



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'analyse chimique et contrôle de qualité

TACCQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

**SUIVIE DES ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES DU LAIT
CRU.**

Présenté par :

◆ **ELKHAOUI SOUMIA.**

Encadré par :

◆ **Mr. O .HOUSNI (Centrale laitière).**

◆ **Pr. A. OULMEKKI (FSTF).**

Soutenu Le 13 Juin 2012 devant le jury composé de:

- Pr. A. OULMEKKI.

-Pr. H.BALI.

-Pr .B.IHSSANE.

Stage effectué à

Année Universitaire 2012 / 2013

SOMMAIRE.

Introduction.....	5
Chapitre I : Présentation de la société.	
I.	Vision
général sur la Centrale Laitière	7
1. on	7
2. Historique.....	8
II. Présentation de la Centrale Laitière Meknès	8
1. Historique	8
2. Situation	géographique 9
3. Départements de la Centrale Laitière Meknès.....	10
4. Les produits fabriqués à l'usine	10
5. Effectif.....	1
1	
Chapitre II : Généralité sur le lait, processus de fabrication et contrôle qualité.	
I. Généralité sur le lait	13
1. Définition du lait.....	13
2. Caractéristique du lait cru au récipient	13
3. Propriétés physico –chimiques du lait	14
4. Constituants.....	14
II. Processus de fabrication	15
1. Lait pasteurisé.....	15
2. Fromage frais	16
3. Desserts	17
III. Contrôle qualité	18
1. La qualité organoleptique.....	18
2. La qualité nutritionnelle	18
3. La qualité hygiénique.....	18
IV. Les 5 postes du laboratoire.....	18
1. Poste du contrôle de la matière première	18
2. Poste du contrôle microbiologie.....	18
3. Poste des analyses organoleptiques.....	19
4. Poste de la métrologie	19
5. Poste des analyses physico-chimiques.....	19
Chapitre III : Suivi des analyses physico-chimiques du lait cru.....21	
I. Méthodes officielles.....	22
A. Méthode de kjeldahl	22
1. Minéralisation	22
2. Dosage de l'azote total	23
2.1. Déplacement de NH_4^+ EN NH_3	23
2.2. Isolement de l'ammoniac.....	24
2.3. Dosage de l'ammoniac.....	24
a) Dosage direct.....	24
b) Dosage indirect.....	25
B. Analyse matière grasse	25
a) Définition	25

b) Principe.....	25
c) Mode opératoire du lait cru	25
d) Résultats	25
C. Analyse extrait sec.....	26
1. Extrait sec total.....	26
a) Principe.....	26
b) Mode opératoire.....	26
2. Extrait sec dégraissé.....	26
II. Les analyses physico-chimiques avec le MilKoScan TM FT2	27
1. MilKoScan TM FT2	27
2. Le point de congélation du lait cru	28
a) Définition.....	28
b) Cryoscope.....	28
c) Mode opératoire.....	29
d) La vérification du MilKoScan TM FT2	29
e) La relation entre le point de congélation et l'acidité du lait	32
f) L'effet des fraudes du lait sur le point de congélation du lait.....	33
1. Le mouillage	33
2. L'addition du sucre.....	35
• Conclusion	38

REMERCIEMENT :

Ce travail n'a pas abouti à ses fins que grâce à la haute qualité de l'encadrement de Monsieur OULMEKKI Abdellah. Je tiens à le remercier infiniment pour ses efforts et ses conseils pertinents.

Je tiens à remercier sincèrement toutes personnes qui m'ont aidé de près ou de loin à la réalisation de ce travail, je cite en particulier Monsieur Abdallah

NAOU le Chef d'usine qui m'a permis de réaliser ce stage ainsi que Monsieur HOUSNI responsable de la qualité.

Mes remerciements sont également adressés à tous les autres agents de la Société Centrale laitière pour leur présence à mon côté et leur serviabilité.

Avec tous mes sentiments de gratitude anticipés, veuillez accepter l'expression de ma reconnaissance, admiration et respect.

DÉDICACE :

Je dédie ce travail.

A M .OULMEKKI Abdellah et M. HOUSNI pour leurs précieux conseils et leur soutien.

A mes parents, étant la source de ma vie.

Ainsi qu'à toute ma famille.

A mes amis pour leur fidélité.

À toute personne que j'ai aimée et respectée.

INTRODUCTION :

Ce stage permet de mettre en valeur et de compléter la formation universitaire, il est fondamental de passer un stage au sein d'une entreprise afin d'amener les étudiants à se confronter à des situations réelles, d'élargir leur formation dans le domaine pratique et d'avoir une idée sur la vie professionnelle.

Le choix de « **la Centrale Laitière** » comme lieu de stage trouve sa justification dans la place importante qu'elle occupe dans le secteur laitier au Maroc.

Le sujet de mon stage technique au sein de la centrale laitière de Meknès était de suivre les analyses physico- chimiques du lait cru et plus précisément l'étude du point de congélation du lait cru et sa relation avec les autres paramètres aussi l'effet des fraudes sur la valeur du point de congélation.

Pour ce faire, je juge utile de faire articuler le contenu des pages qui suivent autour des parties suivantes :

- ✓ Présentation de la société "la centrale laitière - Meknès".
- ✓ Généralités sur le lait, Description de processus de fabrication.
- ✓ Service contrôle et gestion de qualité.

- ✓ Suivre des analyses physico-chimiques (plus précisément le point de congélation du lait).
- ✓ Conclusion général.

Chapitre I :

Présentation de la société



I. Introduction générale sur la centrale laitière :

Vision

1. Présentation :

Société anonyme créée en 1940, Centrale Laitière est un groupe de sociétés spécialisé dans l'industrie des produits laitiers et dérivés. Filiale du Groupe ONA depuis 1981

et en partenariat avec le Groupe Danone, Centrale Laitière innove de façon continue en créant des produits sains et équilibrés qui répondent aux besoins et aux attentes du consommateur.

Elle dispose de quatre usines avec des agences commerciales dans les villes de salé, El Jadida, Meknès et Fkih BEN SALEH. Chacune de ces unités est spécialisée dans la fabrication d'un certain nombre de produits donnés comme représenté ci-dessous :

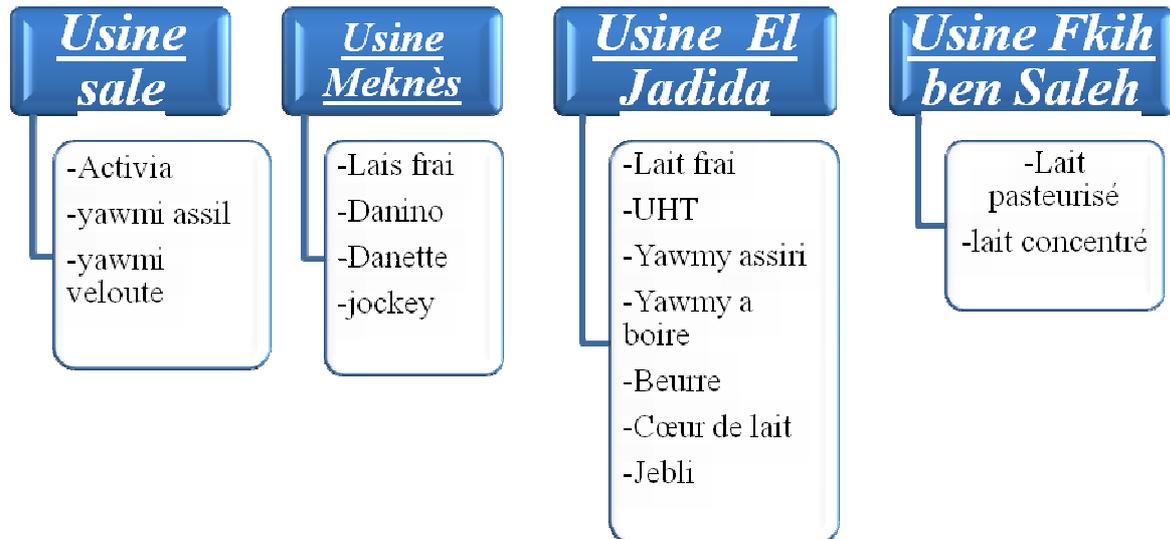


Figure N°1 : unités et activités.

2. Historique :



Figure N°2: Historique de la société

II. Présentation de la centrale laitière Meknès :

1. Historique :

L'usine de Meknès est créée en 1985, l'évolution de la Centrale Laitière de Meknès a été assez régulière, elle se résume en une augmentation croissante des volumes de lait traités (la Centrale traitait 80 000L/jour de lait en 1985, elle en traite environ 300 000 à 420 000 L/Jour aujourd'hui) et en une diversification des produits réalisés (en 1985, l'usine de Meknès ne réalisait que du lait pasteurisé, en 1992 l'atelier fromager est créé, la fabrication des petits suisses Gervais (DANINO) a commencé (nature et aromatisé aux fruits) ainsi que celles des fromages blancs jockey (nature sucré et à la fraise), enfin en 1998, une diversification est mise en place avec la production de "DANY" et dernièrement, vers la fin de 2002, il y a l'apparition de "DANETTE" avec trois arômes (vanille, caramel et chocolat).

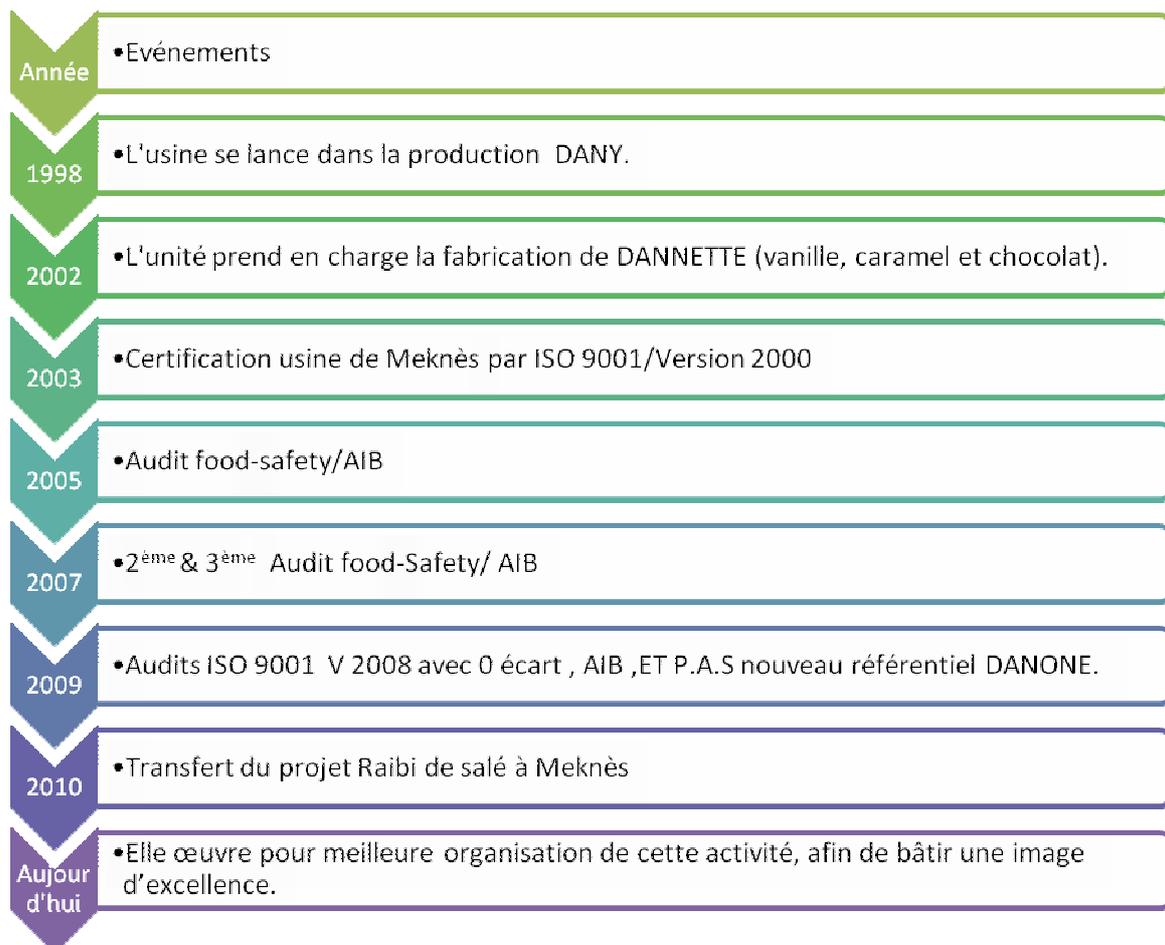


Figure N° 3 : Historique de la Centrale laitière du Meknès .

2. Situation géographique :

La Centrale laitière de Meknès s'est implantée dans l'agglomération rurale de sidi Slimane à une dizaine de kilomètres de Meknès, située à 140 Km de Rabat et à 60 de Fès, la localisation de l'usine et sa position stratégique permet une forte production du lait puisque la région de Meknès est entourée par les plaines fertiles qui précèdent le moyen Atlas, bénéficie d'un dynamisme économique et des ressources agricoles considérables .Aussi elle constitue une porte vers le sud et l'est du pays (Midelt ou Arfoud).

La centrale laitière de Meknès emploie environ 350 personnes qui se répartissent dans les secteurs suivants : l'usine, la production laitière, l'agence commerciale.

3. Départements principaux de Centrale Laitière-Meknès :

Comme les autres sites de Centrale Laitière, celui de Meknès devrait participer efficacement aussi bien à l'amélioration de la situation économique et sociale de l'agriculteur qu'à la satisfaction des besoins des consommateurs en produits laitiers. La centrale laitière - Meknès se compose de trois départements principaux : « **Production laitière; usine ; agence commerciale** ».

4. Les types des produits fabriqués à l'usine de Meknès :

Aujourd'hui, grâce au savoir-faire de ses hommes et à la performance de ses équipements, CENTRALE LAITIERE produit chaque année près de 250 Millions de litres de lait/an conditionné et 100 000 tonnes/an des dérivés.



**Lait Pasteurisé 1 2L
En Carton et Sachet**



**Fromages Frais 80G:
Yawmi Jockey Fraise
et Nature Sucré**



**Fromages Frais 30G:
Nature Sucré
Fraise**



**Drinks 170G:
Jamila Grenadine**



**Desserts Lactés 90G:
Chocolat, Caramel, et Flan
Nappé Caramel**

Figure N° 4 :les produits fabriqués à l'usine de Meknès .

5. Effectif :

L'usine de Meknès dispose d'une équipe qualifiée qui veille sur la bonne organisation de l'usine qui produit 24/24h et 7/7j, cette équipe est répartie de trois groupes chacune travaille 8H par jour, La production d'un élément de C.L passe par plusieurs services .chaque service joue un rôle important pour avoir un produit qui s'adapte au critère de l'organisation mondiale de qualité ISO 9001.

Ces services sont présentés dans l'organigramme suivant :

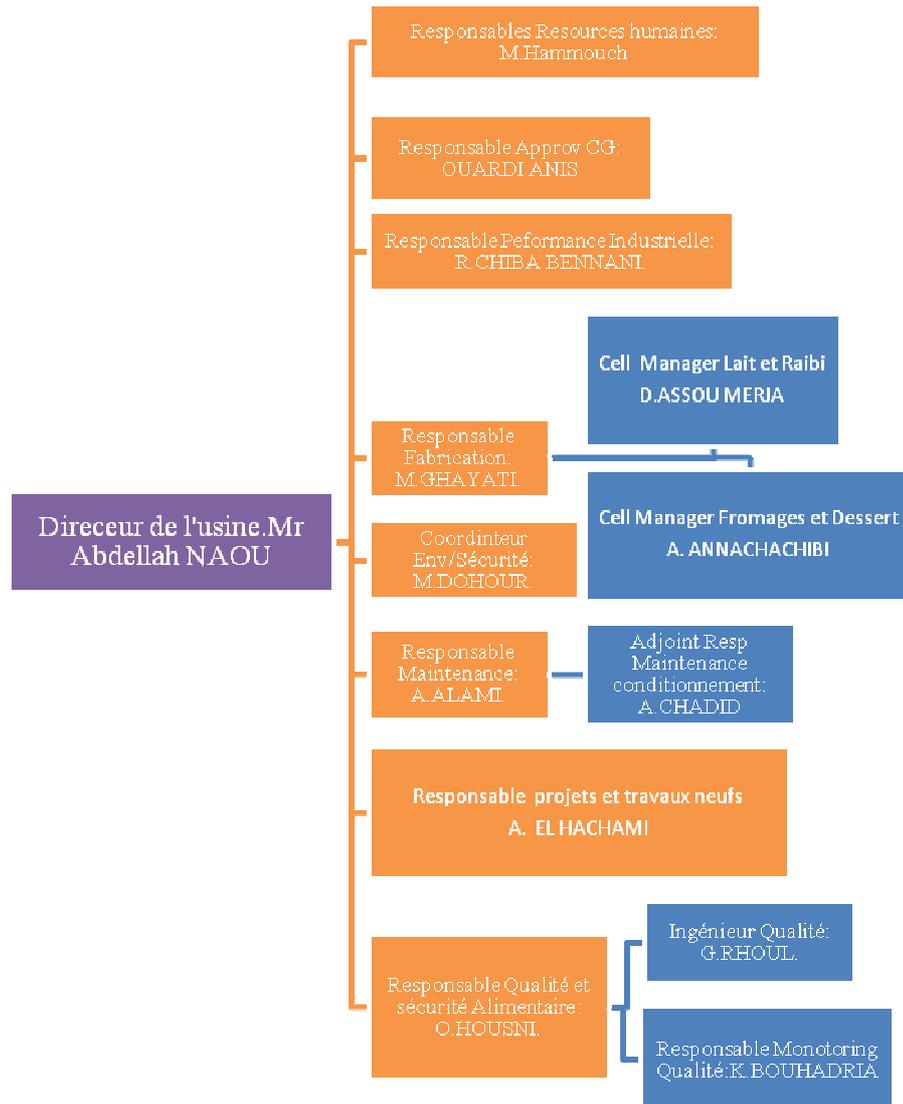


Figure N°5 : l'organigramme de la société

Chapitre II : Généralités sur le lait, processus de fabrication et contrôle qualité

I. Généralités sur le lait :

1. Définition du lait :

Le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum. « Le colostrum est le produit éliminé par la mamelle pendant les 7 jours suivant la mise bas ».

2. Caractéristiques du lait cru à la réception :

CRITERES	CIBLE	ZONE DE CONFORMITE		ZONE DE NON CONFORMETE	
		CIBLE			
POINT DE CONGELATION	-0,510	-0,520	-0,500	<-0,520	-0,195
TEMPERATURE	4	2	6	<2	>8
EXTRAIT SEC DECRAISSE (g/L)	89	88	95	<87	
MATIERE GRASSE (g/L)	35	30	45	<30	
Protéines	30	28	34	<27	
Acidité	15	14	17	≤13	>17
Ph	6,6	6,55	6,8	<6,50	6,80
TEST ALCOOL	74° NEGATIF	68°NEGATIF		68°POSITIF	
TEST EBULTION	NAGATIF	NEGATIF		POSITIF	
INHIBITEURS	ABESENCE	ABSENCE		PRESENCE	
ADJUVANTS DES FRAUDES	ABSENCE	ABSENCE		PRESENCE	

ASPECT	ABSENCE	ABSENCE	PRESENCE
ODREUR	D'ANOMALIE	D'ANOMALIE	D'ANOMALIE
GOUT			
CORPS ETRANGERS	ABSENCE	ABSENCE	PRESENCE

<i><u>Caractères</u></i>	<i><u>Valeur moyenne</u></i>
<i>Densité à 20°C</i>	<i>1,032</i>
<i>Ph</i>	<i>6,6</i>
<i>Acidité titrable (en °D)</i>	<i>16</i>
<i>Température de congélation(en°C)</i>	<i>-0,530</i>
<i>Potentiel d'oxydoréduction (en mV)</i>	<i>-250</i>

3. Propriétés physico-chimiques du lait :

<i>Energie (Kcal /l)</i>	701
<i>Chaleur spécifique (à15°C°) (cal /g /°C)</i>	0,940
<i>Viscosité dynamique à 20°C (cp)</i>	2,20
<i>Activité de l'eau (aw)</i>	0,995

4. Constituants :

Composants	Valeurs extrêmes (g/l)	Valeur moyenne (g/l)
• EAU		• 900
• EST		• 132
✓ Lactose	40 - 60	49
✓ Matière grasse	25 - 45	39
✓ Matières azotées	25 - 40	35
✓ Matière saline	7 - 10	9
✓ Vitamines et enzymes		Traces

II. Processus de fabrication du lait pasteurisé :

1. Lait pasteurisé :

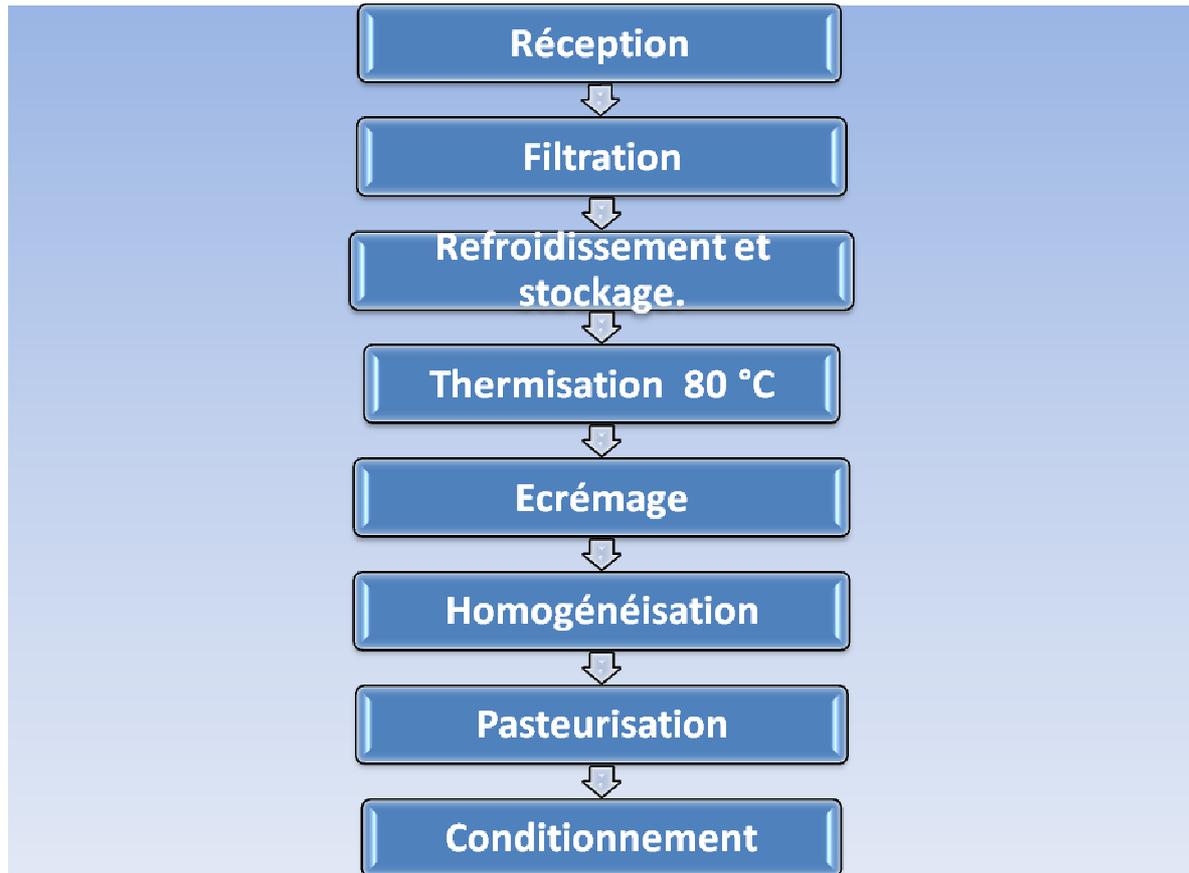


Figure N°6 : Processus de fabrication du lait pasteurisé.

2. Fromage frais :

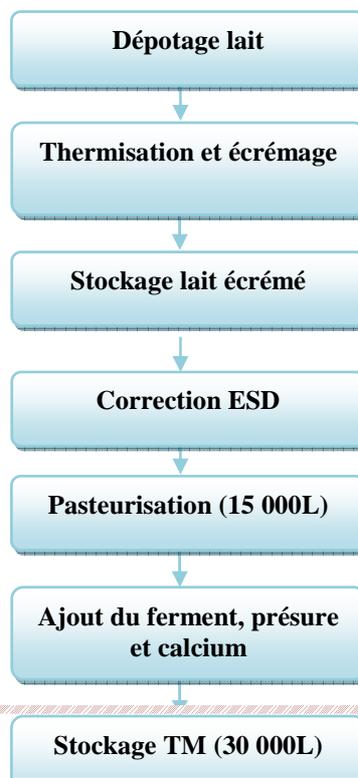


Figure N°7 : Processus de fabrication du fromage frais.

3. Desserts :

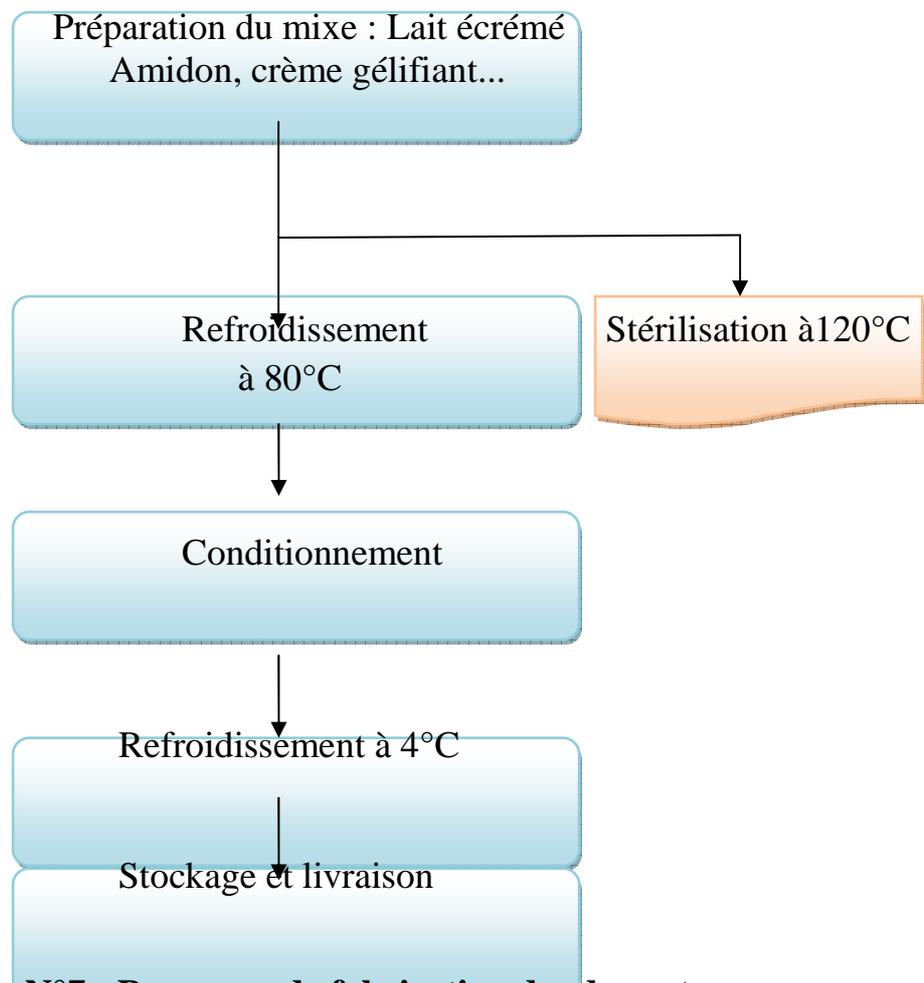


Figure N°7 : Processus de fabrication du dessert.

III. Contrôle qualité :

La qualité en industrie agroalimentaire revête plusieurs concepts, mais celle liée à l'aliment se scinde en trois aspects :

1. La qualité organoleptique :

La qualité organoleptique qui se rapporte au goût, texture, odeur, couleur du produit

2. la qualité nutritionnelle :

La qualité nutritionnelle qui est l'aptitude de l'aliment à nourrir le consommateur.

3. La qualité hygiénique :

La qualité hygiénique qui traduit la non toxicité et la salubrité du produit.

Ce laboratoire a pour mission de mener à bien la démarche qualité au sein du système de management intégré, prenant au compte la sécurité du consommateur à travers le système HACCP.

IV. Les cinq postes du laboratoire :

1. Poste de contrôle de la matière première et ultra propre :

Assure à la réception, le contrôle de la qualité de toute matière première destinée à la fabrication : ingrédients, emballages, arômes et les lessives.

2. Poste des contrôles microbiologiques :

Le lait et ses produits dérivés constituent un milieu favorable pour le développement des bactéries, levures et moisissures. Un suivi microbiologique est donc indispensable.

Des tests microbiologiques sont effectués sur le produit fini et les produits intermédiaires à toutes les étapes de la fabrication ; ainsi, les germes totaux sont recherchés sur les produits non fermentés (laits pasteurisés, crèmes, sirops et fruits), les levures et les moisissures sont recherchés sur tous les produits excepté le lait pasteurisé et enfin les coliformes sur tous les produits sans exception.

3. Poste des analyses organoleptiques :

Dans ce poste sont effectuées, sur les fromages, les desserts lactés et le lait pasteurisé, les analyses suivantes : taux de matières grasses, acidité, taux d'extrait sec et viscosité, et les tests concernant le goût, l'aspect et la consistance. Ces analyses sont faites à jour j+1 par les méthodes officielles, et à la fin, une note globale est donnée au produit fini.

Ces mêmes tests sont refaits à la date de péremption du produit.

4. Poste de la métrologie :

Son rôle est la mise en place d'une gestion adéquate des équipements notamment par la vérification, l'étalonnage et le raccordement des étalons de l'usine aux

étalons calibrés et certifiés par un organisme national ou international afin de garantir la fiabilité des mesures.

5. Poste des analyses physico-chimiques :

Plusieurs tests et analyses sont effectués à tous les niveaux de la fabrication depuis la réception du lait jusqu'au produit fini:

➤ **Acidité titrable :**

Due à l'apparition des acides organiques notamment l'acide lactique. on prélève un échantillon de 10ml de lait auquel on ajoute 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine, avec une solution de soude de normalité égale 9N, on le titre et au virage de la rose pale on arrête le titrage .le volume de la soude versé multiplié par 10 donnera l'acidité de lait en degré dronic.

➤ **L'acidité potentiométrique :**

Mesurée par un pH-mètre, sa valeur égale à moins le logarithme décimal de la concentration des ions H^+ en solution.

➤ **Stabilité aux alcools:**

Le lait subissant un traitement thermique élevé doit être de très bonne qualité, il est particulièrement important que les protéines du lait cru n'entraînent pas d'instabilité thermique. La stabilité à la chaleur des protéines peut se déterminer rapidement à l'aide d'un test d'alcool, si on mélange des échantillons du lait à des volumes égaux de solution d'alcool éthylique, plus la concentration de la solution d'alcool n'est élevée sans qu'il se produise de floculation et plus la stabilité thermique du lait est bonne.

Chapitre III : Suivie des analyses physico –chimiques du lait cru.

surveillance de leurs états fonctionnels. Ces analyses sont les suivantes :

Méthode de Kjeldahl:(Détermination du taux de protéine).

Principe :

Dans un produit biologique (lait, sérum...) l'azote peut se trouver sous forme minérale et organique (protéines, phospho-amino-lipides...) ; pour le doser dans sa totalité, il faut détruire les composés organiques de manière à obtenir tout l'azote sous une même forme minérale. On effectue pour cela une minéralisation. L'azote est ensuite dosé par dosage acide-base.

1. Minéralisation :

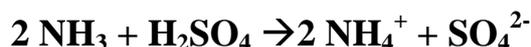
La minéralisation est effectuée à l'aide d'un excès d'acide sulfurique concentré et chaud, en présence d'un mélange de catalyseurs (K_2SO_4 et CuSO_4).



ATTENTION DANGEREUX :

Pas de prélèvement d'acide à la bouche, utiliser une éprouvette. Porter des lunettes pour protéger les yeux d'éventuelles projections.

En présence d'acide sulfurique concentré et chaud, le carbone, l'oxygène, l'hydrogène et l'azote des composés organiques se retrouvent sous forme de CO_2 , H_2O et NH_3 . L'acide sulfurique étant en excès, on a :



L'azote total est donc obtenu sous la forme minérale NH_4^+ (ion ammonium).

Au cours de la minéralisation, l'acide sulfurique est partiellement décomposé et réduit en SO_2 et SO_3 qui forment des fumées blanches irritantes et toxiques.



ATTENTION DANGEREUX :

Il faut effectuer la minéralisation sous une hotte ou sur une rampe de minéralisation munie d'un système permettant de capter ces vapeurs.

L'utilisation d'un mélange de catalyseurs permet d'avoir une minéralisation plus rapide

- K_2SO_4 permet d'élever la température d'ébullition de l'acide sulfurique à 350-400°C ; on peut ainsi effectuer la minéralisation à ces températures sans avoir de pertes trop importantes d'acide sous forme de vapeurs ;

- CuSO_4 est le catalyseur de minéralisation proprement dit : il augmente la vitesse de la minéralisation.

2. Dosage de l'azote total :

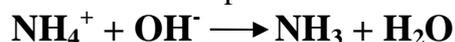
Après minéralisation, l'azote se trouve sous forme de NH_4^+ . Le dosage de l'azote total est un dosage acido-basique. Les ions ammonium se trouvant dans un excès d'acide sulfurique, on ne peut les doser directement. Dans un premier temps on va donc déplacer les ions ammonium sous forme de NH_3 (ammoniac), puis il faudra récupérer l'ammoniac seul pour pouvoir le doser à l'aide d'une solution étalonnée d'acide fort. Pour isoler l'ammoniac on procède par **distillation**.

2.1 Déplacement de NH_4^+ en NH_3 :

Pour transformer les ions ammonium en ammoniac, on doit alcaliniser le minéralisat ; pour cela on utilise un large excès de base forte : **la lessive de soude**.

ATTENTION TRÈS DANGEREUX :
Verser la lessive de soude lentement dans un minéralisat parfaitement refroidi et en portant des lunettes de protection.

Le minéralisat est ainsi tout d'abord neutralisé puis alcalinisé. On a alors :



La lessive de soude étant en excès, tous les ions ammonium sont transformés en ammoniac et donc tout l'azote se retrouve sous forme de NH_3 .

2.2. Isolement de l'ammoniac :

Il est réalisé par distillation : on chauffe le minéralisat alcalinisé, le NH_3 se dégage sous forme de vapeurs que l'on capte, que l'on condense et que l'on recueille pour le dosage.

2.3. Dosage de l'ammoniac :

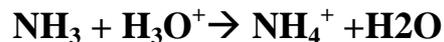
On peut procéder par dosage direct ou par dosage en retour.

a. Dosage direct :

L'ammoniac est recueilli dans une solution d'acide borique (H_3BO_3). L'acide borique est un acide faible qui ne réagit pas avec l'ammoniac, il sert simplement de piège à ammoniac. (Il doit être en excès par rapport à l'ammoniac).

L'ammoniac ainsi piégé est neutralisé au fur et à mesure de son arrivée par une solution étalonnée d'acide fort (HCl ou H_2SO_4) en présence d'un indicateur coloré : l'indicateur de Tashiro ou indicateur RB (mélange de rouge de méthyle et de bleu de méthylène) amené au préalable à sa teinte sensible (gris).

On a:



(Lorsque l'ammoniac arrive dans l'acide borique il alcalinise le milieu qui vire au vert, on verse alors la solution étalonnée d'acide fort pour ramener l'indicateur à sa teinte sensible).

b. Dosage indirect :

L'ammoniac est recueilli dans un volume connu et en excès d'une solution étalon d'acide fort (HCl ou H_2SO_4). L'excès d'acide est ensuite dosé à l'aide d'une solution étalonnée de base forte, en présence d'un indicateur coloré. On a:



B. Analyse matière grasse :

a) Définition :

La matière grasse dans le lait joue un rôle déterminant dans l'appellation d'une variété ; le lait écrémé est celui qui contient un maximum de 0,3 % de matière grasse, le lait demi écrémé contient la moitié de la teneur moyenne en graisse d'un lait naturel et le lait entier contient la quantité de matière grasse d'un lait naturel.

b) Principe:

La détermination du taux de matière grasse pour chaque produit se fait en ajoutant une quantité donnée d'acide sulfurique concentré au produit qui dissout la caséine et les phosphates insolubles, puis par l'adjonction d'alcool amylique on facilite la séparation de la matière grasse qui s'effectue sous l'influence de la chaleur et de la force centrifuge.

c) Mode opératoire du lait cru :

Dans un butyromètre à laits nettoyé et égoutté on introduit 10ml d'acide sulfurique en évitant de mouiller le col du butyromètre.

On ajoute dans le butyromètre 1ml du lait crue.

On ajoute 1ml d'alcool iso amylique.

Après avoir fermé le butyromètre avec un bouchon sec on l'agite latéralement puis par 3 retournement complet.

On équilibre la centrifugeuse par 2butyromètres de même poids placés symétriquement.

d) Résultats:

Le taux de matière grasse est :

Hauteur de la colonne de butyromètre $\times 10$
--

C. Analyse extrait sec :

1. Extrait sec total :

a) Principe:

On entend par résidu sec total ou matière sèche totale, substance sèche ou extrait d'un produit, tout ce que contient ce produit sauf l'eau. Cela est assuré par un séchage à l'étuve pendant 3 heures à température de 103 °C puis au dessiccateur.

b)

ode opératoire :

- écher les capsules en métal dans l'étuve à 103°C pendant 2h
- es identifier par un numéro
- es refroidir dans un dessiccateur pendant 30mn
- endre l'échantillon homogène par simple agitation
- eser la capsule vide au préalable soit (M0)
- eser 5g à 1mg près du produit soit (P)
Dans un bain marie à trous bouillant
 - lacer les capsules découvertes pendant 30mn
 - istance entre capsules et eau doit être de 5cm

M

S

L

L

R

P

P

P

D

- Dans une étuve 103°C pendant 3h
- refroidir les capsules dans un dessiccateur avec déshydratation pendant 30 mn
- peser les capsules à 0,1 mg près soit (M1)

R

P

Résultat :

$$\text{EST (g /Kg)} = (M_1 - M_0) / P \times 1000$$

2. Extrait sec dégraissé :

L'extrait sec dégraissé ou matière sèche dégraissée exprime la teneur du lait en éléments secs débarrassés de la matière sèche totale. Elle est presque toujours voisine de 90 grammes par litre.

Une valeur inférieure à 87 permet de suspecter le mouillage du lait.

$$\text{ESD (g /L)} = [(\text{EST (g L/kg)} \times d - \text{MG (g/L)}) / (1 - [\text{MG (g/L)}/920])]$$

Abréviation

(ESD : extrait sec dégraissé, EST : extrait sec total, MG : Matière grasse)

II. Les analyses physico -chimiques avec le MilkoScan™ FT2:

La majorité des analyses physico- chimiques Dans la Centrale Laitière sont réalisés à l'aide de MilkoScan™ FT2, car avec ce dernier, on peut faire plusieurs analyses dans 30 secondes. Mais aussi les techniciens de laboratoire doivent faire ces analyses avec les méthodes officielles au moins deux fois par semaine pour vérifier que le MilkoScan™ FT2 est bien calibré.

1. MilkoScan™ FT2:

MilkoScan™ FT2 est un analyseur destiné au contrôle de production, au contrôle des produits finis et à l'analyse de paiement. Il a spécialement été développé pour mesurer les matières premières et produits laitiers finis en un minimum de traitement des échantillons avant l'analyse. De plus, il a été conçu pour être installé dans un environnement de production.

Avec le MilkoScan™ FT2 le technicien de laboratoire prépare seulement l'échantillon comme il est indiqué dans l'image ci-dessous. Le MilkoScan™ FT2 donne les résultats des analyses (la Matière grasse, le taux des protéines, l'acidité, le point de congélation du lait ...) après 30 secondes.



Mon objectif à travers ces analyses physico –chimiques du lait cru, c'est d'abord, l'étude du point de congélation du lait cru, ensuite, sa relation avec les autres paramètres et enfin, l'effet des fraudes sur la valeur du point de congélation.

a) Définition :

Point de congélation du lait : Le point de congélation ou température de congélation ou point cryoscopique du lait de vache est de $-520\text{m}^{\circ}\text{C}$. Il existe des variations normales du point de congélation de - 480 à - 530 d'après (Centrale laitière) et des variations anormales comme l'altération par fermentation lactique, l'addition de (sel soluble, sucre) et l'addition de l'eau. La détermination du point de congélation est l'une des caractéristiques les plus constantes du lait. On mesure le point de congélation avec un MilkoScan™ FT2 **ou bien avec cryoscope (Méthode officielle).**

b) Cryoscope :

Cette cryoscope est utilisé pour la détermination très précise de la teneur en solvant (eau) de lait. Quand un soluté est dissous dans un solvant pur, les propriétés concentratives du changement de solvant (moins raisonnable limites), en proportion directe de la concentration en soluté. Une de ces propriétés est le point de congélation, ce qui peut être utilisé pour déterminer la concentration de l'eau dans le lait à haute précision.



Figure N°9 :le cryoscope.

c) Mode opératoire :

Matériel	<ul style="list-style-type: none">• Tube de cryoscope• Micropipette
Préparation d'échantillon	Mettre 2 ml de lait dans le tube
Prise d'essai	<ul style="list-style-type: none">• Mettez l'ensemble dans le bloc de cryoscope• Appuyer sur start
Expression des résultats	<ul style="list-style-type: none">• Après arrêt automatiquement du cryoscope• La valeur et affichée, elle est exprimée en (m°C)

d) La vérification des valeurs du point de congélation du lait données par le MilkoScanTMFT2 :

Pour cette raison on 'a fait des cartes de contrôle (une fois par semaine) pour contrôler la différence entre les valeurs du point de congélation du lait avec le cryoscope (Valeurs de référence) et valeurs lues sur le MSC FT2.

Définition :

Les cartes de contrôle: C'est une méthode graphique qui permet de visualiser les variations du procédé dans le temps et de juger si statistiquement un dérèglement s'est produit.

N° des producteurs	valeurs lues sur le MSC FT2	Valeurs de référence	Ecart individuel	Limite Monitoré +	Limite Monitoré -	Limite surveillé +	Limite surveillé -
1	507,00	503,00	4,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
2	480,00	478,00	2,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
3	514,00	516,00	-2,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
4	518,00	518,00	0,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
5	502,00	502,00	0,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
6	492,00	493,00	-1,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
7	522,00	525,00	-3,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
8	516,00	515,00	1,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
9	504,00	505,00	-1,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
10	470,00	471,00	-1,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
11	500,00	497,00	3,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
12	517,00	517,00	0,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
13	519,00	517,00	2,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
14	520,00	519,00	1,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00
15	515,00	517,00	-2,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00

Tableau N°1 : les calculs de la carte de contrôle de citerne EL-HAJEB .

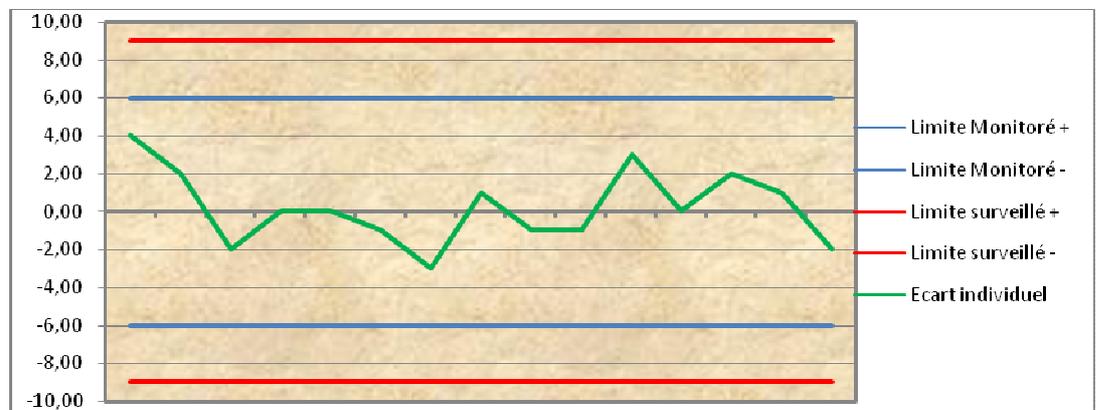


Figure N°10 : carte de contrôle de citerne EL-HAJEB.

Cette Carte de contrôle montrant que le procédé est sous contrôle statistique parce que tous les points sont entre les deux limites surveillé donc le MSC FT2 est bien calibrer avec le cryoscope.

N° de producteurs	valeurs lues sur le MSC	Valeurs de référence	Ecart individuel	Limite Monitoré +	Limite Monitoré -	Limite surveillé +	Limite surveillé -
-------------------	-------------------------	----------------------	------------------	-------------------	-------------------	--------------------	--------------------

	FT2							
1	509	506,00	3,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
2	521	523,00	-2,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
3	463	456,00	7,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
4	494	506,00	-12,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
5	524	522,00	2,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
6	527	528,00	-1,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
7	526	527,00	-1,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
8	523	514,00	9,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
9	517	516,00	1,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
10	525	523,00	2,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
11	531	538,00	-7,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
12	554	572,00	-18,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
13	532	538,00	-6,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
14	526	533,00	-7,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
15	528	538,00	-10,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	
16	529	521,00	8,00	6,00	-6,00	9,00	-9,00	

Tableau N°2 : les calculs de la carte de contrôle de citerne TIFELT.

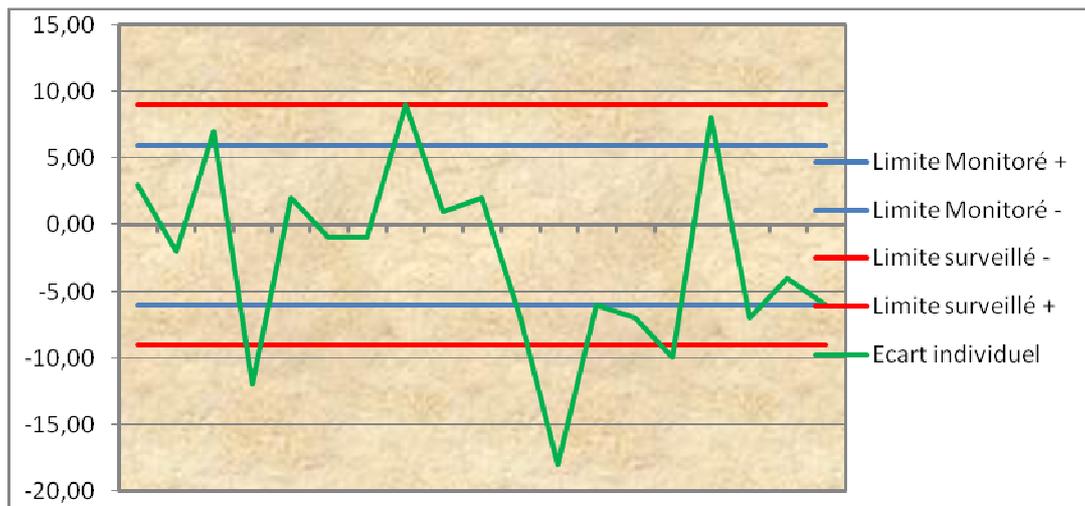


Figure N°11 : carte de contrôle de citerne TIFELT.

Cette Carte de contrôle montrant que il y'a 4 points en dehors des limites surveillé donc il faut faire une calibration pour MSC FT2 pour avoir des bonne résultats.

e) La relation entre le point de congélation du lait et l'acidité du lait

- **FPD : c'est le point de congélation du lait.**

ID	MG	ESD	PROT	FPD	Acidité
A0	32,48	91,3	30,47	504	15,41
A1	32,99	91,54	30,76	511	17,95

A2	33,52	91,7	30,91	518	21,76
A3	33,88	91,79	30,8	527	25,82
A4	33,99	91,76	30,94	547	31,09

Tableau N°3 : résultats des analyses physico-chimiques du lait cru .

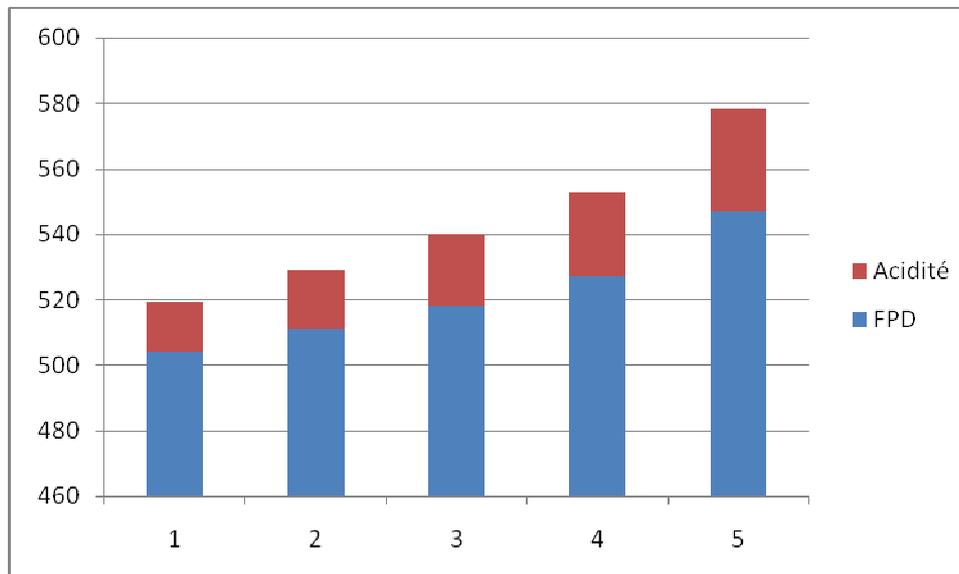


Figure N°12 : représentation graphique de l'effet de l'acidité sur le point de congélation du lait cru .

D'après le graphe on voit que si l'acidité du lait augmente, son point de congélation augmente directement. Si l'acidité est très élevée le MSC FT2 et le cryoscope n'arrivent pas à déterminer la valeur du point de congélation du lait.

f) L'effet des fraudes du lait cru sur le point de congélation du lait .

Il y a plusieurs types de fraudes du lait parmi elles on trouve :

- L'addition de l'eau (Le mouillage).
- L'addition du sucre.
- L'addition du sel.

1. Le mouillage :

Le mouillage consiste à ajouter au lait des liquides ou des substances diverses (eaux, lactosérum, conservateur) dans le but d'augmenter le volume de lait mis en vente ou d'améliorer sa qualité microbiologique.

Le mouillage le plus fréquent est l'addition d'une substance sans valeur comme l'eau qui modifie la composition originelle du lait.

Les résultats :

ID	MG	ESD	PROT	FPD	Acidité
1	36,49	91,68	31,07	520	14,71
2	38,41	95,9	32,03	523	15,86
3	30,58	95,23	32,75	529	15,85
4	37,66	93,2	28,97	539	13,1
5	40,45	93,51	32,39	524	16,74
6	34,32	89,75	30,76	513	13,64
7	36,48	92,16	30,34	525	15,8
8	38,44	94,83	32,88	531	14,41
9	42,03	90,45	29,66	531	14,73
10	35,53	96,66	34,03	530	15,05

Tableau N°4 : lait normal

Ce tableau présente les résultats des analyses physico- chimiques des échantillons de lait cru normal. La colonne en rouge présente les valeurs du point de congélation dans chaque échantillon. On remarque que ces valeurs sont dans les normes donc il n'a pas des fraudes dans ce lait.

ID	MG	ESD	PROT	FPD	Acidité
1	28,84	87,81	22,74	433	14,51
2	33,25	85,89	25,59	465	15,66
3	28,1	88,30	27,25	471	15,65
4	32,34	89,03	22,9	453	13,1
5	35,5	87,01	26,39	455	16,44
6	29,29	84,8	24,04	464	13,24
7	33,92	89,8	25,41	456	15,4
8	32,03	87,4	25,14	468	14,21
9	36,55	80,4	23,72	479	14,43
10	31,39	89,6	27,7	469	15

**Tableau
N°5 : lait
après
l'addition
de l'eau**

Ce tableau présente les résultats des analyses physico- chimiques des échantillons de lait cru mouiller. La colonne jaune présente les valeurs du point de congélation dans chaque échantillon, on remarque que ces valeurs ne sont pas dans les normes.

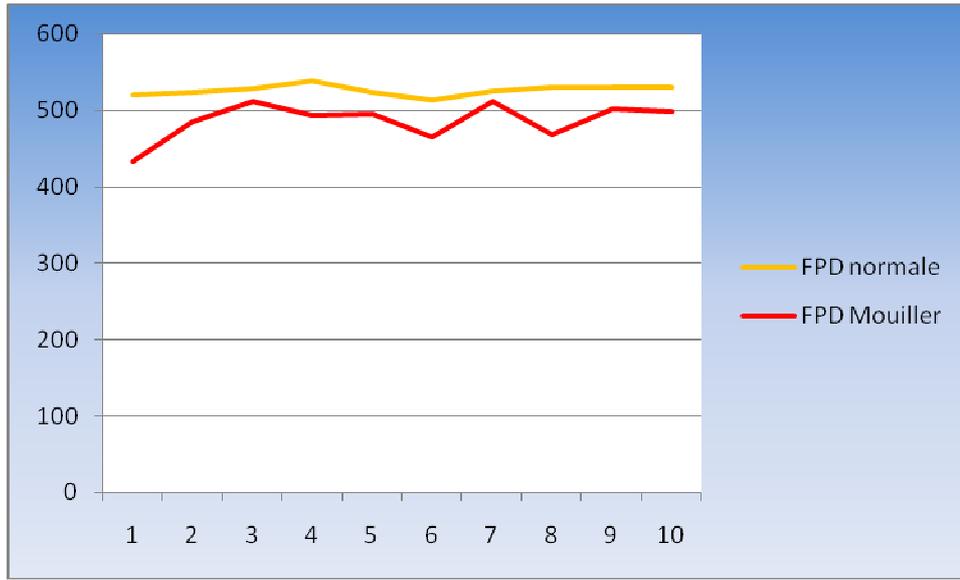


Figure N°13 : représentation graphique des variations du points de congélation du lait.

On remarque que les points de congélations du lait diminuent après l’addition de l’eau. Ceci une influence négative sur la qualité du lait parce que le point de congélation est un paramètre principale pour l’étude de la qualité laitière.

1. L’addition du sucre

Les résultats :

ID	MG	ESD	PROT	FPD	Acidité
1	36,93	93,14	31,66	521	15,57
2	38,37	92,69	32,05	497	15,34
3	34,68	92,63	31,17	506	15,02
4	35,49	91,52	29,45	506	15,04
5	36,98	91,99	29,87	510	15,8
6	37,62	90,95	30,45	509	14,72
7	33,45	92,05	29,17	511	15,32
8	36,24	90,27	30,04	501	14,63
9	36,82	93,44	30,43	525	16,03
10	36,2	91,03	29,69	508	14,38
11	30,15	90,81	29,43	505	14,43
12	33,98	88,71	29,21	490	14,91

Tableau N°5 : lait normal

Ce tableau présente les résultats des analyses physico- chimiques des échantillons du lait cru normal. La colonne en vert présente les valeurs du point de congélation dans chaque échantillon .Ces valeurs sont dans les normes ce qui permet de conclure qu’il n y a pas des fraudes dans ce lait.

ID	MG	ESD	PROT	FPD	Acidité
1	37,31	99,75	31,12	546	20,76
2	38,41	99,21	31,57	524	20,42
3	34,93	99,27	30,92	533	21,29
4	35,83	98,13	29,06	534	21
5	37,51	98,65	29,5	535	21,21
6	38,09	97,81	30,1	538	20,63
7	34,09	97,81	28,81	534	20,24
8	36,81	96,39	29,75	528	19,76
9	37,35	99,9	30,07	552	22,38
10	36,75	98,94	29,28	540	20,58
11	30,94	100,51	28,92	544	22,53
12	34,9	100,68	28,52	539	24,33

Tableau N°6 : lait après l'addition du sucre.

Ce tableau présente les résultats des analyses physico- chimique des échantillons de lait cru normal. La colonne en bleu présente les valeurs du point de congélation dans chaque échantillon.

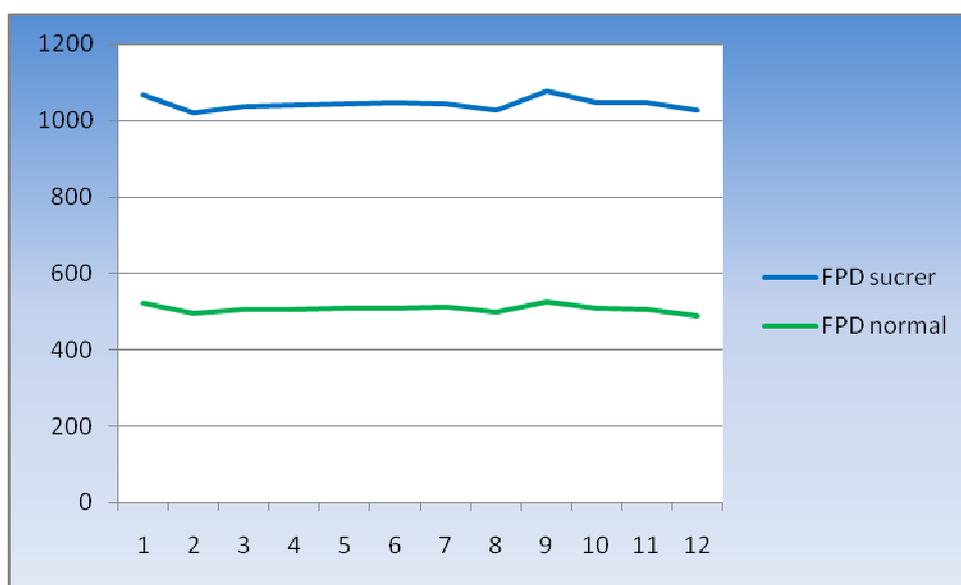


Figure N°13 : représentation graphique des variations des points de congélation du lait.

On remarque que les points de congélations du lait augmentent après l'addition du sucre.

Conclusion :

A partir de ces résultats on voit que les valeurs des point de congélation après le mouillage diminue, et après l'addition du sucre augmente .Les producteurs du lait ajoutent de l'eau pour augmenter le volume du lait. Pour le mouillage ce qui influence les paramètres physico – chimique du lait les producteurs ajoutent après le sucre ou le sel (avec des quantités bien précises) pour améliorer les paramètres physico –chimiques du lait comme le point de congélation du lait.

En plus des avantages cités auparavant des analyses physico-chimiques, ces dernières représentent un moyen efficace pour découvrir les fraudes du lait, commises par quelques producteurs du lait.

CONCLUSION GÉNÉRALE.

Ce stage effectué au sein de la société Centrale Laitière « Usine de Meknès » a été une occasion privilégiée pour se familiariser avec les méthodes des analyses physico-chimique du lait cru.

Pendant la période de stage, j'ai pu bénéficier d'une expérience intéressante, afin d'assurer une certaine responsabilité et de mettre en œuvre l'esprit du groupe que je suggère l'un de mes propres buts pour améliorer la qualité du travail.

Globalement, j'estime avoir répondu aux attentes qui me sont fixées, et j'envisage de capitaliser l'expérience que j'ai développée d'abord dans la suite de ma formation et plus tard dans ma carrière professionnelle.