Le choix du viscosimètre adéquat pour les besoins de l'utilisateur, parmi les nombreuses possibilités qui s'offrent à lui, est un problème complexe.

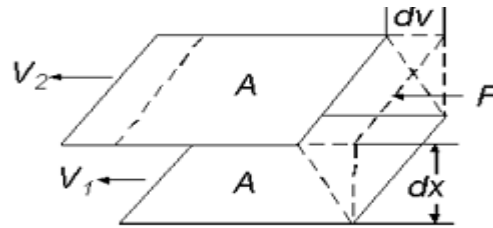
#### **2- la Rhéologie et la viscosité :**

La rhéologie est l'étude des changements de forme et de l'écoulement de la matière, comprenant l'élasticité, la viscosité et la plasticité. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons principalement à la viscosité, qui est définie comme étant la friction interne d'un fluide, causée par les interactions moléculaires, qui le rend résistant à l'écoulement. Un viscosimètre mesure cette friction et fonctionne donc comme un outil de rhéologie.

##### **2. 1-La viscosité :**

La viscosité est une mesure des frictions internes d'un fluide. Cette friction apparaît lorsqu'une tranche de fluide doit se déplacer par rapport à une autre tranche. Plus importante est la friction, plus importante est la force nécessaire pour provoquer ce mouvement, qui est appelé cisaillement. Le cisaillement apparaît dès qu'un fluide est physiquement déplacé, comme en versant, mélangeant, etc. Les fluides fortement visqueux nécessitent donc plus de force pour se déplacer que les substances moins visqueuses.





Isaac Newton a défini la viscosité en se basant sur le modèle représenté sur la figure ci-dessus (qu'il faut voir en 3D). Deux plans parallèles de fluides de surfaces égales (A) sont séparés par une distance dx et se déplacent dans la même direction, à des vitesses différentes V1 et V2. Newton a supposé que la force nécessaire pour maintenir cette différence de vitesse était proportionnelle à la différence de vitesse à travers le liquide, ou gradient de vitesse. Pour exprimer cela, Newton a écrit :

$$F/A = \eta \, dv/dx$$

avec  $\eta$  étant une constante pour un matériau donné, et appelé coefficient de viscosité dynamique.

Le gradient de vitesse,  $dv/dx$ , est une mesure de la variation de la vitesse à laquelle les couches intermédiaires se déplacent l'une par rapport à l'autre. Il décrit le cisaillement que subit le liquide et est donc appelé taux de cisaillement et sera symbolisé par S dans la suite de la discussion ( $S = dv/dx$ ). Son unité de mesure est la  $s^{-1}$ .

Le terme  $F/A$  indique la force par unité de surface, qui est requise pour produire le cisaillement et est appelée contrainte de cisaillement et sera symbolisée par  $F'$ . Son unité de mesure est le Pa.

En utilisant ces termes simplifiés, le coefficient de viscosité dynamique peut être défini mathématiquement par la formule :

**Coefficient de viscosité dynamique =  $\eta = F'/S = \text{contrainte de cisaillement} / \text{taux de cisaillement}$**

L'unité de la viscosité, dans le système international est donc le Pa.s ou Poiseuille (PI).

On peut également définir la **viscosité cinématique**, qui est le rapport entre la viscosité dynamique et la masse volumique :  $\nu = \eta/\rho$ , qui n'a pas d'unité spécifique dans le système international ( $m^2 s^{-1}$ ), mais que l'on exprimait dans l'ancien système en Stokes (St), où  $1 m^2 s^{-1} = 104 \text{ St}$ .

Pour développer son modèle, Newton a supposé que tous les matériaux, à une température donnée, avaient une viscosité indépendante du taux de cisaillement. Autrement dit, si on double la force exercée, le fluide se déplacera à une vitesse double.

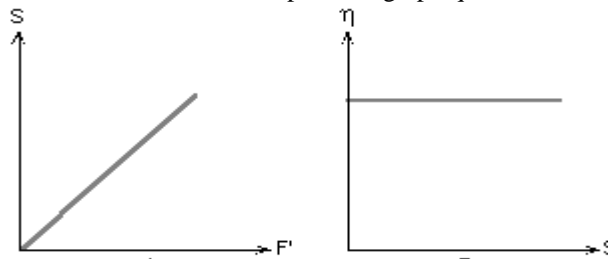


### **a- Les fluides newtoniens :**





Ce type de comportement d'écoulement que Newton avait supposé pour tous les fluides est appelé, comme on peut s'en douter, "newtonien". Ce n'est toutefois qu'un des nombreux types de comportement d'écoulement que l'on peut rencontrer. Le comportement d'un fluide newtonien est représenté graphiquement dans la figure ci-dessous.



- Le graphique A montre que la relation entre la contrainte de cisaillement ( $F'$ ) et le taux de cisaillement ( $S$ ) est une ligne droite.
- Le graphique B montre que la viscosité du fluide reste constante lorsque le taux de cisaillement varie.

Exemples de fluides newtoniens, on trouve l'eau et les huiles de moteur fines.

### **b- Les fluides non-newtoniens :**

Un fluide non-newtonien est défini, au sens large, comme étant un fluide pour lequel le rapport  $F'/S$  n'est pas une constante. En d'autres mots, lorsque le taux de cisaillement varie, la contrainte de cisaillement ne varie pas dans les mêmes proportions (ni même nécessairement dans la même direction).

La viscosité de tels fluides va donc varier à mesure que le taux de cisaillement change. Donc, les paramètres expérimentaux du viscosimètre peuvent avoir un impacte sur la mesure de la viscosité d'un fluide non-newtonien.

Un flux non-newtonien peut être imaginé en pensant à tout fluide comme étant un mélange de molécules avec différentes formes et tailles. Lorsqu'elles passent l'une près de l'autre, comme cela arrive durant un écoulement, leur taille, forme et cohésion va déterminer quelle force est nécessaire pour les faire bouger. A chaque taux de cisaillement spécifique, l'alignement peut être différent et une force plus ou moins importante peut être requise pour maintenir le mouvement.

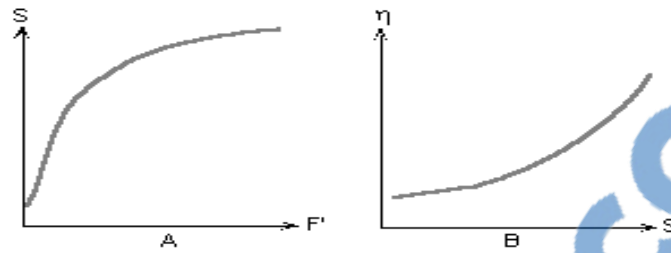
Il y a différents types de comportement d'écoulement non-newtonien, caractérisés par la façon dont la viscosité du fluide varie en réponse à un changement de taux de cisaillement. Les types les plus communs de fluides non-newtoniens sont décrits ci-dessous.



#### **Dilatant**

Une viscosité croissante avec une augmentation du taux de cisaillement est caractéristique d'un fluide dilatant et ce comportement est illustré dans la figure ci-dessous.





Bien que plus rare que la pseudoplasticité, la dilatance (épaississement) est fréquemment observée dans les fluides contenant un haut taux de solides, comme les composés sucrés, la fécule de maïs dans l'eau et l'eau sablonneuse. La dilatance est également connue sous le terme d'épaississement par cisaillement.

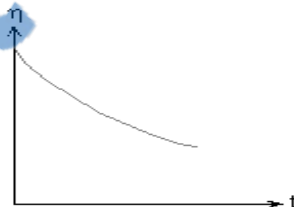
Exemple de fluide dilatant : empois concentré.

### Thixotropie et rhéopexie

Certains fluides présentent une modification de la viscosité avec le temps, sous des conditions de taux de cisaillement constant. Il y a deux catégories à considérer :

#### -La thixotropie

Comme montré dans la figure ci-dessous, un fluide thixotrope subit une décroissance de viscosité avec le temps, lorsqu'il est soumis à un cisaillement constant.



On peut citer quelques exemples de matières ou fluides thixotropes, dont la plupart sont des suspensions colloïdales :

- Le yaourt
- Le miel
- [dentifrices](#)

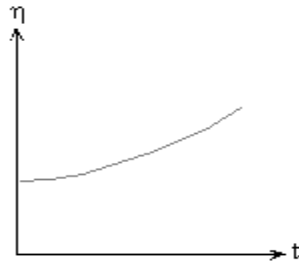


#### -La rhéopexie





C'est essentiellement le comportement opposé du comportement thixotrope, en ce sens que la viscosité du fluide augmente avec le temps lorsqu'il est soumis à un taux de cisaillement constant. La figure ci-dessous représente graphiquement ce type de comportement.



Les fluides antithixotropes (rhéopexie) sont rares (exemple : crème fouettée).

## 2.2-Les propriétés rhéologiques :

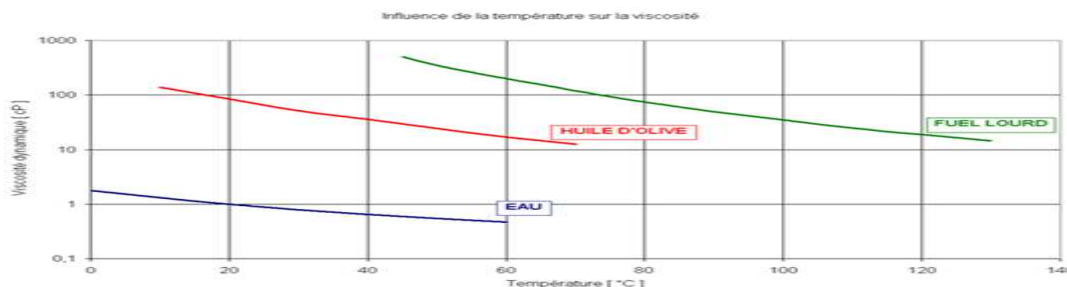
### 2.2. a-La température

Un des facteurs les plus évidents qui puisse avoir un effet sur le comportement rhéologique d'un matériau est sa température.

Certains matériaux sont relativement sensibles à la température, dont une variation assez faible peut alors provoquer un changement significatif de viscosité. D'autres, par contre, sont relativement insensibles. Prendre en compte l'effet de la température sur la viscosité est essentiel dans l'évaluation d'un matériau qui sera soumis à des variations de température lors de son utilisation ou de sa fabrication, comme l'huile de moteur et les graisses.

La viscosité des liquides diminue beaucoup lorsque la température augmente. Ainsi, pour l'eau, elle est de  $1,3 \cdot 10^{-3}$  PI à  $10^\circ\text{C}$ ,  $1,0 \cdot 10^{-3}$  PI à  $20^\circ\text{C}$  et  $0,3 \cdot 10^{-3}$  PI à  $90^\circ\text{C}$ . Il n'existe pas de relation rigoureuse reliant  $\eta$  et  $T$ . On peut cependant utiliser un modèle utilisant l'équation empirique de Guzman – Andrade de la forme :  $\eta = a e^{b/T}$  et  $b$  étant des constantes dépendant de la nature du liquide et  $T$  la température absolue.

La viscosité des liquides diminue lorsque la température augmente :



Dans l'industrie, la viscosité a une très grande importance pratique, car elle conditionne l'écoulement des fluides dans les canalisations et le long des parois. Elle permet de mesurer directement ou indirectement certaines caractéristiques des produits (texture, taille de polymère, ...).

## 2.2. b- Le taux de cisaillement

Les fluides non-newtoniens sont plutôt la règle, que l'exception, dans le monde réel, rendant l'évaluation du taux de cisaillement nécessaire à toute personne qui doit utiliser des données rhéologiques. Il serait, par exemple, désastreux d'essayer de pomper un fluide dilatant à travers un système, pour se rendre compte qu'il se solidifie à l'intérieur de la pompe. Bien que ce soit là un exemple extrême, l'importance des effets du taux de cisaillement ne doit pas être sous estimée.

Lorsque l'on prévoit qu'un matériau soit soumis à différents taux de cisaillement, que ce soit lors de son utilisation ou de sa fabrication, il est essentiel de connaître sa viscosité aux taux de cisaillement projetés. S'ils ne sont pas connus, ils doivent être estimés. Des mesures de viscosités doivent alors être réalisées à des taux de cisaillement aussi proches que possible des valeurs estimées.

Il arrive fréquemment qu'il soit impossible d'approcher les valeurs de taux de cisaillement projetées parce qu'elles tombent à l'extérieur des limites d'utilisation du viscosimètre. Dans ces conditions, il est nécessaire de réaliser des mesures à plusieurs taux de cisaillement, puis d'extrapoler les données aux valeurs projetées. Ce n'est pas la méthode la plus précise pour acquérir cette information, mais c'est souvent la seule alternative disponible, spécialement lorsque les taux de cisaillement prévus sont très élevés.

En fait, il est toujours préférable d'effectuer des mesures à plusieurs taux de cisaillement pour détecter un comportement rhéologique qui pourrait avoir des conséquences sur la fabrication ou l'utilisation.

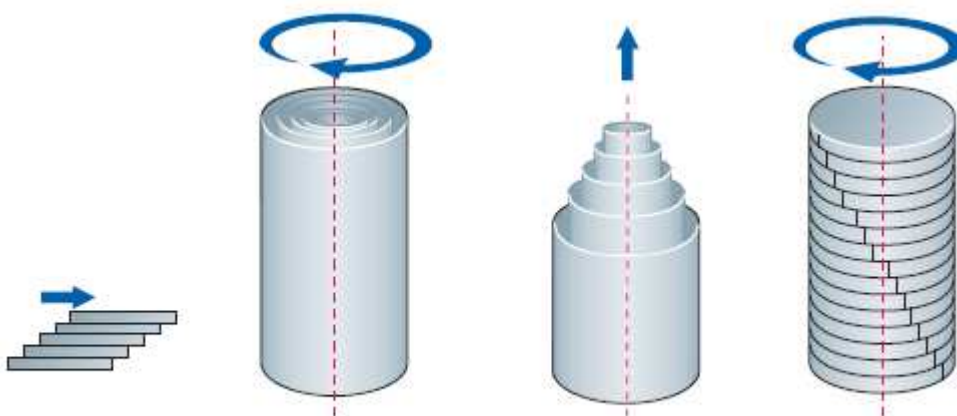


Fig. 3.2 Différents types de cisaillement



Des exemples de matériaux qui sont sujets à, et affectés par, de larges variations du taux de cisaillement durant les procédés de fabrication et l'utilisation sont : les peintures, les cosmétiques, le latex liquide, les enrobages, certains produits alimentaires et le sang dans le système circulatoire.



### 2.2.c-Ecoulement des fluides :

#### \* Ecoulement laminaire

Toutes les vectrices vitesses sont parallèles à un instant  $t$ . Si toutes les vectrices vitesses sont à la fois parallèles et égaux, l'écoulement laminaire est uniforme. Ecougrave (l'écoulement laminaire est non uniforme).

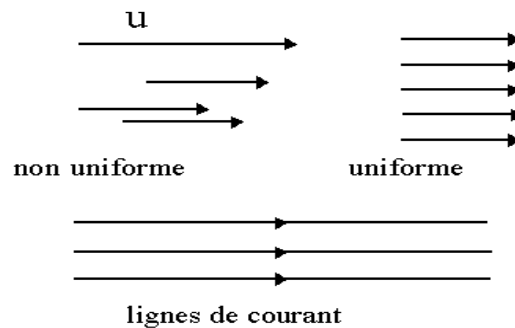


Figure 1: écoulement laminaire

#### \* Ecoulement turbulent

Les vecteurs des vitesses instantanées sont inégaux (différents en direction, sens, intensité). Des tourbillons se forment. La viscosité du fluide augmente: à la viscosité moléculaire  $\mu$  s'ajoute une viscosité de turbulence  $n$ .

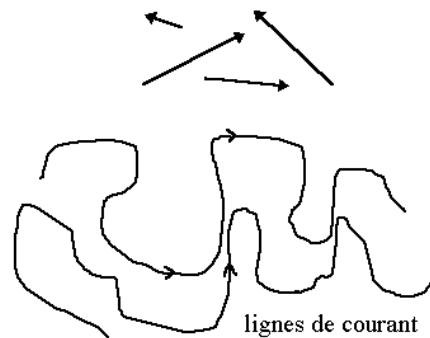


Figure 2: écoulement turbulent



### 2.3-Résistance des fluides au mouvement des corps immergés :

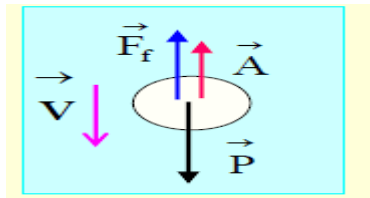
#### Loi de Stokes

Lorsqu'un objet se déplace dans un fluide, il subit de la part de ce dernier une force qui s'oppose au mouvement. Cette force dépend de la vitesse du corps et du fluide, et est due à la viscosité du fluide.

#### Chute libre d'une protéine dans un fluide visqueux

Soit une protéine plongée dans un fluide de viscosité  $\eta$ .

On assimile la forme de la protéine à une sphère



$F_f$ : force de frottement ou force de viscosité

$A$ : poussée d'Archimède

$P$ : poids de la protéine

- A **faible vitesse**  $v$  (ou en écoulement laminaire), la force de viscosité s'écrit :

$$F_f = K \cdot \eta \cdot v$$

$K$  : coefficient géométrique dépendant de la forme du corps

Pour une sphère de rayon  $R$  :  $K = 6\pi R$ . On a donc :

$$F_f = 6\pi \cdot \eta \cdot R \cdot v$$

#### Loi de Stokes

- A **vitesse moyenne**  $v$ , il existe une région de turbulence derrière l'objet. La force s'écrit :

$$F_f = C_x \frac{S \rho v^2}{2}$$

$S$  : section droite de l'objet

$\rho$  : masse volumique du fluide

$C_x$  : coefficient de résistance aérodynamique sans dimension qui dépend de la forme de l'objet, de la rugosité de la surface et du nombre de Reynolds.



Afin de prédire les lois d'écoulements des produits agroalimentaires dans les procédés industriels, il est nécessaire d'étudier les lois rhéologiques de ces aliments.



Pour la nourriture, on utilise le terme de texture (elle peut être onctueuse, croustillante, crémeuse...) pour décrire leur comportement lors de contraintes typiques appliquées dans la bouche. Une manière de caractériser objectivement ces différentes textures est de déterminer les paramètres rhéologiques de ces aliments.

### **3-Généralités la Texture**

La texture est l'ensemble des propriétés rhéologiques (résistance à l'écoulement) et de structure (géométrie et surface) d'un produit alimentaire perceptible par les mécanorécepteurs, les récepteurs tactiles et éventuellement les récepteurs visuels et auditifs (Wikipedia, site consulté le 1er septembre 2009).

La flaveur correspond à l'ensemble des sensations perçues lors du flairage ou de la mise en bouche de l'aliment, à savoir les sensations rétro-olfactives, et gustatives.

Ces sensations sont le résultat de stimuli générés par une multitude de composés organiques. Les molécules les plus volatiles, comme les huiles essentielles par exemple, sont les premières détectées. Ce n'est qu'au cours de la mastication que les autres molécules, non volatiles, parviendront à s'évaporer et à atteindre les fosses nasales. Elles sont responsables de la saveur et de la couleur (Wikipedia, site consulté le 1er septembre 2009).

Ce sont des molécules qui donnent donc le goût à l'aliment, et on donne historiquement quatre saveurs primaires pour le qualifier : le sucré, le salé, l'amer et l'acide. Mais ne considérer que ces quatre saveurs est assez réducteur puisqu'il en existe d'autres qui sont très dissociables, comme savoureux, le piquant, ou encore astringente, grasse ou d'amidon.

Les attentes du consommateur sont très précises en ce qui concerne les produits laitiers, cependant d'une personne à l'autre ces attentes peuvent être légèrement différentes, c'est pourquoi il est parfois difficile de dire si une texture ou une flaveur est plutôt bonne ou mauvaise. Mais de manière générale, il existe des « règles » qui semblent universelles (observations de l'entourage). Ainsi un produit fruité, herbacé, sucré, avec un goût très aromatique, très affiné, et un léger goût de noisette ou de citron, sera qualifié de bon.

Certaines saveurs en revanche comme l'acide, l'amer et le piquant, ne font pas l'unanimité. Il est donc difficile de dire si un produit avec une pointe d'amertume va plutôt plaire ou déplaire au consommateur. Cependant il paraît logique que si ces saveurs sont présentes mais avec une perception minimale, cela ne va pas changer du tout au tout le goût de base du produit. Il faut également qu'il y ait une harmonie dans le goût global, ainsi si un yaourt ne présente que des saveurs amère et acide sans une pointe de sucré, il est peu probable qu'il corresponde au goût du consommateur.



#### **3.1-Les différents types texturent :**

✓ Texture granuleuse :

Cristaux de glace de taille excessive et répartition hétérogène, grosses bulles d'air, glaçage et surgélation trop lents, fluctuation de température, hydratation insuffisante des protéines. Dose insuffisante de stabilisants.

✓ Texture pelucheuse ou neigeuse :

Grosses bulles d'air, incorporation excessive d'air (taux de foisonnement trop important par à la quantité de matière sèche)

✓ Texture sableuse :

Gros cristaux de lactose, trop de lactose par rapport à la matière sèche, fluctuations de température excessive en sortie de turbine.

✓ Defaults de gout :

- Oxydation de la matiere grasse.
- Acidité trop forte des ingrédients laitiers.



- Amerture due à la mauvaise qualité du lait réfrigéré.
- Gout de cuit du à une mauvaise agitation au cours de la pasteurisation.
- Gout sale du à une teneur en matière sèche excessive.

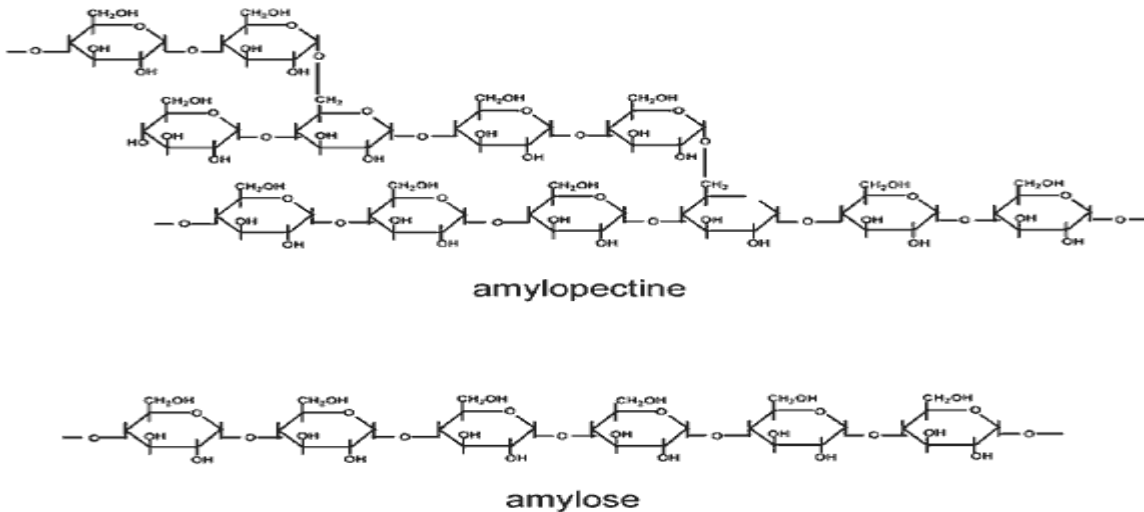


Les industriels de l'agro-alimentaire font appel à des agents texturants pour maîtriser la texture de leurs produits, leur donner la consistance exacte recherchée et en contrôler l'évolution. Ces additifs alimentaires sont par exemple des épaississants (notamment des amidons natifs ou modifiés), des gélifiants, des émulsifiants, des stabilisants.

### 3.2-Les caractéristiques du texturant amidons :

#### 3.2. a-Définition

Les amidons sont des composés glucidiques constitués de deux polymères de glucose : l'amylose et l'amylopectine.



#### 3.2. b-Propriétés des amidons :

Les amidons développent les propriétés qui nous intéressent après avoir été mis en suspension dans l'eau et cuits. Ils forment alors des empois plus ou moins fluides qui se raffermissent en refroidissant, pouvant aller jusqu'au gel. Leurs propriétés varient en fonction de leur origine et de leur composition en amylose et amylopectine.

- Un amidon riche en amylose (blé, maïs) donne des gels fermes, opaques, de texture courte, qui aura tendance à rétrograder : ce phénomène est une réassociation des chaînes linéaires d'amylose qui, au refroidissement, donnera un gel très ferme et dur.



- Un amidon riche en amylopectine (pomme de terre) donnera un gel plus long, de texture moyenne ou longue et translucide. En effet, les chaînes ramifiées d'amylopectine ne peuvent pas s'associer aussi fortement que les chaînes linéaires d'amylose. Ce type d'amidon a des propriétés plus épaississantes que gélifiantes.
- L'amidon de maïs cireux (waxy) issu d'un hybride de maïs et constitué presque uniquement d'amylopectine donne des gels de haute viscosité, de texture longue, translucide et rétrogradant très faiblement lors du refroidissement.

### **3.3- Structure et texture du yaourt**

La maîtrise du comportement rhéologique du yaourt est nécessaire pour appréhender la qualité en termes de texture des produits finis. En effet, lors des étapes de fabrication, le yaourt subit des contraintes (cisaillement lors des brassages, pompages, variation de température etc.) qui vont influencer sa structure et ses propriétés rhéologiques et qui doivent être maîtrisées.

La structure et la texture du yaourt ont été largement étudiées dans la littérature (Tamime and Robinson, 1999, Sodini et al., 2004). Le yaourt brassé est constituée d'une dispersion concentrée d'agrégats protéiques qui détermine sa structure (van Marle, 1998). Il est défini comme un gel viscoélastique. Son comportement rhéologique est non-newtonien : sa viscosité dépend de la vitesse de cisaillement ou de la contrainte exercée.

Les propriétés physiques des yaourts peuvent être influencées par de nombreux facteurs : la composition du mixe laitier (en protéine mais également en matière grasse) et les traitements physiques thermique et d'homogénéisation, les ferments, les conditions de fermentation, le traitement mécanique lors du refroidissement (incluant brassage, pompage et conditionnement), ainsi que la reprise en texture au cours du stockage.

Pour cette étude, nous avons choisi deux facteurs de variation de la structure et des propriétés rhéologiques des gels : la composition en protéines et le traitement mécanique appliqué au yaourt après fermentation. Dans la partie qui suit, nous aborderons uniquement ces deux facteurs et leur influence sur la structure et les propriétés rhéologiques du produit.

#### **3.3.1- Influence de la composition en protéines sur la structure des yaourts**

La nature et la teneur en protéines laitières jouent un rôle important sur les propriétés physiques et la perception de texture des yaourts. Ces facteurs ont été étudiés par de nombreux auteurs (Tamime et al., 1999, Sodini et al., 2004). Les modifications du réseau gélifié des produits laitiers peuvent être mises en évidence par microscopie électronique à balayage (MEB). Un réseau protéique homogène avec des pores de petites tailles est observé dans le cas de yaourts enrichis en poudre de lait. Par opposition, l'ajout de caséinates de sodium dans le mixe laitier conduit à une structure protéique hétérogène. (Tamime et al., 1984, Puvanthiran et al., 2002, Remeuf et al., 2003).



Les données de la littérature sur l'influence des protéines sur les mesures de viscosité (Sodini et al., 2004). Certains auteurs observent une augmentation de la fermeté du gel lorsque ce ratio augmente (Kailasapathy and Supriadi, 1998, Puvanthiran et al., 2002). D'autres études rapportent qu'à des taux constants en protéines totales, l'ajout de caséinates à la place de poudre de lait dans le mixe augmente fortement la viscosité du yaourt (Guinee et al., 1995, Cho et al., 1999, GuzmánGonzález et al., 2000, Patocka et al., 2004). Ces différences peuvent s'expliquer par le taux de dénaturation des protéines sériques et les micelles de caséines utilisées dans les études. Lors du processus de gélification par acidification du lait, les interactions formées entre les protéines et les micelles de caséines vont alors être modifiées.





### ✓ Solubilité des protéines

La solubilité des protéines va dépendre d'un grand nombre de facteurs. Cette propriété est importante pour favoriser une dispersion rapide et homogène de ces molécules au niveau d'une interface soit dans le cas d'une émulsion ou de la fabrication d'une mousse. Quand une protéine est fortement agrégée, sa solubilité diminue et on observe une diminution de son aptitude à faire des mousses ou des émulsions.

### ✓ La gélification des protéines

La gélification des protéines est obtenue soit à partir de protéines solubles (ovalbumine, protéines du lactosérum...) soit encore à partir de protéines insolubles par chauffage suivi d'un refroidissement. Dans certains cas l'acidification est nécessaire. L'addition de sels ou d'ions peut augmenter la vitesse de gélification ou la fermeté du gel obtenu. Certaines protéines peuvent gélifier sans chauffage soit par voie enzymatique (micelle de caséine, fibrine, protéines du blanc d'œuf), soit par addition d'ions (calcium et caséine) soit encore par une alcalinisation suivie d'un retour à la neutralité.

Pour obtenir un bon gel il faut que l'étape d'agrégation soit lente par rapport à l'étape de dénaturation de façon à ce que les chaînes polypeptidiques aient le temps de s'organiser dans l'espace pour donner un gel homogène, ordonné, de consistance lisse, fortement expansé, élastique, transparent, stable en regard à la synérèse.

La gélification est réalisée pour améliorer les propriétés d'absorption d'eau, de pouvoir épaississant, participer à l'élaboration d'une mousse ou d'une émulsion.

### 3.3.2- Influence du traitement mécanique sur la structure des yaourt

Au cours de la fabrication d'un gel brassé, les différents traitements en particulier, les cisaillements, créés par les étapes de pompage, entraînent la déstructuration partielle du gel. Plusieurs hypothèses ont été évoquées pour expliquer ce phénomène de déstructuration du gel (Hess et al. 1997, van Marle, 1998).



Ce comportement peut être lié à une dégradation du réseau caséique en agrégats de petites tailles. Par ailleurs, il a été montré que les yaourts fabriqués avec des souches productrices d'exopolysaccharides exigeaient plus d'énergie mécanique pour rompre les interactions entre exopolysaccharides et micelles que les interactions entre micelles (Hess et al. 1997).

Ces yaourts sont alors moins sujets à la déstructuration que les yaourts produits avec des souches non productrices d'exopolysaccharides. Un schéma de la dégradation des réseaux protéiques lors de l'application d'un traitement mécanique est proposé par Hess et al. (1997) en Figure.



Figure : Diagramme schématique montrant le mécanisme de dégradation de la structure du yaourt par cisaillement dans les deux cas :

- ❖ yaourts produits avec des souches non productrices d'exopolysaccharides (1)
- ❖ yaourts produits avec des souches productrices d'exopolysaccharides (EPS) (2)

CM : casein micelles,  
ST : Streptococcus thermophilus,  
LB : Lactobacillus Thermophilus,  
VS : void spaces (espaces vides)

Le traitement mécanique entraîne une fragmentation du réseau du gel natif, provoquant ainsi une diminution de sa viscosité (van Marle, 1998, Cayot and Lorient, 1998). La rupture du réseau protéique est fonction de l'intensité du traitement mécanique et de la température à laquelle il est appliqué.



## Chapitre 3 : MATERIELS ET METHODES

Dans le cadre de sa politique d'assurance qualité et dans l'objectif d'être continuellement conforme aux normes nationales et internationales en matière d'hygiène et de qualité, le Domaine de Douiet dispose d'un laboratoire d'analyses physico-chimiques et microbiologiques performant.

Ce laboratoire est équipé d'outils d'analyses physico – chimiques et microbiologiques de pointe. Il intervient à la réception de la matière première et tout au long du processus de fabrication, pour contrôler tous les points critiques susceptibles de causer une contamination microbienne ou porter atteinte à la qualité nutritionnelle ou organoleptique des produits de l'usine.

### 1-Les analyses sensorielles

#### 1- Analyse du goût :

##### *Principe :*

- Appréciation du goût des produits finis à j+1.

##### *Mode opératoire :*

- Boire de l'eau avant la dégustation.
- Ouvrir l'échantillon à analyser.
- Déguster l'échantillon.
- Boire de l'eau après la dégustation.



## 2- Analyse de la texture

### Principe :

- Description des caractéristiques de la texture des produits finis à j+1.

### Mode opératoire :

- Ouvrir l'échantillon à analyser.
- Enfoncer la cuillère dans le produit
- Prendre une quantité suffisante du produit pour la déguster puis noter les anomalies relevées en bouche.
- Agiter le produit à l'aide d'une cuillère lentement et marquer les remarques concernant les caractéristiques visuelles sur la texture.

## 3- Test de synérèse

Synérèse : une eau constituée de protéines solubles du lait et qui se forme à la surface du produit.



### Principe :

- Mesure de la quantité de la synérèse formée à l'intérieur des yaourts fermes à (j+1).

### Mode opératoire :

- Ouvrir l'échantillon à analyser.
- A l'aide d'une pipette de 1 ml mesurer le volume de la synérèse formée à la surface du produit.

### Lecture des résultats

Les résultats sont traités comme ci-dessous :

- Trop de synérèse pour un volume supérieur ou égale à 3ml
- Légère synérèse pour un volume entre 1ml et 2ml.
- Absence de la synérèse pour un volume de 0ml.

## 2-Les analyses physico-chimiques

### 1-Mesure de la teneur en sucre

#### Principe :

Détermination de la teneur en sucre des produits.

#### Mode opératoire :

- Vérifier que le réfractomètre est propre et sec.
- Bien homogénéiser le produit.
- Déposer une goutte sur le champ visuel du réfractomètre.
- Lire au trait bleu.
- Rincer le réfractomètre après la lecture du résultat et l'essuyer à l'aide du papier absorbant.

#### Lecture des résultats:

Le pourcentage lu correspond à la teneur en sucre.



## 2-Mesure de pH

Ce contrôle est réalisé à l'aide d'un pH-mètre qui doit être préalablement étalonné.

Remarque :

Tous les produits finis j+1 leurs valeurs de PH sont bornes entre  $3.9 < PH < 4.45$  sauf le lait entre 6,6- 6,8.



## 3-Mesure la Matière grasse



Principe :

Après la dissolution des protéines par l'addition d'acide sulfurique, séparation de la matière grasse par centrifugation dans un butyromètre de Van Gulik, la séparation étant favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool iso amylique. L'obtention de la teneur en matière grasse (en gramme pour 100g de fromage et en gramme par litre pour le lait et les yaourts), par lecture directe sur l'échelle du butyromètre, si aucune correction n'est nécessaire.

Réactifs :

- Acide sulfurique  $H_2SO_4$ , de densité de 1.82.
- Acide sulfurique  $H_2SO_4$ , de densité de 1.522.
- Alcool iso-amylique de densité de 0.813.

### ❖ POUR LE LAIT ET LES YAOURTS :

Mode opératoire :

- Introduire 10ml de  $H_2SO_4$  dans le butyromètre.
- Ajouter 11ml du lait ou du yaourt.
- Compléter par 1ml d'Alcool iso-amylique.
- Centrifuger pendant 5mn.

Lecture des résultats

- Lire directement le résultat sur l'échelle de butyromètre.
- La teneur en matière grasse exprimée en gramme par litre de lait est égale à: (B-A).

### ❖ POUR LES FROMAGES :

Mode opératoire :

- Enlever la croûte superficielle de la moisissure de fromage
- Broyer et mélanger l'échantillon.
- Peser environ  $3g \pm 0.005 g$  de l'échantillon préparé dans un godet de fromage.
- Fermer le col inférieur du butyromètre par le godet contenant la prise d'essai.
- Ajouter l'acide sulfurique par l'extrémité supérieure jusqu'à ce que le niveau d'acide atteigne une hauteur d'environ les 2/3 de la chambre du butyromètre.
- Fermer l'ouverture supérieure du butyromètre.
  
- Placer le butyromètre pendant 5 min dans un bain d'eau à  $65^\circ C \pm 2^\circ C$ .
- Le retirer du bain marie et l'agiter énergiquement pendant 10s.
- Répéter les opérations de chauffage et d'agitation jusqu'à dissolution complète des protéines.



- Retirer le butyromètre du bain d'eau.
- Ajouter 1ml d'alcool iso- amylique.
- Agiter à nouveau au moins 3s.



- Ajouter de l'acide sulfurique jusqu'au trait –repère 35% de l'échelle.
- Agiter énergiquement pendant 10s.
- Placer le butyromètre pendant 5 min dans le bain d'eau.
- Le retirer et centrifuger pendant 10min.
- Replacer le butyromètre pendant 5 min dans le bain d'eau.
- Noter le trait repère (A) coïncidant avec l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse
- Noter le trait repère (B) coïncidant avec le point le plus bas du ménisque inférieur de la colonne de matière grasse.
- Lecture des résultats
- La teneur en matière grasse exprimée en gramme pour 100 grammes de fromage est égale à: (B-A).

#### 4-Détermination de la Matière sèche

#### Principe

Dessiccation par évaporation de l'eau de la prise d'essai dans une étuve à la température de  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  et pesée du résidu.

- ❖ Détermination de la matière sèche du lait et des yaourts.

#### Mode opératoire :

- Tarer la capsule sèche.
- Introduire, à l'aide d'une pipette, 5ml de lait ou environ 5g de yaourt.
- Mettre la capsule contenant l'échantillon dans une étuve réglée à  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  pendant 3H
- Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon préparé.

#### Lecture des résultats.

La matière sèche, exprimée en grammes par litre de lait est égale à :

$$\text{EST} = \frac{M_1 - M_0}{V} \times 1000$$

V : le volume de la prise d'essai.

$M_1$  : la masse en gramme de la capsule et du résidu après dessiccation.

$M_0$  : la masse en gramme de la capsule vide.





❖ Détermination de la matière sèche du fromage

**Mode opératoire**

- Retirer la croûte du fromage à pâte pressée ou à pâte dure, sauf pour le fromage où il convient de gratter la couche superficielle moisie du fromage de façon à obtenir un échantillon de fromage représentatif.
- Broyer l'échantillon au moyen d'un appareil approprié jusqu'à l'obtention d'un échantillon homogène.
- Tarer la capsule vide à 0.1mg près.
- Peser 5 grammes de fromage.
- Introduire la capsule dans une étuve réglée à  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  et l'y laisser 3 heures.

**Lecture des résultats**

La matière sèche, exprimée en grammes, pour 100g de fromage est égale à :

$$\text{EST} = \frac{M_1 - M_0}{M} \times 100$$

M : la masse de la prise d'essai.

M<sub>1</sub> : la masse en gramme de la capsule et du résidu après dessiccation.

M<sub>0</sub> : la masse en gramme de la capsule vide.

5-Test inhibiteurs

❖ Beta star :

Principe :

Le test Beta s.t.a.r. est une méthode du type "Receptor Assay" basée sur l'emploi d'un récepteur spécifique lié à des particules d'or. Il permet la détection rapide, dans le lait, des résidus de pénicillines et de céphalosporines.

Mode opératoire :

- Sortir le coffret du réfrigérateur
- Prendre le flacon et s'assurer que tout le lyophilisat se trouve au fond du flacon
- Enlever le bouchon du flacon
- Ajoute 100 microlitre de l'échantillon de lait à tester
- Mélanger et incubé à  $47.5^{\circ}\text{C}$



- Au bout 3 min d'incubation ouvrir le flacon prendre bandelette et la déposer
- Retirer et interpréter le résultat

Remarque :

- Si il n'y aucune bande rouge donc le test n'est pas valide
- Si la 1ère bande est d'intensité supérieure à celle de la bande référence alors le résultat est négatif
- Si la 1ère bande est d'intensité inférieure ou équivalente à celle de la bande référence donc le résultat est positif
- Si la 1ère bande est absente donc le résultat est positif car l'échantillon contient des antibiotiques betas lactame à forte concentration.

❖ Delvotest :

Tube contenant un milieu gélose solide ensemence par un germe bacillus stearothermophilus et enrichi en éléments nutritifs de croissance, Incubateur à 64c

Mode opératoire :

- Retirer la feuille d'aluminium de tube



- Pipeter 0.1ml du lait à tester et ajouter au tube gélose
- Incube a 64c pendant 3h

Resultants:

- ❖ Si la couleur de la gélose est jaune : absence inhibiteur
- ❖ Si la couleur de la gélose est jaune/violet : présence un peu de quantité
- ❖ Si la couleur de la gélose est bleu violet : présence inhibiteurs

Remarque :

Le Delvotest ne doit être effectuée que si le test de beta star est positif

#### 6- Test phosphatase :

Principe :

La détermination l'efficacité de pasteurisation

Matériels :

Tube à essai, Pipette, Bec- bensen, Etuve à 37°C



Mode opératoire :

- Mettre 10ml eau distillé
- Ajouter comprimé lactognost 1, lactognost2.
- Décomposition complète
- Ajouter 1 ml du lait laisse repose 1 heure dans l'étuve, puis ajouter lactognost3.
- Puis remarquer les colorations indiquées.

Remarque :

- ✓ S'il y a présence d'enzyme, on observe la coloration bleue
- ✓ S'il y a absence d'enzyme, on observe la coloration marron
- ✓ S'il y a quelque impureté, on observe la coloration verte

#### 7- Détermination de l'acidité en °Dornic

Principe :

L'acidité du lait est exprimée conventionnellement en degré DORNIC.

Un degré Dornic équivaut à une teneur de 0,1 g d'acide lactique par litre de lait.

L'acidité d'un lait frais normal après la traite varie de 15 à 17 °Dornic ; une augmentation de cette valeur montre une acidification du lait provenant de l'action de ferments lactiques produisant de l'acide lactique à partir du lactose.

Mode opératoire :

- Placer la solution de NaOH au 1/9ème mol.L-1 dans la micro burette
  - Ajuster la burette à zéro
- Dans le bécher contenant 10 mL de yaourt en cours de fabrication, ajouter :
  - gouttes de phénolphtaléine (à 5 %)
  - Mettre sous agitation magnétique



- Verser doucement la solution de NaOH jusqu'à apparition d'une coloration rose persistant plus de 30s.

Relever le volume versé (noté V en mL)

Calculer la valeur de l'acidité en °Dornic selon la formule suivante :

$$\text{°D} = 10 \times V$$



### 3-Contrôles microbiologiques :

La qualité microbiologique d'un produit alimentaire se présente sous deux aspects :

Aspect commercial : qui se caractérise par le risque d'altération. Cette qualité est insuffisante s'il contient un nombre de microorganismes d'altération suffisant pour abaisser sensiblement la qualité organoleptique du produit avant sa date limite de consommation.

Aspect hygiénique : qui caractérise le risque pour la santé du consommateur. Cette qualité est jugée mauvaise si le produit contient des toxines ou un nombre de microorganismes pathogènes suffisant pour rendre le produit dangereux à consommer.

Les analyses se font au niveau de tous les produits fabriqués et concernent les coliformes fécaux et totaux, les levures et moisissures et la flore mésophile aérobie totale.

#### a- Dénombrement des coliformes :

Les coliformes sont des entérobactéries qui proviennent de la contamination fécale, ils représentent un indice d'une contamination par défaillance technologique ou hygiénique.

Ils poussent facilement sur les milieux usuels en 24h à 37°C en aérobiose et en anaérobiose.

- Dénombrement des coliformes (indicateurs d'hygiène dans les produits) dans un milieu de culture approprié.
- Les coliformes totaux se multiplient à 30°C, alors que les coliformes fécaux, qui sont des thermorésistants, peuvent se multiplier à 44°C.

#### b- Dénombrement de la FMAT :

Dénombrement de la flore mésophile aérobie totale dans un milieu nutritif non sélectif (PCA) à 30°C pendant 72h et donnant des colonies de tailles et de formes différentes.





c- Dénombrement des levures et moisissures :

Dénombrement des levures et moisissures qui sont des micro-organismes formant des colonies à 25°C dans un milieu sélectif (YGC).



Critères de libération des produits :

Tout produit ne peut être libéré qu'après une confirmation écrite par le secteur de CQ sous forme des fiches d'expédition et des bons de sortie qui sont basés sur les résultats du laboratoire et qui doivent être conformes aux normes internes et externes. Ces dernières ne peuvent être données au responsable d'expédition qu'après la vérification des fiches de production et de conditionnement de chaque produit.

**Méthode de caractérisation :**

Le yaourt étant un produit de comportement rhéologique complexe, sa caractérisation s'avère assez délicate, différents appareils de laboratoire sont utilisés pour caractériser leurs propriétés rhéologiques à savoir le viscosimètre Brookfield, viscosimètre à l'écoulement et Consistomètre Bostwick.

Généralement, les viscosimètres permettent de mesurer uniquement les propriétés visqueuses.

i. Viscosimètres BROOKFIELD

**Introduction :**

Le viscosimètre DV-I PRIME Brookfield mesure la viscosité des fluides à un gradient de vitesse donné. La viscosité et la résistance des fluides à l'écoulement.

Le principe de fonctionnement du viscosimètre DV-I PRIME consiste à faire tourner un mobile (qui est immergé dans le liquide à tester) par l'entremise d'un ressort calibré. La plage de mesure du DV-I PRIME (en centipoises ou millipascal-seconde) est déterminée par la vitesse de rotation du mobile, la taille et la forme du mobile, le couple de torsion du ressort calibré.

**Mode opératoire :**

La procédure suivante décrit la mesure de la viscosité de 600ml de fluide dans un bécher Griffin bas.

-Montrer l'étrier sur le viscosimètre DV-I PRIME (série RV).

-Accrocher le mobile sur la tige inférieure. soulever légèrement la tige et en la maintenant fermement d'une main, visser le mobile de l'autre main (attention au filetage gauche). Éviter d'appliquer toute pression latérale sur la tige.

-Insérer et centrer le mobile dans le matériau à tester jusqu'à ce que le niveau de fluide atteigne le repère pratiqué sur la tige.

-Pour mesurer la viscosité, sélectionner le réglage de vitesse désiré, laisser la valeur indiquée se stabiliser.

-Enregistrer les résultats et les paramètres plus pertinents. Brookfield d'enregistre le couple (%) et la viscosité en (CP). Les paramètres pertinents sont : le modèle viscosimètre, le mobile, la vitesse, la température, la coupe et la durée du test.



-Presser la touche MOTOR ON/OFF pour éteindre le moteur avant de changer le mobile ou l'échantillon, retirer le mobile et l'étrier avant le nettoyage.

✓ Remarque :

La plage de viscosité est inversement proportionnelle à la taille de mobile.

La plage de viscosité est inversement proportionnelle à la vitesse de rotation.



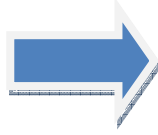
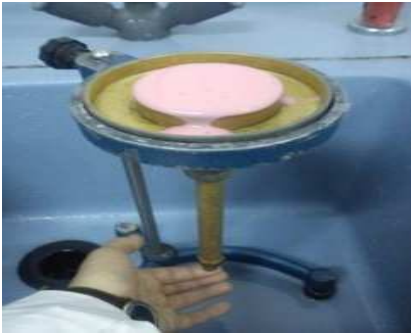
## ii. La viscosité à l'écoulement

Mesure de la viscosité des produits laitiers liquides par détermination de la durée nécessaire à l'écoulement d'une quantité fixe de l'échantillon à travers le viscosimètre:

- Yaourt à boire.
- Leben.
- Jus de fruits au lait.

Mode opératoire :

- Mettre l'échantillon testé dans un tube, et bien rempli
- Déclencher le chronomètre, jusqu'à termine à l'écoulement de l'échantillon
- Note la durée.



### iii. Consistomètre de Bostwick :

La consistance d'un produit est mesurée en évaluant sa résistance à l'écoulement dans des conditions spécifiques et pendant un laps de temps donné. Le consistomètre de Bostwick est l'un de ces nombreux appareils conçu pour réaliser de telles mesures.

Les produits utilisés sont : des yaourts brassés fruits et sans fruits (finesse, bifidus,...).

#### Description :

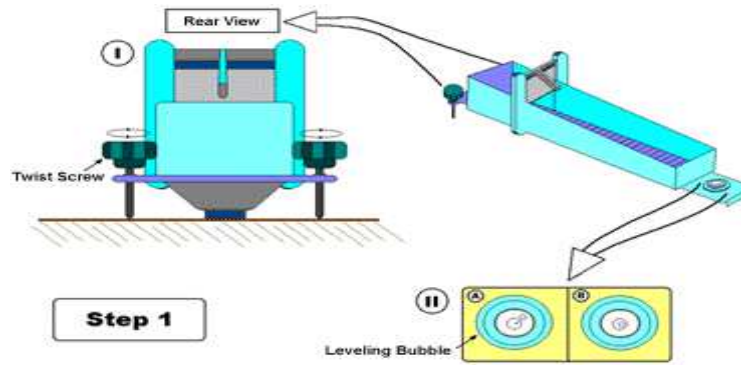
Le consistomètre est en acier inoxydable. Il consiste en une cuve rectangulaire séparée en deux parties par une porte-guillotine. La plus petite section sert de réservoir pour le matériel à évaluer. La plus grande section est munie de graduations de 1/2 cm partant de la porte et allant jusqu'à l'extrémité opposée. La porte est actionnée par un ressort. Elle est maintenue en position basse grâce à un bras de levier. Ce mécanisme assure une libération instantanée du produit. La porte glisse verticalement dans des rainures situées dans les parois latérales de la cuve rectangulaire. Le déclencheur en forme de 'L' permet de maintenir la porte en position basse. Deux vis de mise à niveau sont situées près du réservoir pour le matériau à tester et un niveau à bulle est situé à l'autre extrémité de l'appareil.



#### Mode opératoire :

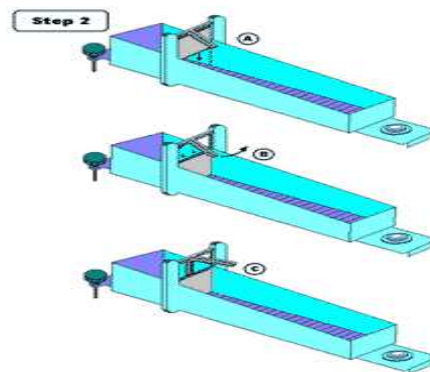
- **Etape 1 :**

Le consistomètre de Bostwick est conçu pour être positionné suivant un angle spécifique. L'appareil doit être ajusté de manière à ce que cet angle soit respecté. Localisez les deux vis à l'arrière de l'appareil comme illustré sur le schéma. Ces deux vis doivent être ajustées pour monter ou descendre les côtés de l'appareil. Ajustez les deux vis jusqu'à ce que la bulle du niveau à bulle placé sur le devant de l'appareil soit centrée comme indiqué sur les schémas.



- **Etape 2 :**

Fermer la porte du compartiment à produit en la poussant vers le bas (A) et tout en la maintenant en position basse, lever le bras de levier aussi haut que possible (B). La porte du compartiment est alors dans sa position 'Armée' (C).



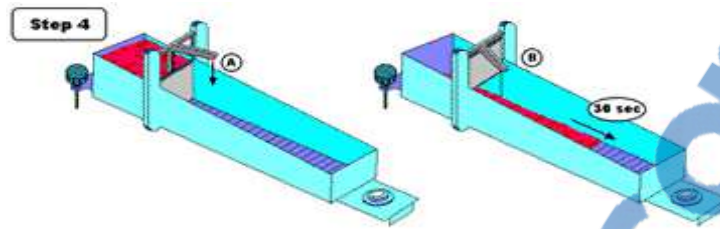
- **Etape 3 :**

Versez l'échantillon à évaluer dans le compartiment comme indiqué en (A) et (B). Remplir le réservoir jusqu'à la limite supérieure de la porte (C) et évacuer le surplus à l'aide d'une spatule. Le matériau à évaluer doit être maintenu à température constante pendant plusieurs heures avant l'essai afin de garantir une température uniforme.

- **Etape 4 :**

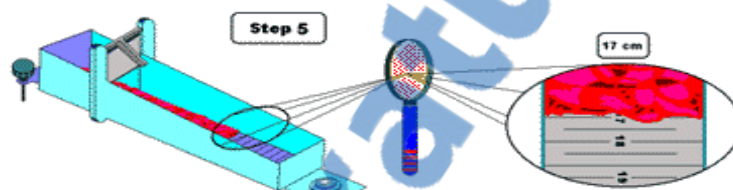
Libérez le produit en pressant vers le bas le bras de levier (A). Laissez s'écouler le produit de long de la pente pendant 30 secondes (B).





• **Etape 5 :**

Examinez la distance parcourue par le produit le long de la pente durant ces 30 secondes.  
La pente est munie de graduations indiquant la distance parcourue en centimètres. Enregistrez cette valeur comme étant la consistance de ce produit.



• **Etape 6 :**

Nettoyer le consistomètre de Bostwick avec de l'eau chaude et savonneuse. Séchez convenablement l'appareil avant de le réutiliser.

✓ Remarque :

Il est très important que le consistomètre de Bostwick soit bien sec avant de l'utiliser. L'eau diminue en effet le coefficient de friction de l'appareil ce qui entraîne des résultats de mesure erronés.



## Résultats et interprétations :

❖ Partie théorique :

Les cartes des contrôles :

### 1- OBJECTIFS :

Le suivi et la maîtrise des dispersions disposent d'un outil : les cartes de contrôle. Elles permettent d'avoir une image du déroulement du processus de fabrication et d'intervenir rapidement et à bon escient sur celui-ci.

### 2- PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT :

Nous supposons que la distribution de la spécification à contrôler suit une loi normale (ou sensiblement normale).

Pour suivre l'évolution du procédé, des prélèvements d'échantillons sont effectués régulièrement.

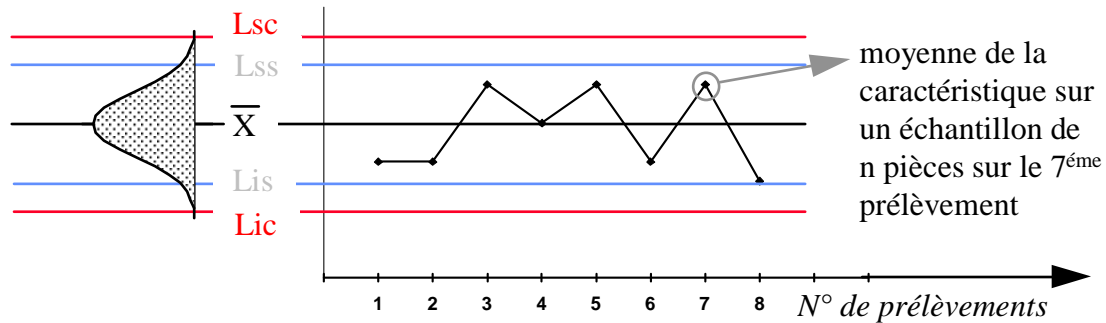


Pour chaque échantillon la **moyenne et l'étendue** (ou d'autres paramètres) sont calculées sur la caractéristique à surveiller. Ces valeurs sont portées sur un graphique.

Au fur et à mesure qu'elle se remplit, la carte de contrôle permet la visualisation de l'évolution du processus.

A partir de la ligne moyenne, sont définies les différentes limites :

- ~ Les limites supérieures et inférieures de contrôles LSC, LIC,
- ~ Les limites supérieures et inférieures de surveillances LSS, LIS.



Carte de contrôle de la moyenne

Une intervention sur le processus de fabrication pourra être décidée suivant la position des points reportés (exemple : un point entre les lignes  $L_S$  et  $L_C$  entraîne un prélèvement plus rapproché).



### ❖ Partie pratique :

L'étude consiste à mettre en place des cartes contrôles des produits à la sortie machine(j), après conditionnement (j+1) et (j+2).

Les produits étudiés sont : Raïbi, Yaourt à boire et Yaourt brasse. Pour tous les produits on contrôle les paramètres PH, Brix, MG, (voir les annexes) et pour le paramètre plus précis la viscosité

Nous avons mis en place des cartes contrôles.

Carte en X et en R :

Donnés :

n=tailles des échantillons

X= moyenne de l'échantillon

R=étendue de l'échantillon

Caractéristiques :

X : mesure de la variable surveille

On prélève k échantillon

Xm : moyenne des k valeur X

Rm : moyenne des k valeur R

LIC : limite inférieure (carte moyenne, étendue)

LSC : limite supérieure (carte moyenne, étendue)

## I. Carte de contrôle la viscosité du Raïbi :



Les résultats sont obtenus à l'aide d'un viscosimètre à l'écoulement en (s) et viscosimètre BROOKFIELD par (cp).



### A. Tableau des résultats :

K	viscosite en cp			moyenne	Etendue
	x1	x2	x3		
p1	3440	2492	2260	2 730,67	1180
p2	1864	2004	2880	2 249,33	1016
p3	1320	1400	1704	1 474,67	384
p4	1840	2410	2260	2 170,00	570
p5	1814	2292	2294	2 133,33	480
p6	2212	2362	2444	2 339,33	232
p7	1392	2020	2200	1 870,67	808
p8	1924	3100	3000	2 674,67	1176
p9	1844	2496	2860	2 400,00	1016
p10	1740	2572	3000	2 437,33	1260
p11	2264	3652	3845	3 253,67	1581
p12	1548	2728	3200	2 492,00	1652
p13	1632	2364	2500	2 165,33	868
p14	1843	2200	2230	2 091,00	387
p15	1300	1350	1490	1 380,00	190
				2 257,47	853,33

**Tableau 1** : Mesures de la viscosité (cp) du Raibi

$X_m=2257.47$  ;  $R_m=853.33$  ;  $X_{max}=3253.67$  ;  $X_{min}=1380$  ;  $R_{max}=1652$

Echelle de X : 443 à 4191

Echelle de R : 0 à 2478

Pour  $n=3$   $A_2 = 1.02$  ;  $D_3=0$  ;  $D_4=2.57$

-Limite inferieur en X (LIC) : 1387.07

-Limite supérieur en X (LSC) : 3127.86

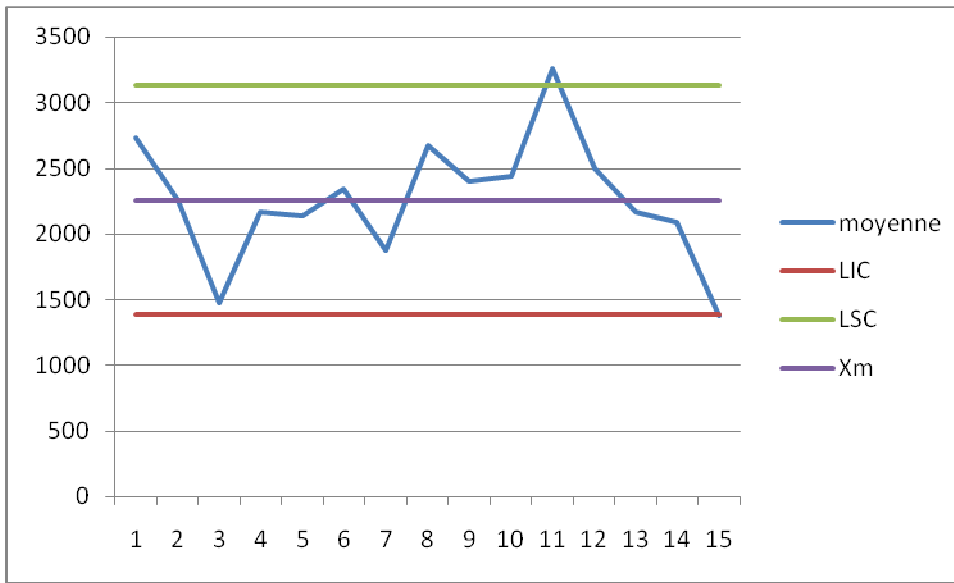
- Limite inferieur en R(LIC) : 0

-Limite supérieur en R (LSC) : 2193.05

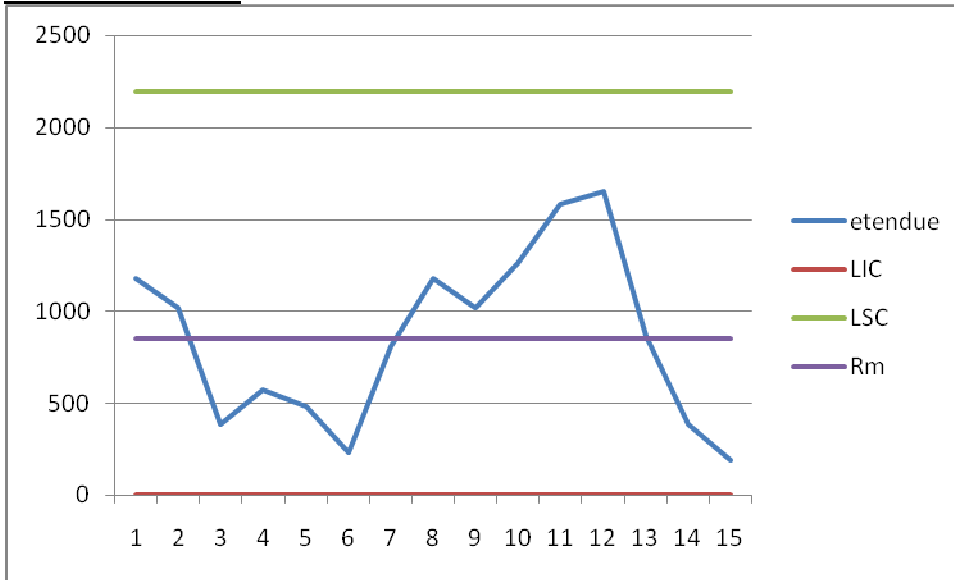


#### Cartes de moyenne :





**Cartes de l'étendue :**



**Interprétation :**

Il y a un seul point qui sort de la limite supérieure de contrôle qui peut être un point aberrant (échantillon 11) dans la carte de la moyenne, cela indique qu'il y a un manque de contrôle statistique. De plus il y a une dispersion des points autour de la ligne centrale.



**II. Carte de contrôle la viscosité du yaourt à boire :**

Les résultats sont obtenus à l'aide d'un viscosimètre à l'écoulement en (s) et viscosimètre BROOKFIELD par (cp).

**B. Tableau des résultats :**

K	viscosite en cp	Moyenne	Etendue
---	-----------------	---------	---------





	X1	X2	X3		
p1	336	694	678	569,33	358
p2	416	549	508	491,00	133
p3	498	750	711	653,00	252
p4	325	502	472	433,00	177
p5	673	780	740	731,00	107
p6	433	750	700	627,67	317
p7	398	644	706	582,67	308
p8	453	738	750	647,00	297
p9	308	568	750	542,00	442
p10	408	564	529	500,33	156
p11	280	356	433	356,33	153
p12	360	412	620	464,00	260
p13	349	402	453	401,33	104
p14	213	398	498	369,67	285
p15	212	423	506	380,33	294
p16	365	501	659	508,33	330
				516,06	248,3125

**Tableau 1 :** Mesures de la viscosité (cp) du yaourt à boire

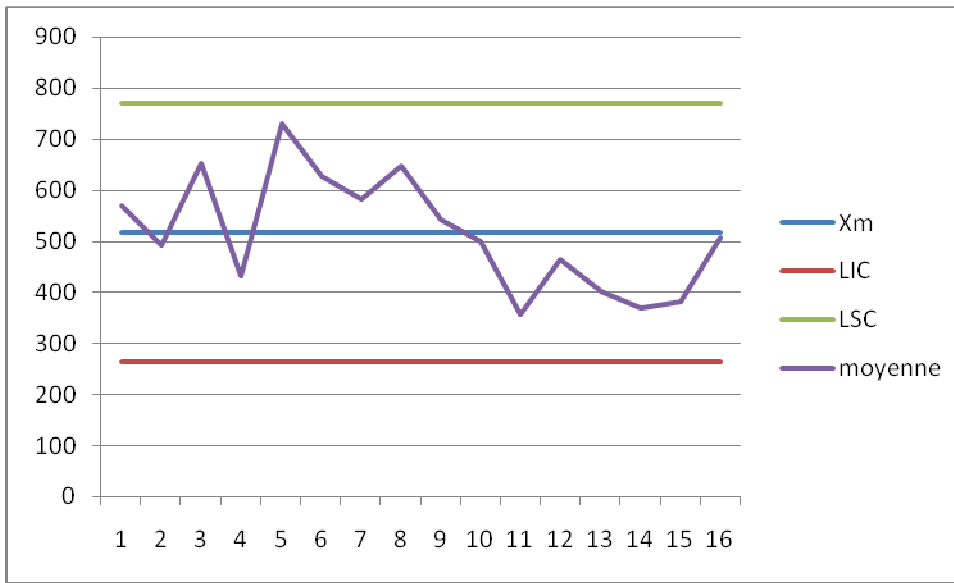
$X_m=516.06$        $R_m=248.31$   
 $X_{max}=731$        $X_{min}= 356.33$       indice=187.33       $R_{max}=442$   
Echelle de X : 169 à 919  
Echelle de R : 0 à 663  
Pour  $n=3$        $A_2 = 1.02$  ;       $D_3=0$  ;       $D_4=2.57$   
Limite inférieure en X(LIC) : 262.79  
Limite supérieure en X(LSC) : 769.87

Limite inférieure en R(LIC) : 0  
Limite supérieure en R(LSC) : 638.16

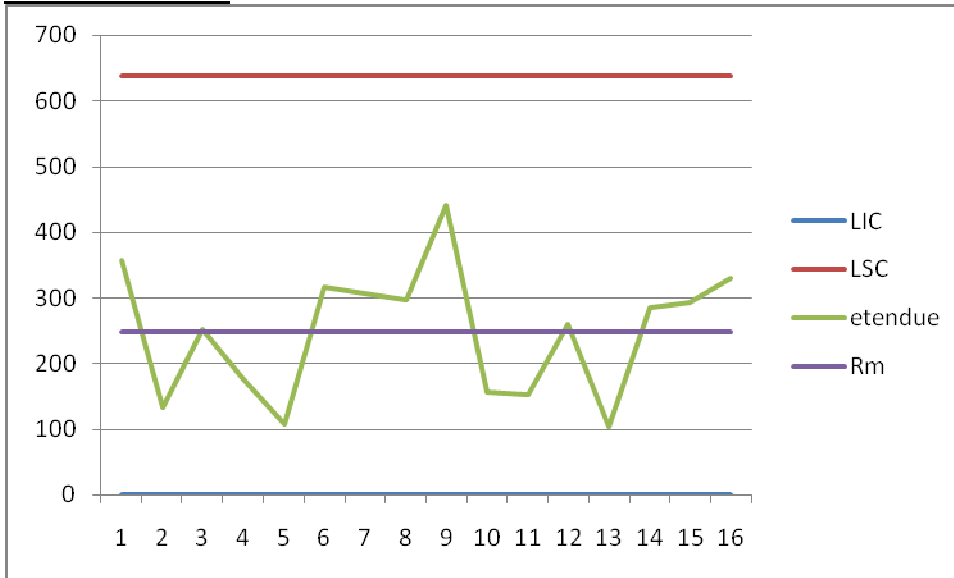


**Carte de moyenne :**





### Carte de l'étendue :



### Interprétation :

Pour les deux cartes de contrôle il n'y a aucun point à l'extérieur des limites de contrôle, par conséquent le procédé réglé et stable, mais il y a une dispersion des points due à un mauvais ajustement.



### III. Carte de contrôle la viscosité du yaourt brassé :

✚ Pour yaourt finesse fruitée :



Les résultats sont obtenus à l'aide d'un viscosimètre BOSTWIK par (cm).

### C. Tableau des résultats :

K	Viscosité en cm			moyenne	Etendue
	X1	X2	X3		
p1	7,75	5,75	5,50	6,33	5,25
p2	8,25	6,00	5,75	6,67	2,50
p3	3,25	2,00	2,00	2,42	1,25
p4	5,00	3,00	2,50	3,50	2,50
p5	4,00	2,50	2,00	2,83	2,00
p6	5,75	4,00	4,00	4,58	1,75
p7	6,00	5,25	5,25	5,50	0,75
p8	6,50	6,00	5,25	5,92	1,25
p9	6,75	5,50	4,00	5,42	2,75
p10	7,00	6,25	4,75	6,00	2,25
p11	8,00	6,75	5,25	6,67	2,75
p12	7,25	6,00	4,75	6,00	2,5
p13	6,75	5,00	4,25	5,33	2,5
p14	9,00	7,00	5,25	7,08	3,75
p15	7,75	5,75	4,25	5,92	3,5
				5,34	2,48

**Tableau :** Mesures de la viscosité (cm) du yaourt finesse fruité

$X_m=5.34$

$R_m=2.48$

$X_{max}=7.08$

$X_{min}=2.42$

indice=2.33

$R_{max}=5.25$

Echelle de X : 9 à 1

Echelle de R : 0 à 7.87

Pour  $n=3$   $A_2 = 1.02$  ;  $D_3=0$  ;

$D_4=2.57$

Limite inférieure en X(LIC) : 2.81

Limite supérieure en X(LSC) : 7.86

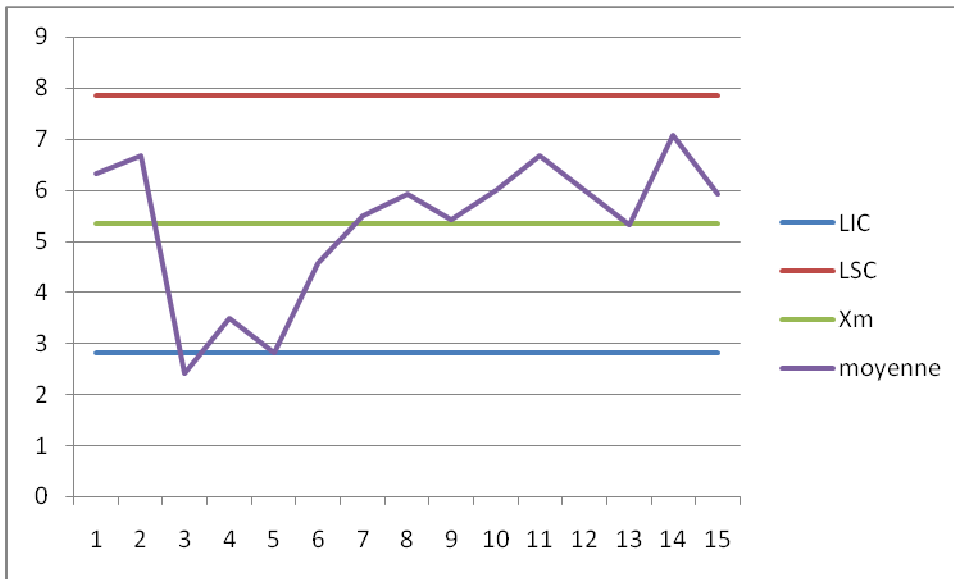
Limite inférieure en R(LIC) : 0

Limite supérieure en R (LSC) : 6.37

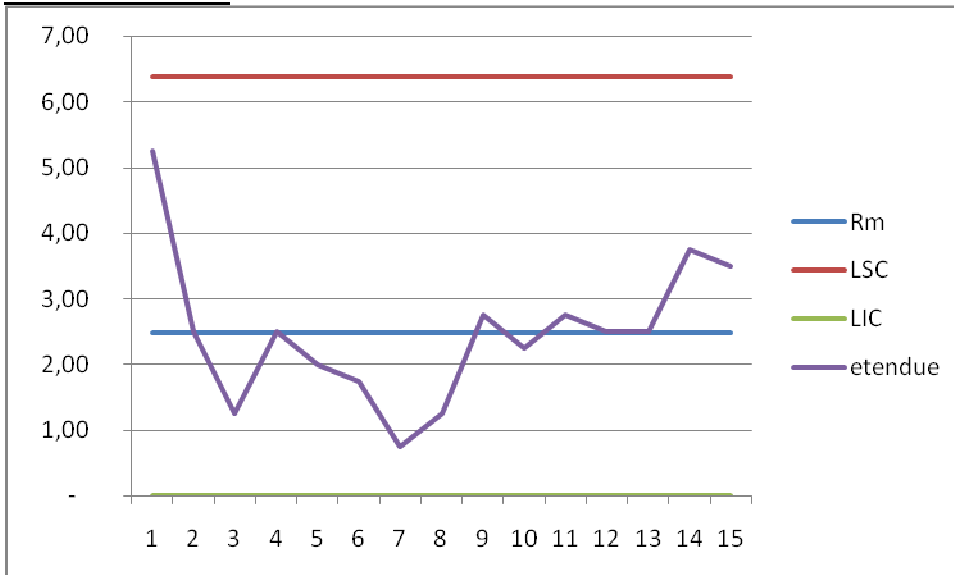


**Carte de moyenne :**





**Carte de l'étendue :**



**Interprétation:**

Il y a un seul point qui sort de la limite inférieure de contrôle qui peut être un point aberrant (échantillon 3) dans la carte de la moyenne, cela indique qu'il y a un manque de contrôle statistique. De plus il y a une grande dispersion des points autour de la ligne centrale.



✚ Pour yaourt finesse nature :

Les résultats sont obtenus à l'aide d'un viscosimètre BOSTWIK par (cm) et viscosimètre BROOKFIELD par (cp).



**D. Tableau des résultats :**

k	viscosite en cm			moyenne	Etendue
	X1	X2	X3		
p1	8,25	6,50	6,00	6,92	2,25
p2	9,00	6,25	5,75	7,00	3,25
p3	8,25	6,25	6,25	6,92	2,00
p4	6,25	5,00	4,75	5,33	1,50
p5	6,75	5,25	5,00	5,67	1,75
p6	6,75	5,25	3,75	5,25	3,00
p7	8,25	6,75	6,25	7,08	2,00
p8	7,25	6,50	5,75	6,50	1,50
p9	7,00	6,00	5,50	6,17	1,50
p10	8,75	6,00	5,25	6,67	3,50
p11	8,50	6,75	6,00	7,08	2,50
p12	7,75	6,00	5,50	6,42	2,25
p13	7,00	5,75	5,00	5,92	2,00
p14	7,25	5,75	5,25	6,08	2,00
p15	6,50	5,00	4,25	5,25	2,25
				6,28	2,22

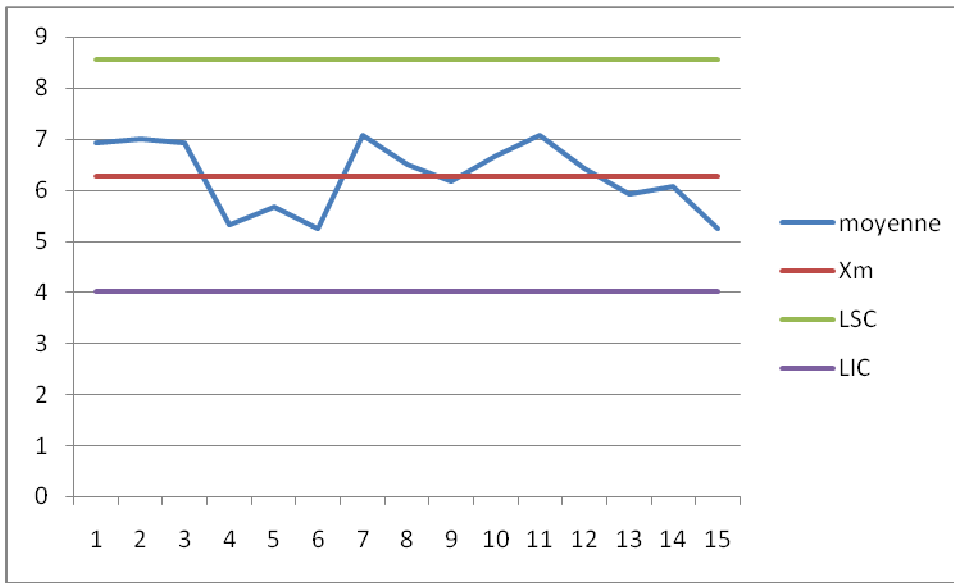
**Tableau1 :** Mesures de la viscosité (cm) du yaourt finesse nature

$X_m=6.28$        $R_m=2.22$   
 $X_{max}=7.08$        $X_{min}=5.25$       indice=0.915       $R_{max}=3.5$   
Echelle de X : 8 à 4.30  
Echelle de R : 0 à 5.25  
Pour  $n=3$        $A_2 = 1.02$  ;       $D_3=0$  ;       $D_4=2.57$   
Limite inferieur en X(LIC) : 4.01  
Limite supérieur en X(LSC) : 8.54  
Limite inferieur en R(LIC) : 0  
Limite supérieur en R (LSC) : 5.70

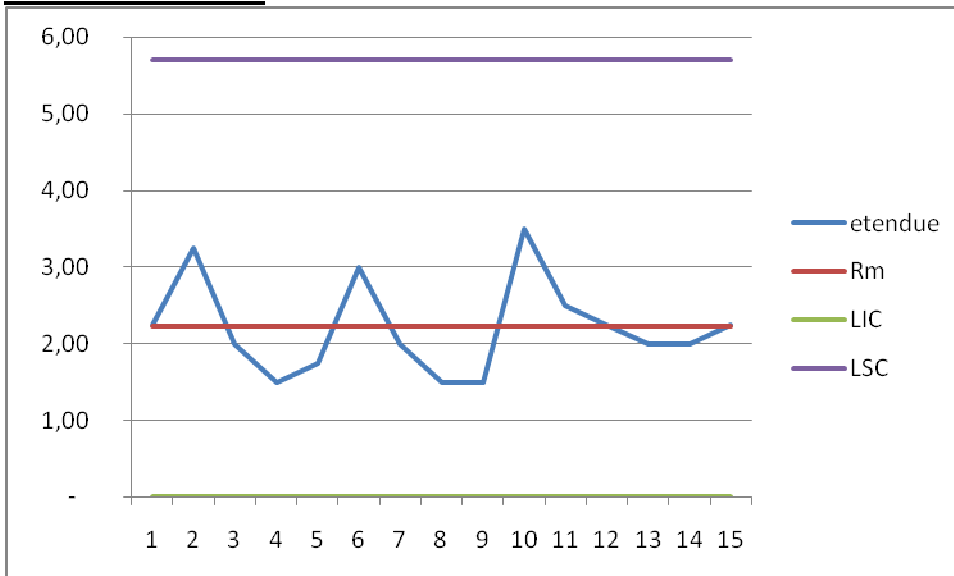


**Carte de moyenne :**





### Carte de l'étendue



### Interprétation :

Pour les deux cartes de contrôle il n'y a aucun point à l'extérieur des limites de contrôle, par conséquent le procédé est considéré réglé et stable, avec moins dispersion des points autour de la ligne centrale.



### E. Tableau des résultats :

K	viscosite en cp			moyenne	Etendue
	X1	X2	X3		



p1	13940	17500	18660	16 700,00	4720
p2	10100	21400	23000	18 166,67	12900
p3	12150	16200	17000	15 116,67	4850
p4	16800	18000	19500	18 100,00	2700
p5	11000	17300	21150	16 483,33	10150
p6	17800	11350	13450	14 200,00	6450
p7	13200	16500	18000	15 900,00	4800
p8	14252	15850	17200	15 767,33	2948
p9	14925	16052	18023	16 333,33	3098
p10	11200	16098	17965	15 087,67	6765
p11	10620	14500	15065	13 395,00	4445
p12	11600	14920	16023	14 181,00	4423
p13	12350	16069	17056	15 158,33	4706
p14	12050	14560	16800	14 470,00	4750
p15	14062	14890	17054	15 335,33	2992
				15 626,31	5379,8

**Tableau 2 :** Mesures de la viscosité (cp) du yaourt finesse nature

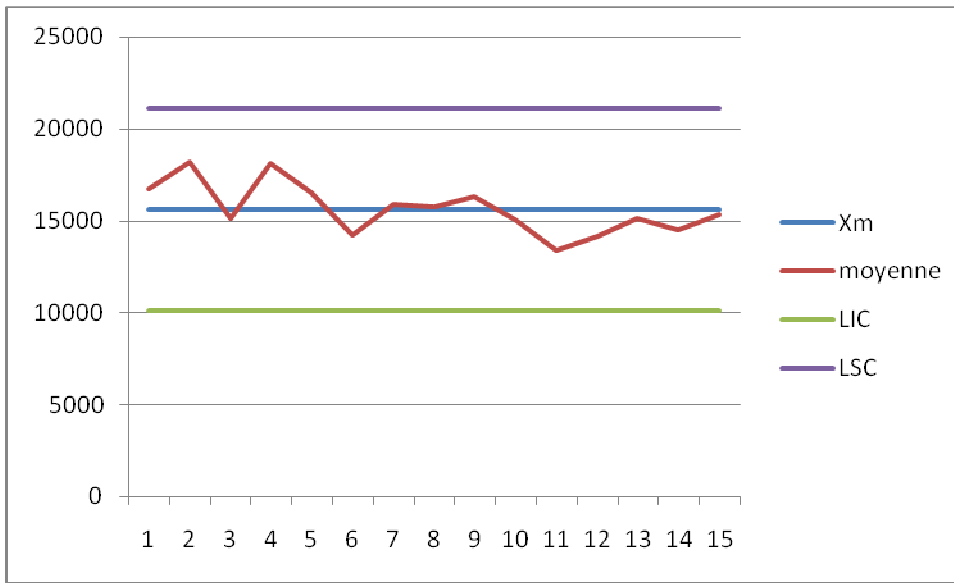
$X_m = 15626.31$        $R_m = 5379.8$   
 $X_{max} = 18166.67$        $X_{min} = 13395$       indice = 2385.83  
 $R_{max} = 12900$   
 Echelle de X : 11000 à 20600  
 Echelle de R : 0 à 19350  
 Pour  $n=3$      $A_2 = 1.02$  ;       $D_3 = 0$  ;       $D_4 = 2.57$   
 Limite inférieure en X(LIC) : 10138.92  
 Limite supérieure en X(LSC) : 21113.7

Limite inférieure en R(LIC) : 0  
 Limite supérieure en R (LSC) : 13826.086

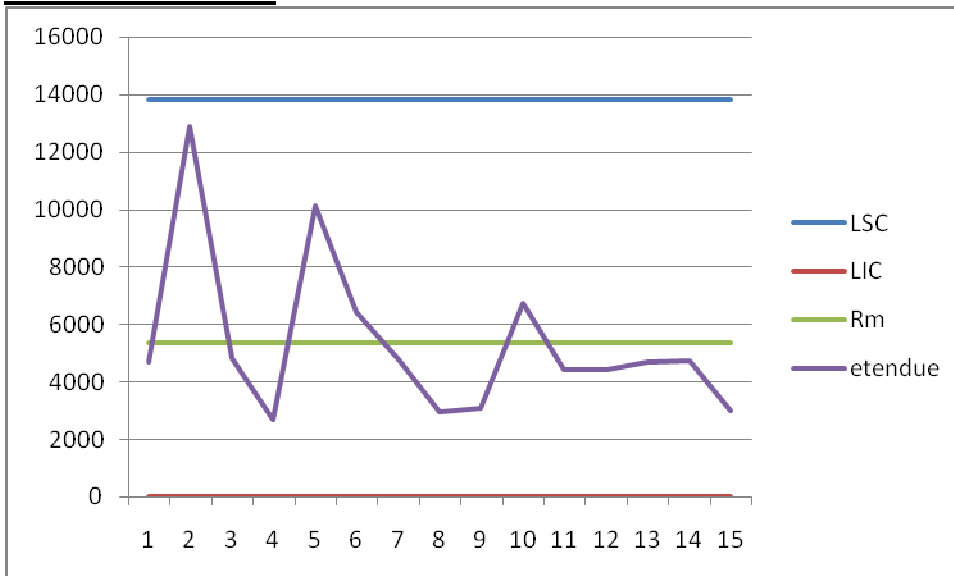


**Carte de moyenne :**





### Carte de l'étendue :



### Interprétation :

Pour les deux cartes de contrôle il n'y a aucun point à l'extérieur des limites de contrôle, par conséquent le procédé est considéré sous contrôle, avec moins dispersion des points autour de la ligne centrale.



### ✚ Pour yaourt crémeux :

Les résultats sont obtenus à l'aide d'un viscosimètre BOSTWIK par (cm) et viscosimètre BROOKFIELD par (cp).

### F. Tableau des résultats :





k	viscosité en cm			moyenne	Etendue
	X1	X2	X3		
p1	10,50	9,75	8,00	9,42	2,50
p2	11,25	9,25	8,25	9,58	3,00
p3	5,25	3,75	3,50	4,17	1,75
p4	6,00	5,00	4,75	5,25	1,25
p5	6,25	5,00	4,75	5,33	1,50
p6	7,75	5,50	4,75	6,00	3,00
p7	6,25	4,00	3,25	4,50	3,00
p8	9,00	7,75	6,50	7,75	2,50
p9	8,50	6,75	5,25	6,83	3,25
p10	6,75	5,50	4,50	5,58	2,25
p11	9,50	8,25	6,75	8,17	2,75
p12	7,25	5,75	4,00	5,67	3,25
p13	10,25	9,25	7,75	9,08	2,50
p14	6,50	5,00	4,25	5,25	2,25
p15	7,25	5,00	3,75	5,33	3,50
				6,53	2,55

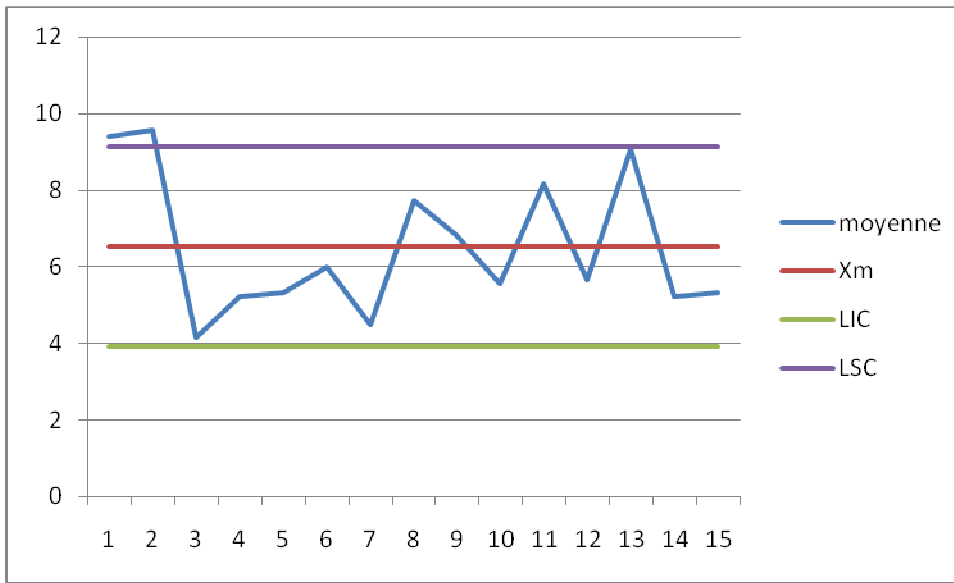
**Tableau 1** : Mesures de la viscosité (cm) du yaourt crémeux

$X_m=6.53$        $R_m=2.55$   
 $X_{max}=9.58$        $X_{min}=4.17$       indice=2.705       $R_{max}=3.5$   
Echelle de X : 1.40 à 12.40  
Echelle de R : 0 à 5.25  
Pour  $n=3$        $A_2=1.02$  ;       $D_3=0$  ;       $D_4=2.57$   
Limite inférieur en X(LIC) : 3.92  
Limite supérieur en X(LSC) : 9.13  
Limite inférieur en R(LIC) : 0  
Limite supérieur en R (LSC) : 6.55

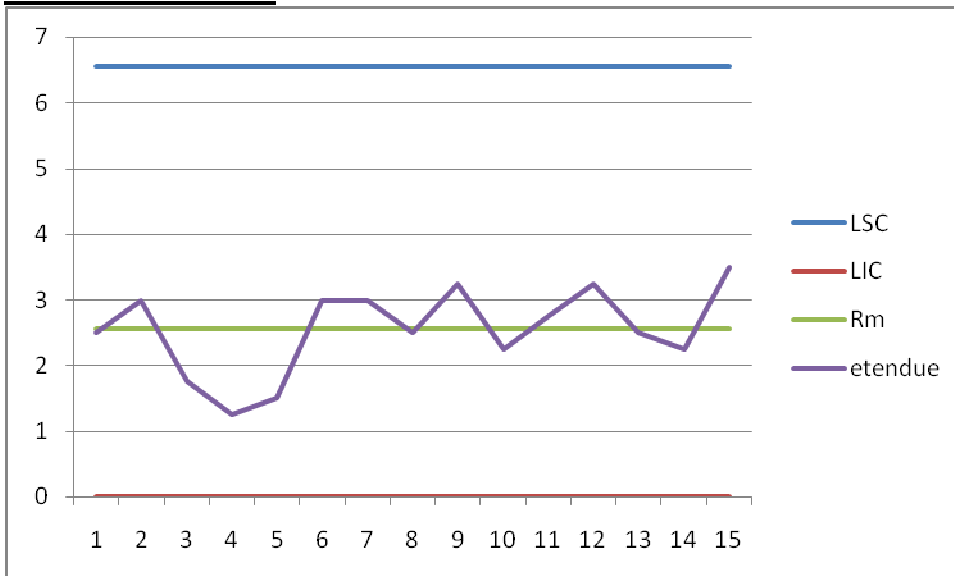


**Carte de moyenne :**





**Carte de l'étendue :**



**Interprétation :**

Il y a deux points qui sortent de la limite supérieure de contrôle qui montre que le procédé à glisse (échantillon 1et2) dans la carte de la moyenne, cela indique qu'il y a un manque de contrôle statistique. De plus il y a une dispersion des points autour de la ligne centrale.



**G. Tableau des résultats :**

k	viscosite en cp	moyenne	Etendue
---	-----------------	---------	---------



	X1	X2	X3		
p1	15920	21360	30000	22 426,67	14080
p2	15750	20000	30400	22 050,00	14650
p3	37400	47600	55400	46 800,00	18000
p4	34500	48000	56000	46 166,67	21500
p5	34000	40000	55000	43 000,00	21000
p6	25040	34600	37000	32 213,33	11960
p7	33200	56600	58760	49 520,00	25560
p8	21020	30080	37500	29 533,33	16480
p9	28300	33600	48600	36 833,33	20300
p10	32353	42900	58700	44 651,00	26347
p11	20920	31560	34670	29 050,00	13750
p12	26450	34500	38820	33 256,67	12370
p13	17340	21780	30104	23 074,67	12764
p14	33290	55487	58730	49 169,00	25440
p15	25083	34200	44080	34 454,33	18997
				36 146,60	18213,2

**Tableau2 :** Mesures de la viscosité (cp) du yaourt cremeux

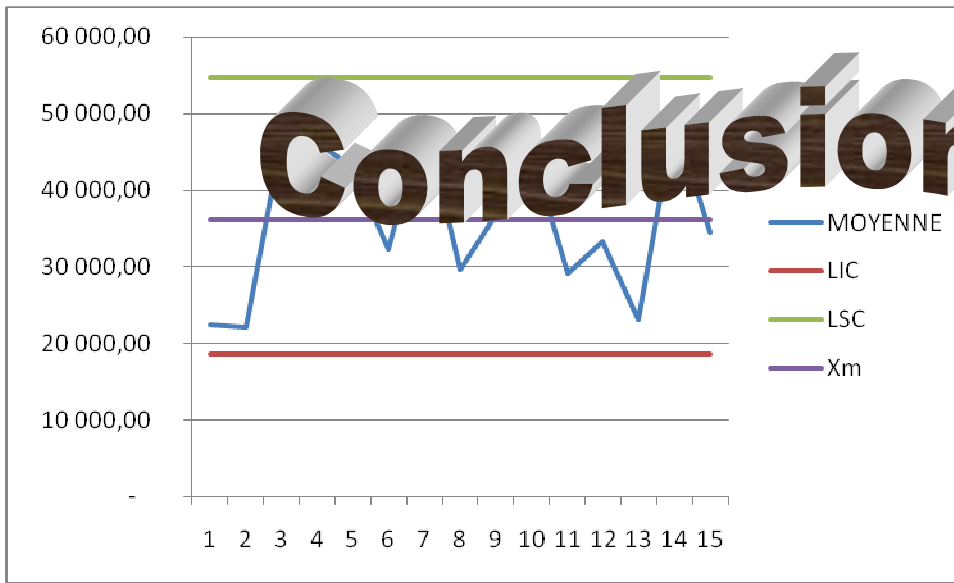
$X_m=36146.60$        $R_m=18213.2$   
 $X_{max}=49520$        $X_{min}= 22050$       indice=13735  
 $R_{max}=26347$   
Echelle de X : 8315 à 63255  
Echelle de R : 0 à 39520.5  
Pour  $n=3$      $A_2 = 1.02$  ;       $D_3=0$  ;       $D_4=2.57$   
Limite inférieure en X(LIC) : 17569.13  
Limite supérieure en X(LSC) : 54724.06

Limite inférieure en R(LIC) : 0  
Limite supérieure en R (LSC) : 46807.92

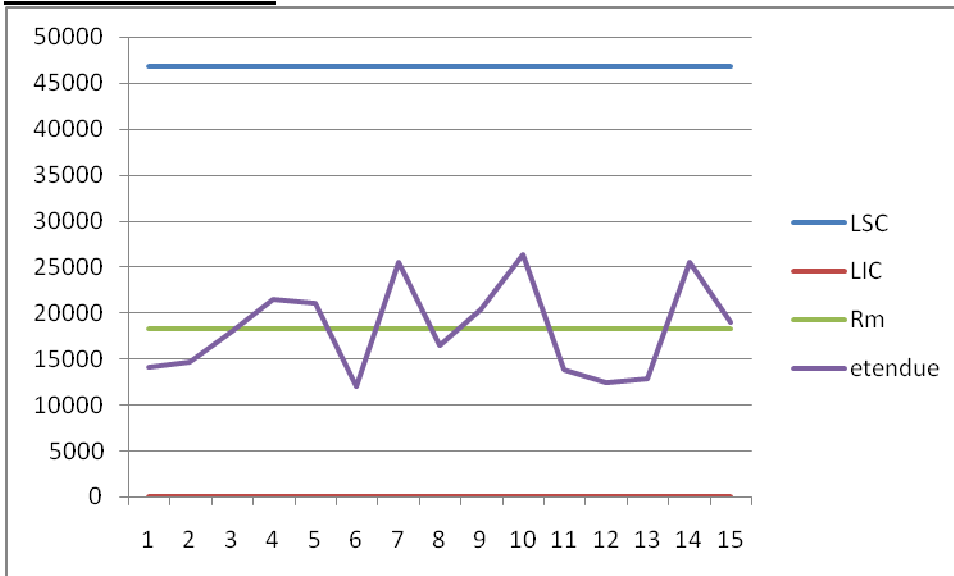


**Carte de moyenne :**





**Carte de l'étendue :**



**Interprétation :**

Pour les deux cartes de contrôle il n'y a aucun point à l'extérieur des limites de contrôle, par conséquent le procédé est considéré sous contrôle, avec moins dispersion des points autour de la ligne centrale.



---

Pendant le déroulement de mon stage, j'ai eu l'opportunité de travailler sur différents aspects de la production des produits laitiers. Ce projet m'a permis d'appliquer et d'enrichir mes connaissances, que je l'ai eu au cours de ma formation.

L'objectif de chaque société est d'améliorer ses processus de fabrication et d'optimiser les coûts se reviens de ses produits tout en restant dans les normes acceptées par la loi.

L'étude réalisée par les cartes de contrôle peut être due à l'engagement de l'usine Oued Nja du domaine royal l'amélioration de la stabilité de ses processus. Les cartes de contrôle qu'on a traitées montrent que le processus de fabrication est sous contrôle, nécessitant quelques ajustements et actions correctives pour qu'ils deviennent stables.

A la fin de ce projet, on peut conclure, qu'il est intéressé à mettre en évidence le rôle important que joue la société du domaine Douiet dans l'actuelle situation de l'industrie agroalimentaire marocaine, grâce à leurs operateurs qui ont pu développer et minimiser le nombre des difficultés qu'ils peuvent rencontrer.



# ANNEXE

Plage de viscosité

Viscosimètres LV (1-4) et RV, HA, HB (1-7)

plage de viscosité		
viscosimètre	Minimum	Maximum
LVDV-1 prime	15	2000000
RVDV-1 prime	100	13300000
HADA-1 prime	200	26600000
HADV-1 prime	800	106400000

Mobiles à ailettes :

Mobile	plage couple	plage contrainte de cisaillement		plage de viscosité cp(mpa s)	
v-71	RV	0,5-5	5-50	262	2620
v-72	RV	2-20	20-200	1110	11100
v-73	RV	10-100	100-1000	5350	53500
v-74	RV	100-1000	1000-10000	54300	543000
v-75	RV	40-400	400-4000	21300	213000

✓ Remarque :

$$1\text{Pa}=10\text{dyn}/\text{cm}^2$$

$$1\text{cp}= \text{mPa}\cdot\text{s}$$

Turbulences possibles à des vitesses supérieures à 10tr/min, pouvant donner des mesures artificiellement plus élevées.

produit	mobile	Vitesse (tr/min)
y finesse nature	RV-3	4
y crémeux	RV-3	2,5
Raïbi	RV-2	10
y a boire	RV-2	50



taille des échantillons	TABLEAU DES CONSTANTES SPC POUR LES VARIABLES MESUREES									
	constantes de calcul de l'écart-type $\hat{\sigma}$			constantes de calcul des limites de contrôle						
				carte de la moyenne $\bar{x}$	carte de l'étendue R	carte de l'écart-type s		carte médiane		
n	dn=d2	cn=C4	bn	A2	A3	D3	D4	B3	B4	A4
2	1.128	0,7979	0,564	1,880	2,659	-	3,267	-	3,267	1,880
3	1.693	0,8862	0,724	1,023	1,954	-	2,574	-	2,568	1,187
4	2.059	0,9213	0,798	0,729	1,628	-	2,282	-	2,266	0,796
5	2.326	0,9400	0,841	0,577	1,427	-	2,114	-	2,089	0,691
6	2.534	0,9515	0,869	0,483	1,287	-	2,004	0,030	1,970	0,548
7	2.704	0,9594	0,888	0,419	1,182	0,076	1,924	0,118	1,882	0,508
8	2.847	0,9650	0,903	0,373	1,099	0,136	1,864	0,185	1,815	0,433
9	2.970	0,9693	0,914	0,337	1,032	0,184	1,816	0,239	1,761	0,412
10	3.078	0,9727	0,923	0,308	0,975	0,223	1,777	0,284	1,716	0,362
11	3.173	0,9754	0,930	0,285	0,927	0,256	1,744	0,321	1,679	-
12	3.258	0,9776	0,936	0,266	0,886	0,283	1,717	0,354	1,646	-
13	-	0,9794	0,941	0,249	0,850	0,307	1,693	0,382	1,618	-
14	-	0,9810	0,945	0,235	0,817	0,328	1,672	0,406	1,594	-
15	-	0,9823	0,949	0,223	0,789	0,347	1,653	0,428	1,572	-
16	-	0,9835	0,952	0,212	0,763	0,363	1,637	0,448	1,552	-



# BIBLIOGRAPHIE

- Chapitre IV Dynamique des fluides visqueux *N. Lebrun, Octobre 2004 Idem +B. Bonnel, Octobre 2006, PDF*
- La viscosité dynamique, PDF
- **Consistomètre de Bostwick: Belgian Office:** Vlamingstraat 4 - 8560 Wevelgem - Tel.: +32 56 43 28 13 - Fax: +32 56 43 28 14 - info@labomat.com - [www.labomat.eu](http://www.labomat.eu) PDF
- Gillet Steve, D.Sc. La viscosité. sa3PDF
- Transformer les produits laitiers frais à la ferme (édition 2010) Par GRET, (le livre)
- <http://bu.umbb.dz/ressources-electroniq/theses-n/genie-alimentaire/AMELLAL-HAYET.pdf>
- Littérature (Tamime and Robinson, 1999, Sodini et al., 2004).
- Littérature (Tamime et al., 1984, Puvanenthiran et al., 2002, Remeuf et al., 2003).
- [http://biochim-agro.univ-lille1.fr/proteines/co/ch1\\_I\\_b.html](http://biochim-agro.univ-lille1.fr/proteines/co/ch1_I_b.html)
- Littérature (Hess et al. 1997, van Marle, 1998).
- S. Kroll, E. Usleber, KJ. Zaadhof & E. Schneider (2000), 'Evaluation of commercial rapid tests for bet-lactam antibiotics in raw milk', *Proceedings of Euroresidue IV Conference on Residues of Veterinary Drugs in Foods*, LA. Van Rinkel & A. Ruiter Eds., Veldhoven, The Netherlands, 693-697
- Cartes\_de\_contrôle.pdf
- Processus contrôle qualité (procédures instructions de poste enregistrement indicateurs).