



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'analyse chimique et contrôle de qualité

TACCQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

**SUIVI DE PREPARATION ET DE TRAITEMENT DES SELS
NUTRITIFS DEPUIS LES SACS BRUTS JUSQU' AUX
FERMENTEURS**

Présenté par :

◆ **BOUMJAHED Imane**

Encadré par :

◆ **Mr BENNANI Ali (Lesaffre Fès)**

◆ **Pr E.H EL GHADRAOUI (FST)**

Soutenu Le 12 Juin 2013 devant le jury composé de:

- Pr E.H EL GHADRAOUI

- Pr WAHBI Hamid

- Pr BALI Hamza

Stage effectué à LESAFFRE Fès

Année Universitaire 2012 / 2013

Remerciement

Je souhaite en premier lieu remercier tout le personnel de la société Lesaffre Maroc pour leur accueil afin d'accomplir mon stage de fin d'étude avec en tête Mr. D.Lesaffre le Directeur Général ainsi que son adjoint Mr. EL KHAMLICHI.

Je tiens à dire un immense merci à Mr A.BENNANI de m'avoir accueilli dans le laboratoire et pour la liberté et la confiance qu'il a su m'accorder tout au long de mon stage, je voudrais aussi le remercier de m'avoir laissé développer tous les aspects passionnants de ce travail. Merci pour les nombreuses discussions que nous avons eu et les conseils toujours pleins de bon. Je pense que je n'aurais pas pu trouver un meilleur environnement pour mon projet de fin d'étude. Je le remercie enfin de m'avoir appris de nombreuses expressions et connaissances qui resteront à jamais dans ma mémoire, il est dommage que je ne puisse en citer quelques unes!

J'adresse mes remerciements également à mon professeur Monsieur EL GHADRAOUI El Houssine l'encadrant qui a fait preuve d'une grande disponibilité pendant toute la durée de stage.

Je tiens à remercier vivement les différents membres de mon jury Mr. WAHBI Hamid et Mr. BALI Hamza de bien vouloir juger mon travail.

J'aimerais remercier tous ceux que j'ai côtoyés au cours de ce précieux stage et qui m'ont aidé de près ou de loin dans la réalisation de ce travail. Ce serait trop long de tous vous citer. J'aimerais tout de même dire un grand merci en particulier à toute l'équipe de laboratoire pour leurs conseils et leurs aides dans les analyses.

Je remercie aussi tous les membres de ma famille, qui ont régulièrement pris des nouvelles de mes expériences, même si celles-ci doivent leur sembler légèrement obscures.... Rassurez-vous ça a fini par bien pousser!

Sommaire

Introduction Générale.....	4
PRESENTATION DU LIEU DU STAGE.....	5
I. Historique de LESSAFRE:	5
II.Présentation de la société Lesaffre Maroc :	6
III.Organigramme:.....	6

IV.Description et activités du laboratoire d'analyses de Lesaffre Maroc	7
---	---

Première partie: Processus de production de la levure et principes fondamentaux

I. La levure :	9
1. Définition	9
2. Mode de vie de la levure	9
II.les différentes étapes de la production de la levure	10
1. Préparation de la mélasse	10
2. La Fermentation:	10

Deuxième partie : Les stations de traitement des sels nutritifs et instrumentation

I. Définition	13
II.Les engrais azotés et phosphatés	14
1. les engrais azotés.....	14
2. les engrais phosphatés.....	14
III.Les différentes étapes du traitement des sels nutritifs.....	15
IV.Instrumentation :	16
V.Analyses physico-chimiques :	17
1. Le pH ou Potentiel hydrogène :	17
2. la conductivité :.....	18
3. La matière sèche :	18
4. Dosage de l'azote	18
5. Dosage du phosphore	20

Troisième partie : Résultats Et Interprétation

I. Dosage de l'azote :	22
II.Dosage du phosphore.....	25
III.La matière sèche.....	26
IV.Test du pH.....	27
V.Test de la conductivité.....	30
Conclusion.....	33

Introduction Générale

Le pain que nous consommons aujourd'hui est le résultat d'une évolution vieille d'au moins cinq mille ans. Cet héritage ancestral, est le fruit de la découverte d'un processus alors inexpliqué pouvant faire lever la pâte.

Ce n'est qu'au 19^{ème} siècle que les progrès de la science révélèrent les secrets du pouvoir de la levure. C'est le chimiste LOUIS PASTEUR qui, entre 1857 et 1863, prouva que la fermentation était provoquée par des micro-organismes vivants appelés « Saccharomyces cerevisiae ».

Dans la dernière décennie du 20^{ème} siècle, la levure de boulangerie est produite dans le monde sur un rythme de 2,5 millions de tonnes par an. C'est la production de micro-organismes la plus importante qui soit, en raison des énormes progrès techniques et scientifiques que cette industrie a su exploiter ou développer.

Ce manuscrit, sera composé de trois parties :

- ✓ Une partie relatant le processus de production de la levure et principes fondamentaux.
- ✓ Une seconde partie exposant le suivi de traitement des sels nutritifs et instrumentation
- ✓ Une troisième partie exposant le suivi de traitement des sels nutritifs depuis les sacs bruts jusqu'aux fermenteurs.

Ces trois parties seront précédées d'une présentation du lieu de stage.

PRESENTATION DU LIEU DU STAGE

I. Historique de LESSAFRE:

En 1853 deux fils de cultivateurs du nord de la France, Louis LESAFFRE et Louis Bonduelle, s'associent pour construire une fabrique d'alcool de grains et de genièvre. A l'origine, la levure n'était qu'un sous-produit de la fabrication des alcools de grains.

En 1871, le baron autrichien Max de Springer rapporte de chez Mautner l'idée d'extraire la levure des moûts de fermentation des grains et de la vendre aux boulangers. L'année suivante, LESAFFRE et Bonduelle développent la fabrication de levure fraîche à Marcq-en-Barœul. C'est à partir de ce site que se développera la Société Industrielle LESAFFRE.

A la fin du 19^{ème} siècle, la société affiche déjà une volonté exportatrice. Ce qui semble tout naturel aujourd'hui représente un tour de force pour l'époque, en raison des conditions de transport et de distribution.

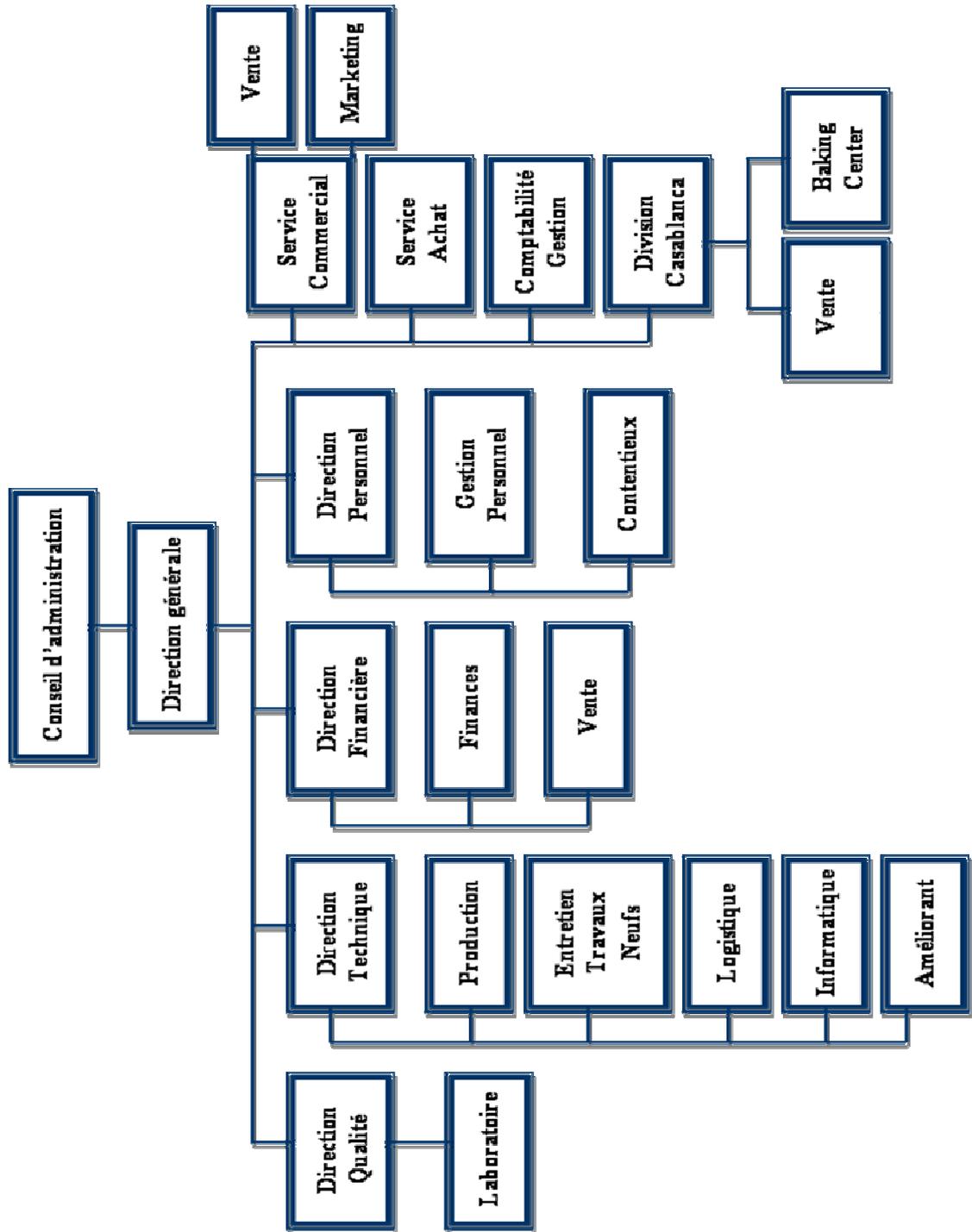
Après la seconde guerre mondiale, une série de progrès technologiques et d'innovations, appuyés par la construction d'un puissant réseau commercial exportateur, permettent à LESAFFRE un développement qui ne se démentira plus.

II. Présentation de la société Lesaffre Maroc :

En 1993, la société SODERS a été majoritairement détenue par le groupe Français LESAFFRE et portant aujourd'hui comme nouvelle appellation « LESAFFRE Maroc », elle présente la première entreprise privatisée du Maroc bénéficiant de l'expérience et de l'expertise du leader mondial dans la fabrication de la levure de panification.

LESAFFRE Maroc fabrique et commercialise de la levure : les marques, **Jaouda** comme levure fraîche, **Rafiaa** et **Nevada** comme levure sèche, ajoutant à cela un type spécial destiné et fabriqué pour saturer les besoins des forces armées royales (FAR) en levure, ainsi que des améliorants de panification : les marques **Ibis bleu** et **Magimix**.

III. Organigramme:



IV. Description et activités du laboratoire d'analyses de Lesaffre Maroc

Le laboratoire d'analyses de Lesaffre Maroc, dans sa nouvelle conception, joue un rôle très important dans la démarche qualité qui constitue l'une des priorités de la société. Il est composé de deux laboratoires :

Laboratoire de microbiologie :

La validité des contrôles microbiologiques, nécessite notamment l'obtention de résultats d'analyse fiables. La fiabilité des résultats implique l'utilisation de méthodes validées, mises en œuvre par un laboratoire compétent.

Ce laboratoire est divisé en quatre parties :

- Salle des pathogènes où s'effectue les analyses des germes pathogènes.
- Salle des préparations où la préparation des milieux de culture, la stérilisation et d'autres activités ont lieu.
- Salle de stockage des matières premières.
- Et enfin une salle d'analyses bactériologiques.

Laboratoire physico-chimique :

Il est équipé de matériels sophistiqués, alimenté de différents types d'eaux (eau adoucie, eau distillée, eau RADEEF) utilisées selon les besoins, et fait appel à un personnel qualifié effectuant quotidiennement des analyses physico-chimiques et veillant toujours à bien respecter les consignes du responsable de laboratoire qui lui-même participe à l'application du plan de contrôle et une efficace démarche qualité par la surveillance instantanée et le climat favorable.

Il est divisé en trois parties :

- Salle de panification où s'évalue la force panaire
- Salle de stockage où se trouvent tous les matériels et les produits initiaux.
- Salle d'analyse physico-chimique répartie elle-même en trois sections :
 - Section des analyses d'azote et de phosphate.
 - Section des analyses de la mélasse.
 - Section des analyses de l'eau.

Première partie:

Processus de production de

I. La levure :

1. Définition

Les levures, champignons microscopiques unicellulaires et eucaryotes, sont utilisées dans la fabrication du vin, du pain, de la bière et sont souvent utilisées comme aliments pour le bétail en raison de leur richesse en protéines et en vitamines B.

❖ Elles sont capables de :

- Dégrader les aliments qui se trouvent dans leur milieu de culture grâce à une gamme très étendue d'enzymes d'hydrolyse telles que des lipases, protéases, saccharases et lactases.
- Effectuer toutes ou presque les synthèses dont elles ont besoin pour leur croissance.

Il existe plus de 500 espèces de levures, mais seulement une petite partie de celles-ci est considérée comme ayant une importance commerciale, parmi elles, celle utilisée dans la fabrication de la levure boulangère *Saccharomyces cerevisiae* qui est naturellement présente dans l'air et peut se déposer sur la paroi des végétaux ou sur les aliments. En absence d'air, elle tire l'énergie nécessaire à sa vie du processus de fermentation paninaire.

Elle réalise des réactions de respiration et se multiplie abondamment. Ce processus est exploité lors de sa production industrielle.

La mécanisation des opérations de panification s'accroît. Les fermentations sont de mieux en mieux maîtrisées, soutenues notamment par une recherche active qui touche une meilleure connaissance du métabolisme des levures, la sélection des souches et l'amélioration des techniques de fabrication.

2. Mode de vie de la levure

Pour son développement, la levure du boulanger a besoin de composés carbonés source de carbone et d'énergie, de composés azotés réduits sous forme d'ammonium, d'éléments minéraux variés, des vitamines et des facteurs de croissance.

La levure a la particularité de pouvoir vivre en présence ou en absence d'air : ces deux processus énergétiques sont la respiration et la fermentation. Elle se nourrit de glucose et de fructose (sucres simples).

En présence d'air, la levure respire : elle dégrade les sucres simples (en C6)

Présents dans son milieu de vie, par un métabolisme oxydatif qui conduit à la formation d'eau, de gaz carbonique et une grande quantité d'énergie (vie, croissance et multiplication).

Respiration aérobie :



Cette voie métabolique est très énergétique et permet aux cellules une importante multiplication.

En l'absence d'air, la levure fermente : grâce à ses enzymes (les zymases), elle dégrade les sucres simples (en C6) présents dans son milieu de vie, par un métabolisme fermentatif qui conduit à la formation de gaz carbonique, d'alcool et un peu moins d'énergie, Ce métabolisme fermentatif moins énergétique que le métabolisme oxydatif, affecte la multiplication cellulaire mais a l'avantage de permettre à la levure de survivre même en anaérobiose

Respiration anaérobie :



II. les différentes étapes de la production de la levure

1. Préparation de la mélasse

On remplit deux cuves par la mélasse emportée des tanks de stockage, cette mélasse est très visqueuse donc elle nécessite un échauffement pour diminuer sa viscosité. Puis on passe à la clarification de la mélasse diluée à l'aide d'un clarificateur qui élimine le boue et tous les dépôts non désirés. Ensuite la mélasse diluée clarifiée est stérilisée pour éliminer toute trace de micro-organismes. Après la stérilisation la mélasse stérilisée est refroidit par des échangeurs de chaleur pour ne pas tuer la levure dans les fermenteurs.

2. La Fermentation:

a. A l'échelle du laboratoire :

ensemencement

Chaque mois, la société Lesaffre Maroc reçoit de la France deux souches de *Saccharomyces cerevisiae*. Une destinée à la levure fraîche et l'autre à la levure sèche. Ces souches sont ensemencées dans des tubes dans un milieu nutritif spécifique à la croissance des levures pour préparer 60 tubes par mois (30 tubes de chaque souche). Cette étape exige un travail dans des conditions strictement aseptiques pour éviter tout risque de contamination, puis le contenu des tubes est transvasé dans un petit icône appelé « van Lear » dont le milieu nutritif très riche rendra possible une première multiplication et donc la production de nombreuses cellules. Après 24h les levures obtenues sont inoculées dans une autre verrerie appelée « galsberg » où elles se multiplient à nouveau à une température de 28°C pendant 24h avec agitation pour l'aération de la levure.

On obtient donc une quantité de levure suffisante pour passer à l'échelle semi industriel qui se déroule dans une cuve de 800 litres.

b. A l'échelle industrielle :

La pré-fermentation :

Après l'incubation dans la cuve de 800L, le moût obtenu passe à la cuve de la pré-fermentation où on ajoute la mélasse et les autres éléments tels que l'urée (source d'azote), le phosphate, les sels minéraux et l'acide sulfurique (H_2SO_4) car les levures vivent dans les milieux acides ainsi que l'oxygène qui provient de l'air et on contrôle aussi le pH qui doit être entre 3,4 et 4,5 avec l'agitation.

✚ La fermentation :

Après la pré-fermentation on passe à la fermentation qui se fait dans des grandes cuves, dans cette étape l'alimentation en mélasse et les autres ingrédients est continue après certain temps (17h) on aura une grande population de levure sous forme liquide qu'on appelle le moût. On ajoute aussi une anti-mousse pour éviter les mousses qui se produisent lors de la fermentation.

Les grandeurs qui influencent la levure sont la température, le pH, le taux d'alcool. La température est contrôlée à l'aide d'un régulateur lié à un échangeur de chaleur qui refroidit le mout pour ne pas tuer la levure.

✚ Séparation

Le moût est un mélange de levure, de l'eau et du reste de la mélasse ce qui nécessite une séparation, cette opération est effectuée dans une salle de séparation qui contient des séparateurs à la fin de l'opération on obtient une crème qui contient de la levure pure. La crème obtenue est refroidie et stockée à une température de 4°C, puis elle est passée à la cuve d'acidification pour lutter contre le développement des bactéries.

Séparée dans une cuve qui contient de l'eau et les éléments nutritifs (mélasse, l'urée Phosphate) et l'oxygène qui provient de l'air puis on effectue une deuxième séparation de la crème qui se refroidit avant le stockage à 4°C

✚ Conditionnement

• Levure fraîche

Le conditionnement débute par la filtration de la crème sur des filtres rotatifs sous vide. Cette phase essentielle permet de passer d'une crème de levure à 22% de matière sèche à un gâteau de levure à 32% de matière sèche, donnant après boudinage la levure bien friable que le boulanger recherche.

Le boudin de levure pressée est découpé en pain de 500g, qu'on enveloppe individuellement dans un papier paraffiné. Après mise en carton, la levure est conservée en chambre froide afin d'être réfrigérée à cœur avant son expédition.

• Levure sèche :

Pour la levure sèche, le gâteau provenant de la filtration sous vide est mélangé avec une quantité d'émulsifiant qui sert à conserver le produit plus longtemps et donne aussi la couleur blanche caractéristique de la levure.

Le gâteau obtenu est transformé en vermicelle à l'aide d'une grille de porosité connue, ensuite elle est transférée au sécheur par une conduite vibratoire afin d'éliminer le maximum d'eau restant dans la cellule sans l'endommager, tout en augmentant le taux de matière sèche jusqu'à 94% pour la SPH et 95.5% pour la SPI.

SPI: levure sèche instantanée sous forme de petits bâtons fissurés emballées sous vide dans des sachets de 450g ainsi que dans des cartons de 25kg destinés à l'export.

SPH: levure sèche active ou à réhydratation sous forme de granules ou de sphérules, emballées sous air dans des sachets de 50g, 100g et 500g.

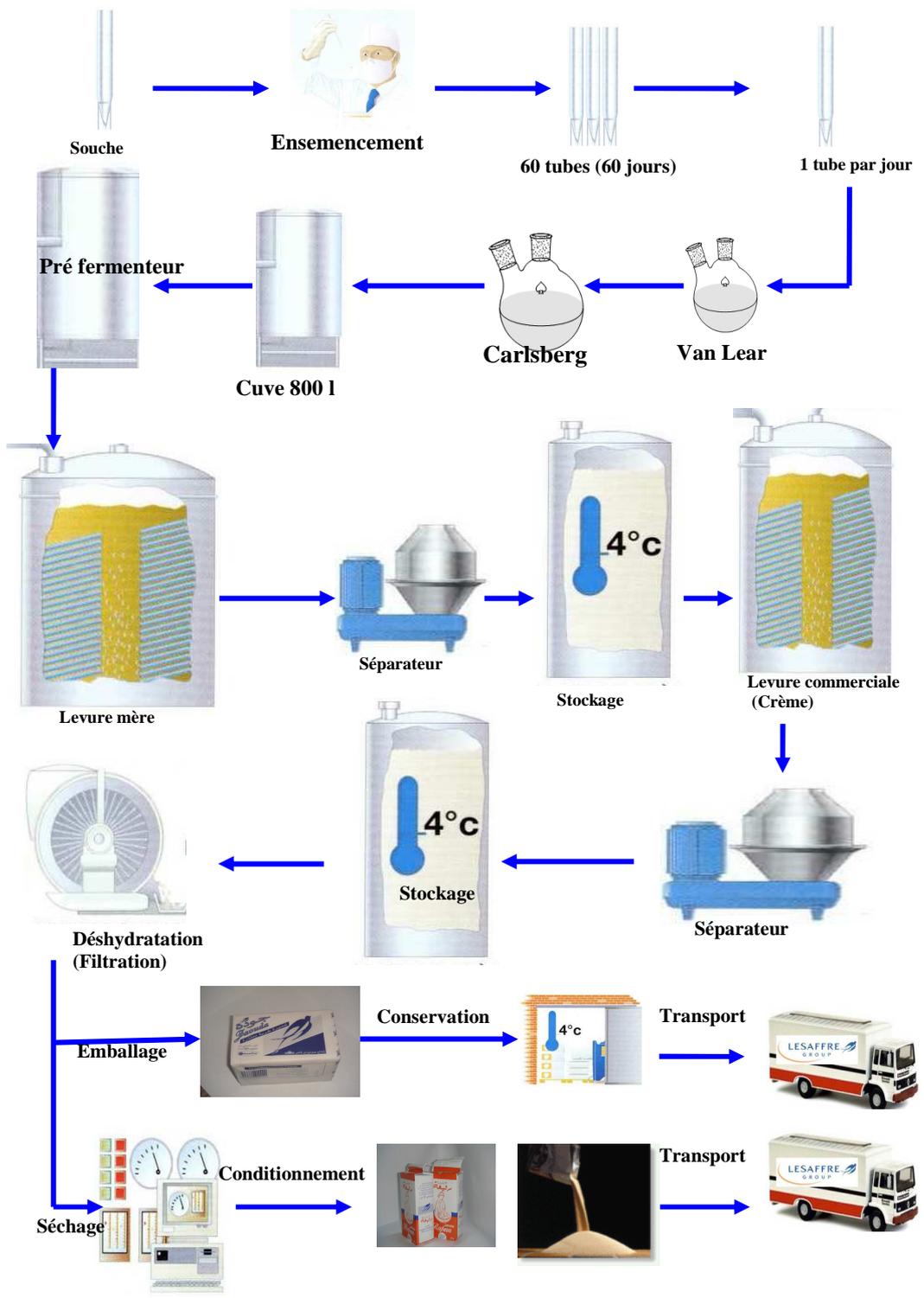


Figure 1 : Schéma général des étapes de production de la levure



Deuxième partie : *Les stations de traitement des sels nutritifs et instrumentation*

I. Définition

Les sels nutritifs sont des engrais azotés et phosphatés utilisés pour répondre aux exigences nutritionnelles imposés par la croissance et la multiplication des cellules de levure.

L'apport azoté de mélasse est largement insuffisant pour couvrir les besoins de la levure.

L'ajout d'azote dans les fermenteurs se fait habituellement sous forme de sels d'ammonium (sulfate ou phosphate), ou d'urée. Cette dernière, qui exige pour sa bonne assimilation des niveaux élevés de biotine (vitamine H), est utilisée principalement avec la mélasse de canne.

La mélasse manque du phosphore. En règle générale, la composition en phosphore de levure exprimée en P_2O_5 , représente un tiers de celle de l'azote. Le phosphore est ajouté sous forme d'acide ou de sels.

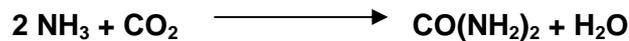
II. Les engrais azotés et phosphatés

1. les engrais azotés

a. L'urée

Caractéristique :

- L'urée est fabriquée en faisant agir l'ammoniac (NH_3) avec CO_2 sous pression.



- Puisque l'azote est combiné avec le carbone, l'urée est une source organique d'azote, qui se présente sous forme des granules sphériques blancs, fin, ininflammable, sans odeur.
- Poids moléculaire : 60,05539g/mol
- Formule : $CO(NH_2)_2$
- Contient : 46% N_2
- L'urée contient 46% la teneur la plus élevée en azote de tous les engrais solides communs, ainsi il est moins hygroscopique et moins corrosive.
- Conditionnement : sac de 50kg

b. sulfate d'ammonium

Caractéristique :

- Le sulfate d'ammonium est un sel très pur. Il résulte de la réaction entre l'ammoniac et l'acide sulfurique, qui se présente sous forme d'une poudre blanche cristalline, fine, ininflammable sans odeur.



- Poids moléculaire : 132,1g/mol
- Formule : $(NH_4)_2SO_4$
- Contient 21% N_2
- Le sulfate d'ammonium est utilisé pour sa teneur en azote ammoniacal. Ce composé est indispensable à la biosynthèse des protéines pariétales indispensables au transfert des sucres de l'intérieur vers l'extérieur de la cellule.
Privés d'azote, les levures ne peuvent pas se multiplier.

2. les engrais phosphatés

a. Monoammonium phosphate

Caractéristique :

- Produit de la réaction d'une molécule d'ammoniac avec une molécule d'acide phosphorique



- Poids moléculaire : 132g/mol
- Formule : $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$
- Contient : 12% de N_2 et 63% de P_2O_5
- Le MAP est utilisé pour sa teneur élevée en phosphore.

III. Les différentes étapes du traitement des sels nutritifs

✚ Stockage

Les sels proviennent de différents fournisseurs du Maroc par des camions. On calcule la teneur en azote et phosphore pour le monoammonium phosphate, et l'azote pour l'urée et sulfate d'ammonium, pour s'assurer de la bonne qualité.

Après on stocke les sels dans un dépôt à l'abri de la lumière et exempt d'odeur.

✚ Dilution

La dilution se fait afin de réaliser la concentration souhaitée des sels.

La solubilité des diverses substances dans l'eau est très variable. Si l'on verse des cristaux de sels dans l'eau, il se forme une solution à savoir un liquide clair ou bien trouble.

Les sels bruts se mélangent avec l'eau dans des bacs ayant des volumes différents :

- ❖ Pour l'urée on met 45 sacs de 50 kg dans un volume d'eau de 10000L.
- ❖ Pour le sulfate d'ammonium on met 25 sacs de 50 kg dans un volume d'eau de 6000L.
- ❖ Pour le Monoammonium phosphate, on met 50 sacs de 25 kg dans un volume d'eau de 10800L.

✚ Chloration

La chloration est l'action de désinfecter avec des produits chlorés (eau de javel). Ce composé contient des atomes de chlore, qui a des propriétés rémanentes. Ce qui signifie que son action désinfectante est valable tout le long de la préparation des sels.

On effectue la chloration au moment de préparation des sels nutritifs par l'ajout d'un volume d'eau de javel afin d'éviter toute contamination des solutions.

✚ Filtration :

Avant le transfert au bac du stockage la solution diluée traverse un filtre qui contient des pores très fines afin d'éliminer les impuretés.

✚ Refoulement :

Le refoulement de la solution diluée s'effectue par les pompes centrifuges.

✚ Stockage des sels dilués :

Après l'élimination de la partie sursaturation, on transfère la partie soluble au bac de stockage

IV. Instrumentation :

✚ Bac de préparation :

Le bac de préparation des sels se compose :

- D'une cuve isolée de type inox
- D'un cube intérieur qui présente une bonne conductibilité, solide, indéformable
- La forme ainsi que le fond de la cuve est conçue de façon que l'écoulement des liquides par la vanne de vidange disposé en un point bas se fasse complètement et rapidement
- D'un agitateur assurant la solubilisation des sels dans l'eau

✚ Les pompes :

La pompe est un dispositif permettant d'aspirer et de refouler un fluide.

✚ Les filtres :

Un filtre se présente sous forme d'un cylindre, il permet de :

- Améliorer la clarté et la brillance
- Stabiliser la [limpidité](#)
- Affiner les propriétés organoleptiques en réduisant certains défauts

✚ Débitmètre

Un débitmètre est un appareil destiné à mesurer le débit d'un fluide qui est très important pour le comptage matière

Il doit être :

- Fiable
- Précis
- Hygiénique



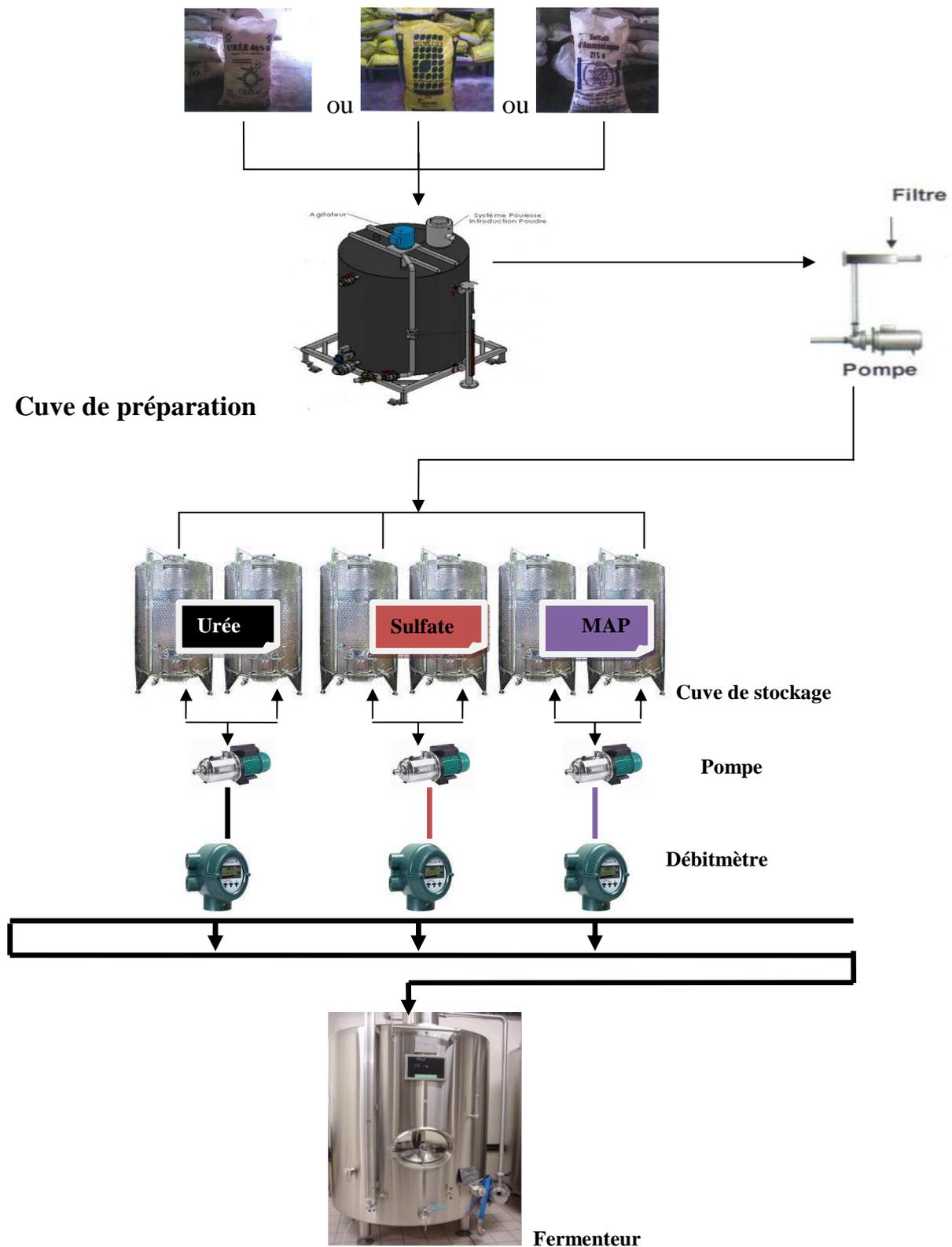


Figure 2 : schéma du circuit de préparation des sels nutritif

V. Analyses physico-chimiques :

1. Le pH ou Potentiel hydrogène :

La mesure du pH du sel dilué se fait par mesure potentiométrique à l'aide d'un pH-mètre, en déterminant l'activité des ions hydrogènes par utilisation d'une électrode de verre et d'une électrode de référence au calomel plongeant dans un même échantillon. Le pH du sel est une indication de sa tendance à être acide ou alcaline, il est en fonction de la concentration des ions H_3O^+ contenus dans l'échantillon.

$$\text{pH} = -\log [\text{H}_3\text{O}^+]$$

1. la conductivité :

Le deuxième indicateur qui est la conductivité électronique se traduira par la capacité d'une solution aqueuse à conduire le courant électronique. Cette mesure s'effectuera en immergeant dans la solution une cellule de mesure comportant l'électrode afin d'afficher directement sur l'écran électronique du conductimètre la valeur correspondante de la conductivité en $\mu\text{s}/\text{cm}$.

$$\sigma = \frac{\text{K}_B T}{\dots}$$

2. La matière sèche :

Cette analyse consiste à réaliser la méthode thermogravimétrique qui sert comme référence pour la détermination du taux de l'eau ou de la matière sèche dans les aliments.

➤ Mode opératoire :

- Peser les capsules vides
- Introduire dans chaque capsule une prise d'essai du sel brut.
- Introduire les échantillons dans l'étuve pendant 16h
- Calciner jusqu'à obtention d'un résidu blanchâtre
- Laisser refroidir les capsules dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante puis peser les

➤ Calcul :

$$\% \text{MS} = (P_2 - P_1 / P.E) * 100$$

- P.E = Prise d'essai
- masse (M.S) = poids de la capsule sèche -le poids de la capsule vide.

3. Dosage de l'azote

❖ la méthode de Kjeldhal

✓ Principe :

L'azote organique est transformé en azote minéral, sous forme ammoniacale $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, par action oxydante de l'acide sulfurique H_2SO_4 à 98% et à chaud en présence d'un catalyseur.

L'ammoniaque formé est déplacée par une base forte NaOH à 30% en excès et entraîné par distillation dans l'acide borique H_3BO_3 à 2% en excès à fin de piéger l'ammoniac.

Le borate d'ammonium formé est dosé par H_2SO_4 à 0.05 N

✓ Minéralisation :

- Prélever 20ml de chaque solution et mettre dans les matras
- Ajouter 5ml de H_2SO_4 concentré à 98% à l'aide d'une dispensent;
- Ajouter $\frac{1}{2}$ comprimé du catalyseur de Kjeldhal ;
- Poser les tubes d'évacuation avec les joints sur les tubes de digestion et les livrer par des pinces.



Figure 1 :l'appareil de minéralisation

✓ Distillation et titration:

Après minéralisation (1heure) et refroidissement, ajuster à 100 ml une fiole jauge avec eau distillée ;

- Prélever 50ml de cette solution et mettre dans les matras,
- Placer le tube dans le distillateur ;
- Ajouter 20ml de la soude à 30% dans le matras et 20 ml de l'acide borique à 2% dans le bécher de BUCHI;
- Régler le temps de distillation à 4min ;
- Démarrer la distillation ;

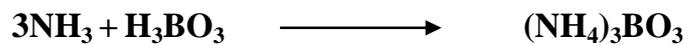


Figure2 :l'appareil de distillation

Déplacement par la soude en excès :

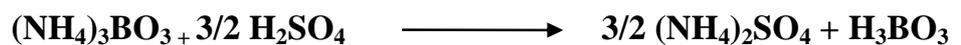


Entrainement par distillation dans l'acide borique en excès



✓ Titration en retour :

Titrer le distillat récupéré avec H_2SO_4 0.05N à l'aide d'un titreur automatique tout en introduisant l'électrode du pH-mètre (pour lire le pH) dans le bécher tout en agitant par agitateur magnétique



➡ Calcul :

$$\% \text{ azote total} = \text{V.T} (\text{H}_2\text{SO}_4) * 0,07 / \text{PE}$$

V.T= volume de titration en ml;
en g ;

P.E = Prise d'essai

4. Dosage du phosphore

Prélever 20ml de la solution obtenue après dilution, et l'introduire dans une fiole de 50ml, puis on ajoute:

- 4ml de METOL à 2%.
- 4ml d'héptamolibdate d'ammonium.

- 2ml de bisulfite de sodium à 35%.

On complète au trait de jauge par l'eau distillée.

On obtient un complexe bleu « phosphomolibdate d'ammonium », qu'on va laisser reposer une demi heure avant la lecture de l'absorbance dans un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 660nm.

➡ Calcul :

$$\%P_2O_5 = A * K * 0,5 / P.E$$

REMARQUE :

✓ On effectue les deux unités (Minéralisation et Distillation) seulement pour l'urée, parce que l'urée est une source organique d'azote.

Pour le monoammonium phosphate et le sulfate d'ammonium, on utilise une seule unité (distillation).

✓ On détermine la teneur en P_2O_5 seulement pour le monoammonium phosphate.

Troisième partie :

Résultats

Et

Interprétations

On a procédé à l'analyse physico-chimique des sels nutritifs dilués utilisés en fermentation, épuisés fortement, à cause de l'utilisation incessante dans la fermentation de la levure de panification à Lesaffre Maroc.

Comme analyse physico-chimique, on a déterminé la teneur en azote et en phosphore ainsi que la mesure du pH et de la conductivité. On a effectué un suivi des paramètres physico-chimiques des sels nutritifs dilués et bruts pendant 9 jours, chaque jour on a prélevé un échantillon de chaque station étudiée.

Pour déterminer les pertes entre les sels dilués au niveau de la teneur en azote et en phosphore, on a calculé les valeurs pratiques puis une valeur théorique.

$$\% \text{perte} = 100 - (\text{valeur pratique} / \text{valeur théorique}) * 100$$

I. Dosage de l'azote :

❖ L'urée :

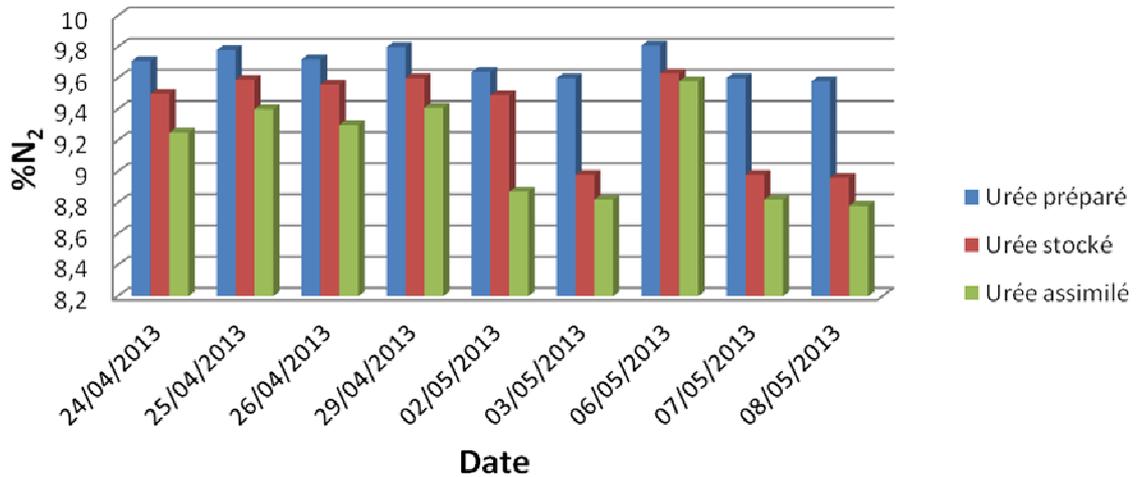
Teneur en azote : valeur théorique (10,35 g/100ml)

% N₂			
urée Date	Préparé	Stocké	Assimilé
24/04/2013	9,71	9,50	9,25
25/04/2013	9,78	9,59	9,40
26/04/2013	9,72	9,56	9,30
29/04/2013	9,80	9,60	9,41
02/05/2013	9,64	9,49	8,87
03/05/2013	9,60	8,98	8,82
06/05/2013	9,81	9,63	9,58
07/05/2013	9,60	8,98	8,82
08/05/2013	9,58	8,96	8,78
Moyenne	9,69	9,36	9,13
Max	9,81	9,63	9,58
Min	9,58	8,96	8,78
Ecart-type	0,091	0,297	0,312

Tableau n°1 : Teneur en azote dans l'urée diluée

Après avoir calculé la moyenne des résultats, on remarque que les pertes observées au niveau de préparation sont de 6,37%. Au niveau de stockage elles sont de 9,56% et elles sont de 11,78% au niveau d'assimilation.

La teneur en azote contenue dans les solutions diluées de l'urée



Graphe n°1 : représentation graphique de la teneur en N₂ en fonction du temps.

❖ Sulfate d'ammonium :

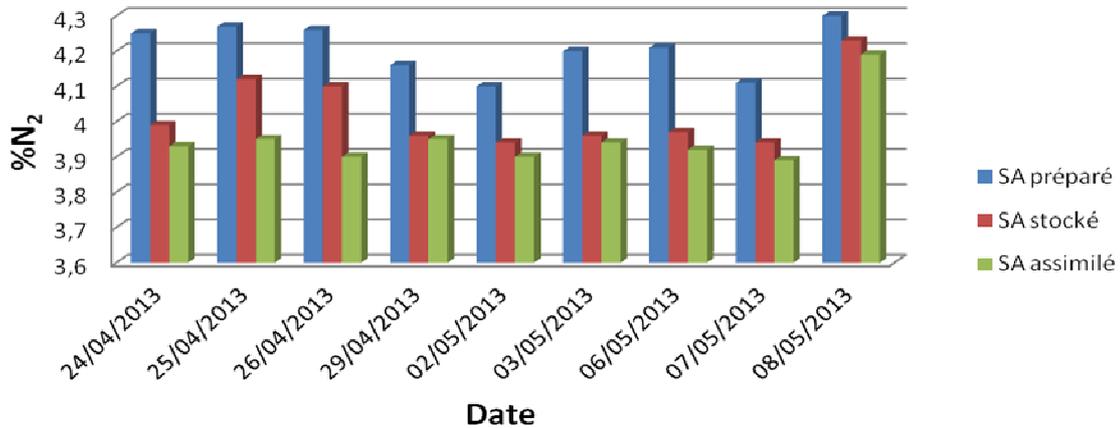
Teneur en azote : valeur théorique (4,37 g/100ml)

%N ₂			
SA Date	Préparé	Stocké	Assimilé
24/04/2013	4,25	3,99	3,93
25/04/2013	4,27	4,12	3,95
26/04/2013	4,26	4,1	3,9
29/04/2013	4,16	3,96	3,95
02/05/2013	4,1	3,94	3,90
03/05/2013	4,2	3,96	3,94
06/05/2013	4,21	3,97	3,92
07/05/2013	4,11	3,94	3,89
08/05/2013	4,3	4,23	4,19
Moyenne	4,20	4,02	3,95
Max	4,30	4,23	4,19
Min	4,09	3,94	3,81
Ecart-type	0,071	0,102	0,091

Tableau n°2 : Teneur en azote dans le sulfate d'ammonium dilué

Après avoir calculé la moyenne des résultats, on remarque que les pertes observées au niveau de préparation sont de 4%. Au niveau de stockage elles sont de 8,11% et elles sont de 9,71% au niveau d'assimilation.

La teneur en azote contenue dans les solutions diluées du SA



Graph n°2 : représentation graphique de la teneur en N₂ en fonction du temps.

❖ Monoammonium phosphate

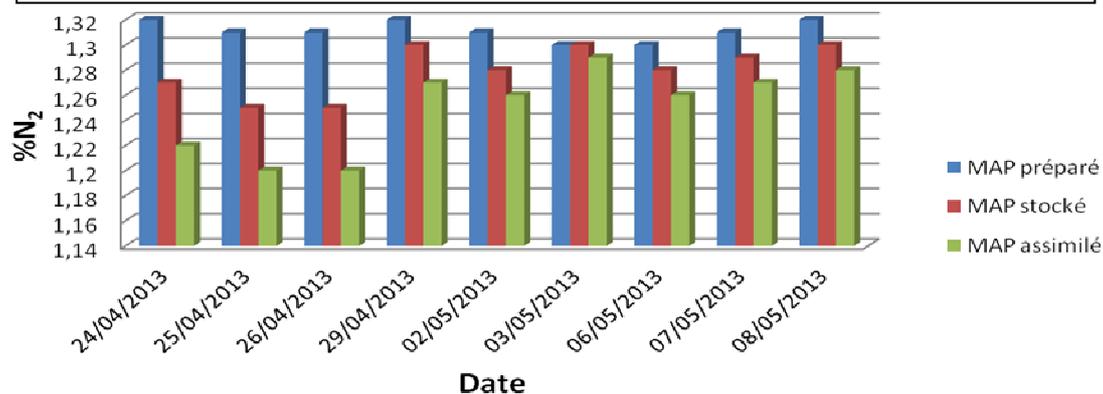
Teneur en azote : valeur théorique (1,38 g/100ml)

%N ₂			
MAP Date	Préparé	Stocké	Assimilé
24/04/2013	1,32	1,27	1,22
25/04/2013	1,31	1,25	1,20
26/04/2013	1,31	1,25	1,20
29/04/2013	1,32	1,30	1,27
02/05/2013	1,31	1,28	1,26
03/05/2013	1,30	1,30	1,29
06/05/2013	1,30	1,28	1,26
07/05/2013	1,31	1,29	1,27
08/05/2013	1,32	1,3	1,28
Moyenne	1,31	1,28	1,25
Max	1,32	1,30	1,31
Min	1,30	1,25	1,20
Ecart-type	0,007	0,020	0,034

Tableau n°3 : Teneur en azote dans le monoammonium phosphate dilué

Après avoir calculé la moyenne des résultats, on remarque que les pertes observées au niveau de préparation sont de 5,07%. Au niveau de stockage sont de 7,25%, elles sont de 9,42% au niveau d'assimilation.

La teneur en azote contenue dans les solutions diluées du MAP



Graph n°3 : représentation graphique de la teneur en N₂ en fonction du temps.

II. Dosage du phosphore

❖ Monoammonium phosphate

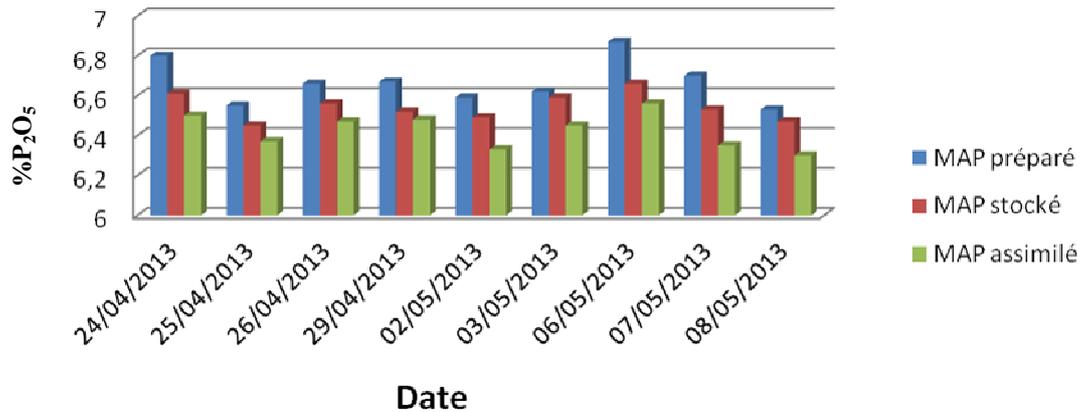
Teneur en phosphore : valeur théorique (7,06 g/100ml)

%P ₂ O ₅			
MAP Date	Préparé	Stocké	Assimilé
24/04/2013	6,8	6,61	6,5
25/04/2013	6,55	6,45	6,37
26/04/2013	6,66	6,56	6,47
29/04/2013	6,67	6,52	6,48
02/05/2013	6,59	6,49	6,33
03/05/2013	6,62	6,59	6,45
06/05/2013	6,87	6,66	6,56
07/05/2013	6,7	6,53	6,35
08/05/2013	6,53	6,47	6,3
Moyenne	6,66	6,54	6,42
Max	6,87	6,66	6,56
Min	6,53	6,45	6,3
Ecart-type	0,112	0,069	0,088

Tableau n°4 : Teneur en phosphore dans le monoammonium phosphate dilué

Après avoir calculé la moyenne des résultats, on remarque que les pertes observées au niveau de préparation sont de 5,66% et au niveau de stockage elles sont de 7,36% et elles sont de 9,06% au niveau d'assimilation.

La teneur en phosphore contenue dans les solutions diluées du MAP



Graphe n°4 : représentation graphique de la teneur en P₂O₅ en fonction du temps.

Interprétation :

L'azote et le phosphore sont deux paramètres qui évoluent en parallèle, ils indiquent le taux protéique.

Selon les histogrammes ci-dessus, on observe qu'il y'a une variation proportionnelle au niveau de la teneur en azote et en phosphore des sels dilués. Elles sont élevées dans les solutions préparées que dans les solutions stockées et assimilées. Cette variation est due à l'agitation au bac de préparation ainsi que la décantation des sels au fond du bac.

III. La matière sèche

Tableau n°5 : Teneur en azote et en phosphore contenue dans les sels bruts

Après avoir calculé la moyenne des résultats, on remarque que les pertes observées au niveau de l'azote pour l'urée sont de 1,12% et elles sont de 1,26% pour le SA et de 0,49% pour le MAP.

Date \ Sels	Urée			SA			MAP				
	%N2 théorique	%N2 pratique	%MS	%N2 théorique	%N2 pratique	%MS	%N2 théorique	%N2 pratique	%P205 théorique	%P205 pratique	%MS
24/04/2013	46,06	45,96	99,77	21,31	21,23	99,61	12,21	12,18	60,44	60,28	99,72
25/04/2013	46,37	46,3	99,84	21,4	21,28	99,44	12,28	12,21	60,63	60,57	99,9
26/04/2013	46,31	46,2	99,76	21,45	21,23	98,93	12,57	12,33	61,4	60,2	98,03
29/04/2013	46,81	46,7	99,75	21,52	20,97	97,44	12,48	12,3	61,52	60,6	98,49
02/05/2013	46,5	45,73	98,34	21,36	20,9	97,86	12,39	12,13	60,69	60,5	99,68
03/05/2013	46,13	45,1	97,77	21,12	21	99,4	12,02	11,95	60,91	60,53	99,37
06/05/2013	46,94	46,71	99,5	21,15	21	99,27	12,47	12,3	61,7	60,83	98,59
07/05/2013	46,26	45,03	97,33	21,25	20,9	98,34	12,55	12,35	61,51	60,3	98,03
08/05/2013	46,05	45,08	97,9	21,84	21,43	98,11	12,13	11,9	61,31	60,53	98,72
Moyenne	46,38	45,86	98,88	21,37	21,10	98,71	12,34	12,18	61,12	60,48	98,94
Max	46,94	46,71	99,84	21,84	21,43	99,61	12,57	12,35	61,7	60,83	99,9
Min	46,05	45,03	97,33	21,12	20,9	97,44	12,02	11,9	60,44	60,2	98,03
Ecart-type	0,317	0,674	1,031	0,217	0,190	0,791	0,194	0,163	0,460	0,194	0,732

Les pertes observées au niveau du phosphore sont de 1,05%.

Interprétation :

Selon le tableau ci-dessus on déduit que la teneur en matière sèche fait partie des causes qui provoquent des pertes au niveau de la teneur l'azote et en phosphore

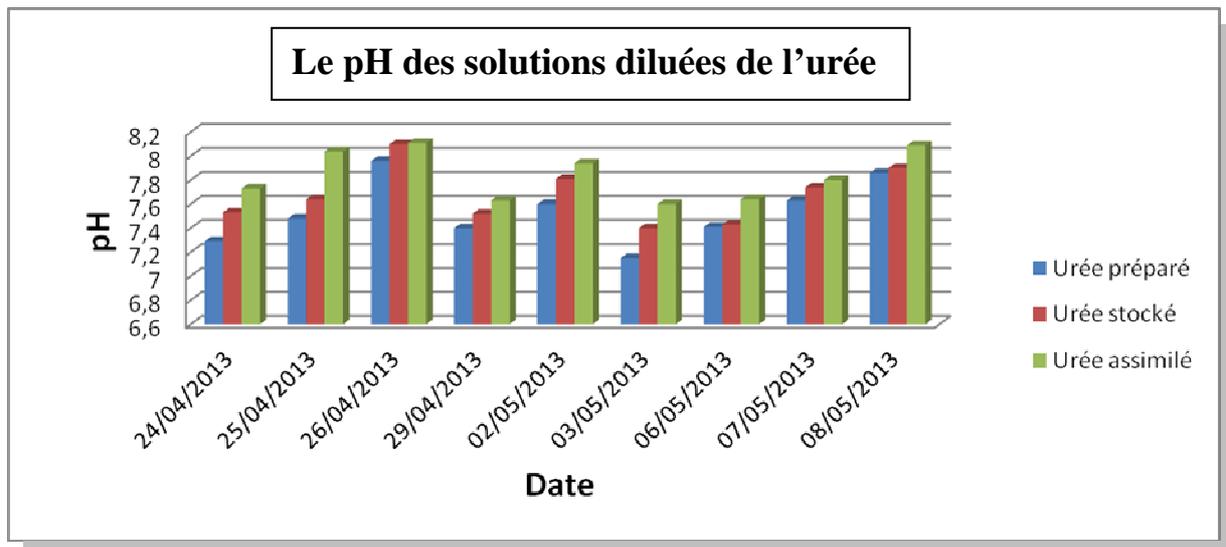
IV. Test du pH

❖ *L'urée :*

pH			
Date \ Urée	Préparée	Stockée	Assimilée
24/04/2013	7,29	7,53	7,73
25/04/2013	7,48	7,64	8,04
26/04/2013	7,96	8,10	8,11

29/04/2013	7,40	7,52	7,63
02/05/2013	7,60	7,81	7,94
03/05/2013	7,15	7,40	7,6
06/05/2013	7,41	7,43	7,64
07/05/2013	7,63	7,74	7,8
08/05/2013	7,86	7,90	8,09
Moyenne	7,53	7,67	7,84
Max	7,96	8,1	8,11
Min	7,15	7,4	7,6
Ecart-type	0,26	0,233	0,206

Tableau n°1 : pH de l'urée diluée



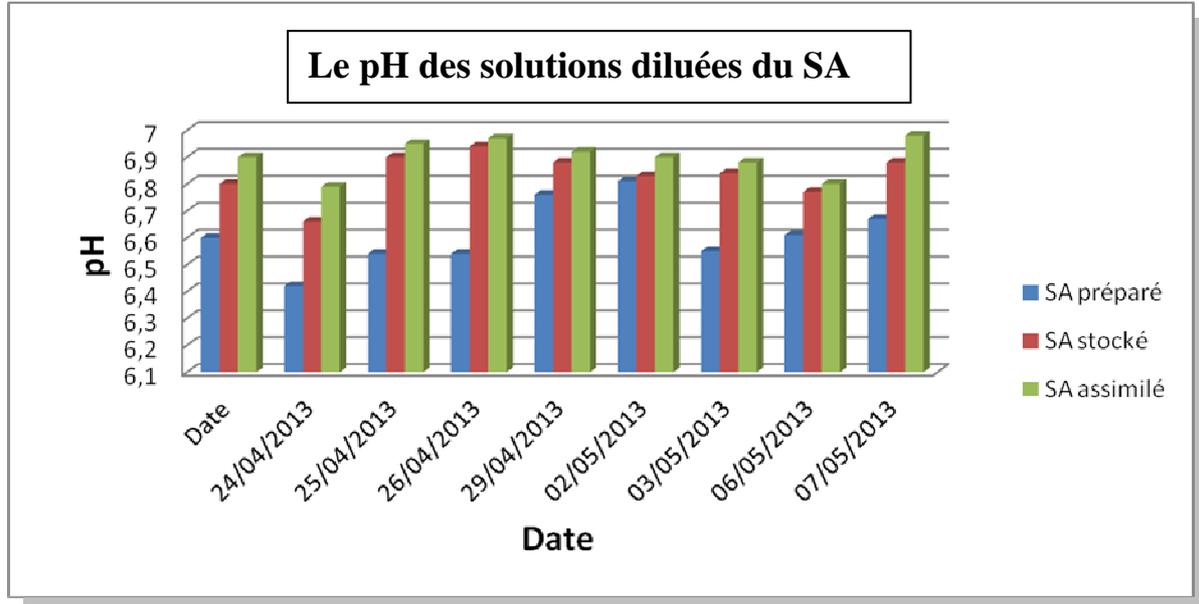
Graph n°1 : représentation graphique du pH en fonction du temps.

❖ **Sulfate d'ammonium :**

pH			
SA	Préparé	Stocké	Assimilé
Date			
24/04/2013	6,60	6,80	6,90
25/04/2013	6,42	6,66	6,79
26/04/2013	6,54	6,9	6,95
29/04/2013	6,54	6,94	6,97
02/05/2013	6,76	6,88	6,92
03/05/2013	6,81	6,83	6,90
06/05/2013	6,55	6,84	6,88
07/05/2013	6,61	6,77	6,80
08/05/2013	6,67	6,88	6,98
Moyenne	6,61	6,83	6,89

Max	6,81	6,94	6,98
Min	6,42	6,66	6,79
Ecart-type	0,120	0,0832	0,0723

Tableau n°2 : pH de sulfate d'ammonium dilué

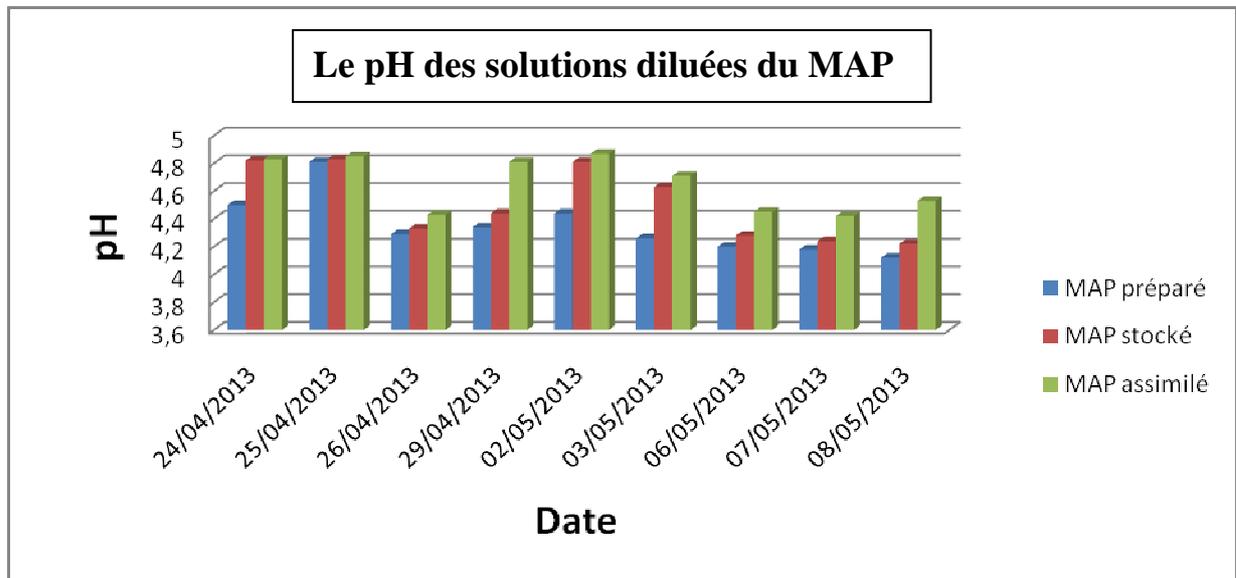


Graph n°2 : représentation graphique du pH en fonction du temps.

❖ **Monoammonium phosphate :**

pH			
MAP	Préparé	Stocké	Assimilé
Date			
24/04/2013	4,50	4,82	4,83
25/04/2013	4,81	4,83	4,85
26/04/2013	4,29	4,33	4,43
29/04/2013	4,34	4,44	4,81
02/05/2013	4,44	4,81	4,87
03/05/2013	4,26	4,63	4,71
06/05/2013	4,20	4,28	4,45
07/05/2013	4,18	4,24	4,42
08/05/2013	4,12	4,22	4,53
Moyenne	4,34	4,51	4,65
Max	4,81	4,83	4,87
Min	4,12	4,22	4,42
Ecart-type	0,211	0,262	0,195

Tableau n°3 : pH du monoammonium phosphate dilué



Graph n°3 : représentation graphique du pH en fonction du temps.

Interprétation :

Selon les histogrammes ci-dessus on observe que le pH des sels dilués est élevé dans les solutions assimilées alors que les solutions préparées sont légèrement acides en comparaison avec les solutions stockées est assimilées. Cette différence de pH est due à la diminution de la concentration des sels.

A partir de ces trois sels, on constate que le monoammonium phosphate est plus acide que le sulfate d'ammonium et l'urée. Il s'agit de la concentration relative en ammoniac.

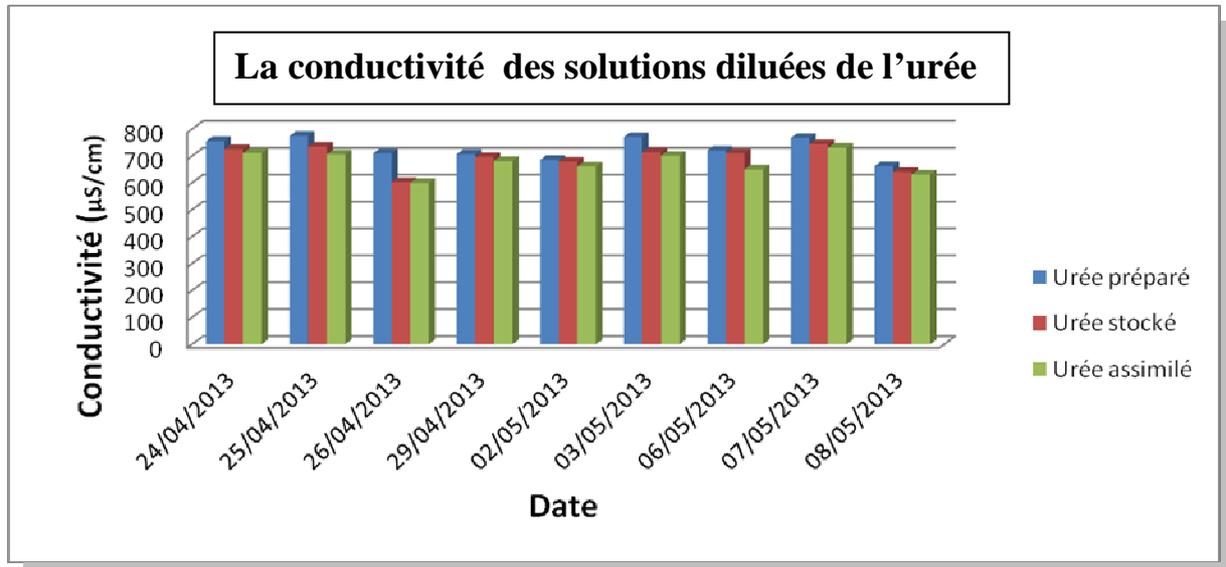
V. Test de la conductivité

❖ **L'urée :**

Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)			
Urée Date	Préparé	Stocké	Assimilé
24/04/2013	755	725	711
25/04/2013	774	735	706
26/04/2013	710	603	600
29/04/2013	707	696	681
02/05/2013	686	679	661
03/05/2013	770	714	701
06/05/2013	720	710	650
07/05/2013	767	744	731
08/05/2013	662	640	631

Moyenne	727,88	694	674,66
Max	774	744	731
Min	662	603	600
Ecart-type	40,433	46,4	42,552

Tableau n°1 : Conductivité de l'urée diluée

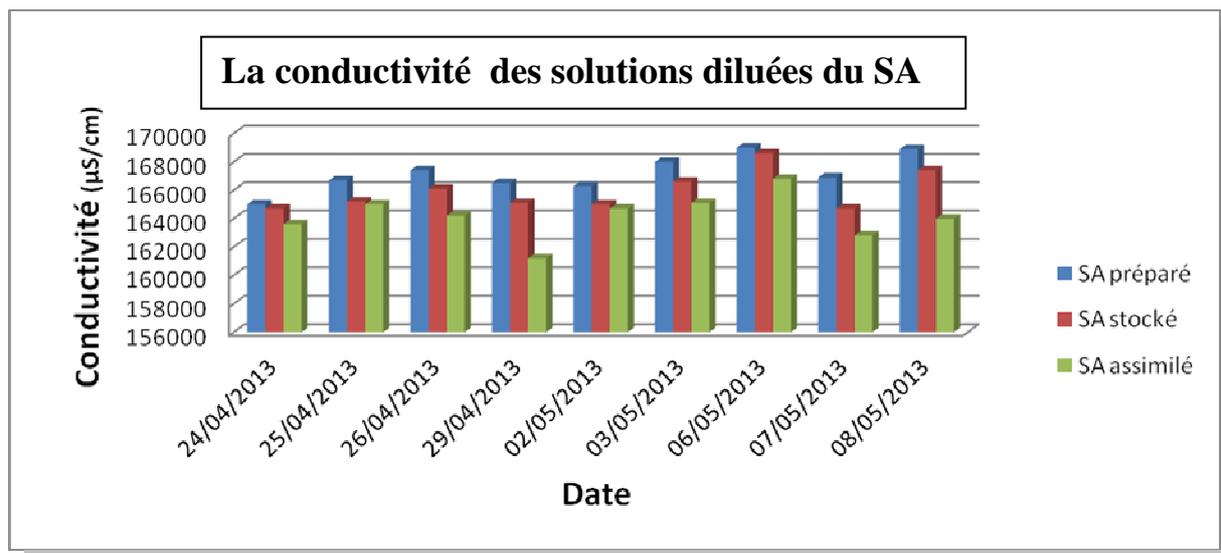


Graph n°1 : représentation graphique de la conductivité en fonction du temps.

❖ **Sulfate d'ammonium :**

Conductivité (µS/cm)			
SA	Préparé	Stocké	Assimilé
Date			
24/04/2013	165. 10 ³	164,7. 10 ³	163,6. 10 ³
25/04/2013	166,7. 10 ³	165,2. 10 ³	165. 10 ³
26/04/2013	167,4. 10 ³	166,1. 10 ³	164,2. 10 ³
29/04/2013	166,5. 10 ³	165,1. 10 ³	161,2. 10 ³
02/05/2013	166,3. 10 ³	165. 10 ³	164,7. 10 ³
03/05/2013	168. 10 ³	166,6. 10 ³	165,1. 10 ³
06/05/2013	169. 10 ³	168,6. 10 ³	166,8. 10 ³
07/05/2013	166,9. 10 ³	164,7. 10 ³	162,8. 10 ³
08/05/2013	168,9. 10 ³	167,4. 10 ³	164. 10 ³
Moyenne	167,18. 10³	165,93. 10³	164,15. 10³
Max	169. 10³	168,6. 10³	166,8. 10³
Min	165. 10³	164,7. 10³	161,2. 10³
Ecart-type	1,288. 10³	1,363. 10³	1,573. 10³

Tableau n°2 : conductivité du sulfate d'ammonium dilué

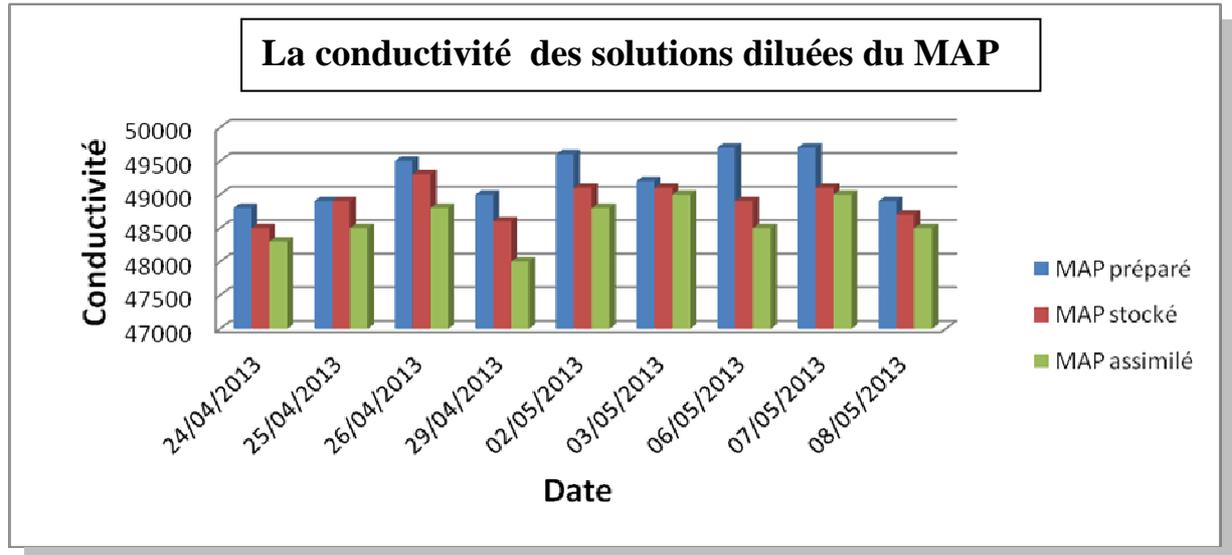


Graphe n°2 : représentation graphique de la conductivité en fonction du temps.

❖ **Monoammonium phosphate**

Conductivité (µS/cm)			
MAP	Préparé	Stocké	Assimilé
Date			
24/04/2013	488. 10 ²	485. 10 ²	483. 10 ²
25/04/2013	489. 10 ²	489. 10 ²	485. 10 ²
26/04/2013	495. 10 ²	493. 10 ²	488. 10 ²
29/04/2013	490. 10 ²	486. 10 ²	480. 10 ²
02/05/2013	496. 10 ²	491. 10 ²	488. 10 ²
03/05/2013	492. 10 ²	491. 10 ²	490. 10 ²
06/05/2013	497. 10 ²	489. 10 ²	485. 10 ²
07/05/2013	497. 10 ²	491. 10 ²	490. 10 ²
08/05/2013	489. 10 ²	487. 10 ²	485. 10 ²
Moyenne	492,55. 10²	489,11. 10²	486. 10²
Max	497. 10²	493. 10²	490. 10²
Min	488. 10²	485. 10²	480. 10²
Ecart-type	3,711. 10²	2,666. 10²	3,316. 10²

Tableau n°1 : Conductivité du monoammonium phosphate dilué



Graphe n°3 : représentation graphique de la conductivité en fonction du temps.

Interprétation :

Selon les histogrammes on observe que la conductivité des sels dans les solutions préparées est élevée que celle des solutions stockées et assimilées, cette variation est due à la diminution de la concentration des sels.

À partir de ces trois sels on constate que la conductivité du sulfate d'ammonium est plus élevée que celle du MAP et l'urée

Ceci est expliqué par la différence du nombre des charges et le nombre des ions ainsi que la taille des ions entre SA et MAP.

Pour l'urée sa faible conductivité est due à la présence des liaisons covalentes qui ne se décomposent pas en ions. Donc sa conductivité est équivalente à celle de l'eau.

Conclusion

Au cours de mon stage que j'ai effectué au laboratoire Lesaffre, je me suis intéressée à l'étude de l'effet des sels nutritifs sur la levure, ainsi on a déterminé par dosage, la quantité d'azote et du phosphore contenue dans ces sels nutritifs pour différentes stations.

Aux niveaux des sels bruts :

Tous les paramètres physico-chimiques étudiés répondent aux normes, ce qui prouve le suivi rigoureux de la part des responsables de la qualité.

Aux niveaux des bacs de préparation, de stockage et d'assimilation :

On trouve une variation des pertes (en teneur d'azote et en phosphore) entre le bac de préparation, le bac de stockage et celui d'assimilation due au trois points essentiels :

- ✓ L'agitation au niveau des bacs de préparation
- ✓ La décantation de la petite quantité de sels au fond du bac de préparation
- ✓ La teneur en matière sèche

En générale les pertes restent tolérables en fermentation de la levure, parce qu'on trouve que la mélasse est une source aussi de P_2O_5 et d'azote qui vont compenser en partie les pertes des sels nutritifs dilués

Je ne trouve plus les mots pour décrire à quel point ce stage était bénéfique pour moi aussi bien sur le plan qualité des informations acquises, manipulation et mobilisation des connaissances académiques apprises à la faculté pour l'étude d'un problème pratique que sur le plan relationnel. Ce monde vraiment nouveau pour moi, m'a permis d'avoir une idée approfondie sur le climat socioprofessionnel et qui dans l'avenir me facilitera l'intégration dans le monde de travail avec ambition et une volonté de création.

BIBLIOGRAPHIE

<http://www.lesaffre.com/fr/>

<http://fr.wikipedia.org/wiki/Levure>

<http://chimix.com/>

<http://lamainalapate.asso-web.com/>

- Les catalogues de la société **LESAFFRE Maroc.**
- Rapports des stages de fin d'études FST