

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Suivi de la cinétique de refroidissement et viscosité des desserts lactés (Danette)

Présenté par :

◆ **EL HALLAMI KHAOULA**

Encadré par :

- ◆ **Mr. BOUHADRIA khalide** (Société)
- ◆ **Pr. CHAKROUNE said** (FST)

Soutenu Le 8 Juin 2018 devant le jury composé de:

- **Pr. BOUKIR Abdellatif**
- **Pr. BOUAYAD Abdelouahed**
- **Pr. CHAKROUNE said**

Stage effectué à Centrale Danone Meknès

Année Universitaire 2017 / 2018

Remerciement

Tout d'abord je remercie le tout puissant, de m'avoir donné la force et le courage de continuer et tenir jusqu'à la fin de cette aventure, qui m'a permis d'apprendre aussi bien sur le côté personnel que professionnel.

Je tiens à présenter mon profond respect et ma sincère reconnaissance à Pr.**CHAKROUNE said** qui a toujours su m'orienter et me montrer la voie à suivre, et cela avec beaucoup de gentillesse, de modestie et d'humilité incomparables...merci pour votre disponibilité, votre patience, votre qualité d'écoute, vos constants conseils et votre pédagogie qui m'ont permis d'avancer dans ce travail. Ainsi Je tiens à remercier les membres jury, Pr. **BOUAYAD Abdelouahed** et Pr. **BOUKIR Abdellatif** pour leur présence afin de juger mon projet de fin d'étude.

Mes respectueux remerciements s'adressent à **Mr. BOUHADRIA Khalid** responsable qualité, pour son encadrement et son accompagnement tout au long du stage, aussi à Mr. **AABI hakim** pour son assistance, sa disponibilité et ses considérables conseils.

Je témoigne présentement, ma profonde gratitude à toute l'équipe du laboratoire notamment, **Mr. ESSABRY Younesse** pour son encouragement sa confiance et sa servitude , **Mme. MAZZOUZ Fatima** pour son soutien, sa bonté et ses conseils précieuses, **Mr. EL OUARDY Hicham** pour sa gentillesse et sa disponibilité qui m'ont beaucoup aidé dans l'aboutissement de ce travail, sans oublier **BIQUICH Adil** et **RABIAI Mehdi**...grâce à vous j'ai découvert que le travail n'est pas forcément lié au malaise car j'ai pu travailler avec une équipe sympathique .

Mes vifs remerciements vont aussi aux différents teams palettisation, qui ont eu la gentillesse de m'accorder de leur temps et de leur énergie, qui était derrière le bon déroulement de ce projet.

Je tiens, en particulier, à remercier l'entreprise d'accueil **Danone** en témoignant toute ma reconnaissance à l'ensemble de ses employés, pour l'expérience enrichissante et pleine d'intérêt qu'ils m'ont apporté durant la période de stage.

Enfin, je tiens, en témoignage de ma profonde gratitude, à adresser mes sincères remerciements à toute l'équipe pédagogique de **L'FSTF**, à mes professeurs comme aux intervenants professionnels, responsables de nos formations théoriques et pratiques, pour avoir su assurer leur mission avec abnégation et dévouement.

Table des matières

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1- Centrale Danone Meknès | 6 |
| 2- Description des processus de fabrication des différents produits à la CDM | 6 |
| 2-1 : Processus de fabrication du lait pasteurisé | 7 |
| ➤ Réception et dépotage : | 7 |
| Figure 1 : Schéma décrivant l'étape de la réception et du dépotage du lait | 7 |
| ➤ Thermisation et écrémage : | 7 |
| ➤ Standardisation : | 7 |
| ➤ Pasteurisation : | 7 |
| 2-2 : Processus de fabrication des fromages frais | 8 |
| ➤ Poudrage : | 9 |
| ➤ Stérilisation de la crème sucrée : | 9 |
| ➤ Injection de ferments : | 9 |
| ➤ Séparation : | 10 |
| ➤ Mélange de pâte maigre et crème sucrée : | 10 |
| ➤ Conditionnement : | 10 |
| 2-3 Processus de fabrication des desserts lactés | 10 |
| ➤ Préparation de la recette dessert lacté (LE MIX) ou poudrage : | 11 |
| ➤ Conditionnement : | 11 |
| 2-4 : Processus de fabrication de Raibi Jamila..... | 12 |
| 3- Contrôle et suivi des produits au laboratoire | 12 |
| 3-1 Poste d'analyse physico-chimique..... | 13 |
| ➤ Lait pasteurisé : | 14 |
| ➤ Lait fermenté : | 14 |
| 3-2 : Poste des analyses organoleptiques | 15 |
| 1- Importance du refroidissement dans l'industrie agroalimentaire..... | 17 |
| 1-1 Facteurs influençant la vitesse de refroidissement..... | 17 |
| 1-2 Disposition des produits refroidis | 17 |
| ➤ Refroidissement en tunnel | 19 |
| 1- Notes de cadrage..... | 20 |
| 1-1 Contexte | 20 |
| 1-2 Problématique | 20 |
| 1-3 Objectifs | 21 |
| 1-4 Démarche à suivre | 21 |
| 1-5 Outils et appareillage | 21 |
| ➤ Thermo boutons : | 21 |
| ➤ Viscosimètre BROOKFIELD : | 22 |

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1-6 Protocole | 22 |
| 2- Résultats | 23 |
| 2-1 1 ^{ère} étape : suivi de la cinétique de refroidissement de la palette à 4 niveaux | 23 |
| ↳ Synthèse : | 25 |
| 2-1 : 2 ^{ème} étape : suivi de la viscosité des différentes zones de la palette..... | 25 |
| ↳ Synthèse : | 26 |
| 2-3- 3 ^{ème} étape : Suivi et comparaison de la cinétique de refroidissement et viscosité de la palette à 5 niveaux... 27 | |
| Observations : | 28 |
| <i>Conclusion</i> | 29 |

Liste des figures

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------|----|
| figure 1 : Schéma décrivant l'étape de la réception et du dépotage du lait | 8 |
| figure 2: Schéma illustrant les étapes de la pasteurisation..... | 8 |
| figure 3 :Schéma décrivant l'étape de la stérilisation de la crème sucrée | 9 |
| figure 4 : Schéma illustrant le processus de fabrication des desserts | 11 |
| figure 5 : Description de l'étape du poudrage..... | 11 |
| Figure 6 : Milkoscan..... | 13 |
| figure 7: Méthode gerber | 14 |
| figure 8 : Disposition en palette..... | 18 |
| figure 9 :Types de circulation de l'air dans un tunnel | 19 |
| figure 10: Position des thermo boutons | 23 |
| figure 11: Mise en place des thermo boutons dans une palette de d. chocolat | 26 |
| figure 12: Vitesse de refroidissement des différentes positions..... | 23 |
| figure 13: Courbe moy, min et max du refroidissement d'une palette a 4 niveaux..... | 24 |
| figure 14 : Casier à 4 niveaux | 30 |
| figure 15 : Disposition des thermo boutons pour une palette de 5 niveaux..... | 27 |
| figure 16 : Casier à 5 niveaux | 27 |

Liste des tableaux

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| tableau 1: Historique de la CMD | 6 |
| tableau 2 : Température d'entrée et de sortie des différentes positions selon l'ordre chronologique de leur mise en place | 28 |
| tableau 3 : Essai -1-..... | 25 |
| tableau 4 : Essai -2-..... | 25 |
| tableau 5 : Essai -3-..... | 25 |
| tableau 6 : Essai -4-..... | 25 |
| tableau 7 : Comparaison T° et viscosité de la palette à 5 niveaux et 4 niveaux | 28 |

Liste des abréviations

- **CDM** : Centrale Danone Meknès
- **CD** : Centrale Danone
- **°D** : Degré Dormic
- **STEP** : Station de traitement en place
- **TS** : Tank de stockage
- **IP** : Indice de protection

Introduction

La Centrale Danone est de loin la société pionnière du secteur laitier marocain depuis des années, cette dominance se manifeste aussi bien par le chiffre d'affaires important, que par la bonne réputation de ses produits.

Ce parcours exceptionnel n'est pas dû au hasard, mais c'est le fruit d'un grand travail effectué par ses dirigeants pour améliorer la qualité nutritionnelle, visuelle, et organoleptique des produits, et être à la hauteur des attentes du consommateur, en lui proposant un produit sain, qui répond aux normes internationales de la sécurité alimentaire, mais aussi un produit agréable qui fait plaisir aux petits comme aux grands.

Les desserts lactés (DANETTE), parmi les dérivés les plus appréciés par une large tranche des clients, font l'objet de mon travail, qui vise à étudier la cinétique de refroidissement et son influence sur la qualité rhéologique de ces produits notamment leur viscosité.

✚ **Le premier chapitre** commence par une présentation générale de l'entreprise Centrale Danone Meknès, une description des processus de fabrication des différents produits et le suivi effectué au sein de la zone laboratoire.

✚ **Le deuxième chapitre** s'étale sur quelques notions générales du refroidissement et son importance dans le domaine agroalimentaire, les facteurs influençant la cinétique de refroidissement et on va voir les techniques employées dans ce domaine, tout en s'appuyant sur le refroidissement en tunnel vu que c'est la technique utilisée à la CDM.

✚ **Le Troisième chapitre** est consacré à la partie expérimentale, qui décrira les différentes techniques et démarches mises en œuvre pour le suivi de la cinétique de refroidissement, et la caractérisation des différents problèmes qui accompagnent ce procédé, ainsi de mettre en évidence la relation entre le refroidissement et la viscosité des desserts.

1- Centrale Danone Meknès

Crée dans les années quarante, **Centrale Laitière** est pionnière de l'industrie laitière au Maroc. Dès 1953, l'entreprise devient partenaire du groupe Danone, référence mondiale avec qui elle partage le savoir-faire. A partir de 1998, Danone rachète progressivement les parts de la centrale laitière au holding, jusqu'en 2014 où il devient l'actionnaire majoritaire avec 90,9% de participation, **le groupe s'appellera désormais « Centrale-Danone »**.

Le dynamisme économique, la localisation géographique, le fort potentiel en production du lait ont été les raisons logiques derrière l'implantation de la centrale Danone à la région de Meknès dès 1985.

Lors de son démarrage, l'activité de l'entreprise était limitée à la production du lait pasteurisé (50T/j), et c'est qu'en 1992 que l'usine commence à diversifier ses produits par la fabrication des fromages frais (150T/j) et par celle des desserts lactés (100T/j). La production s'élève en 2010 à 160 000 T/j.

Comme les autres sites de la CD, l'unité de Meknès participe à l'amélioration de l'agriculture et à la satisfaction des besoins des consommateurs en lait et ses dérivés.

Au cours de ces longues années d'existence la CMD a connu plusieurs améliorations, voici L'historique des évènements survenus à la CDM.

Tableaux 1 : Historique de la CMD

| | |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------|
| 1985 | Démarrage de l'usine (lait pasteurisé 50T/j) |
| 1992 | Transfert de l'activité du fromage frais de l'usine de Salé à celle de Meknès |
| 1997 | Démarrage de la production du dessert lacté (Danette) |
| 2003 | Certification usine de Meknès: ISO 9001 Version 2000 |
| 2005 | 1er Audit Food-safety / AIB (American Institute of Baking) |
| 2007 | 2eme et 3eme Audit Food-safety / AIB |
| 2009 | Certification usine de Meknès : ISO 9001 Version 2000 avec 0 écart |
| 2010 | Transfert de l'activité de Raibi de l'usine de Salé à celle de Meknès |
| 2012 | Audit iso 22000,WISE (working in save environnement) |

2- Description des processus de fabrication des différents produits à la CDM

Les processus de fabrication sont contrôlés de manière quasi-automatique par la salle de contrôle, constituée d'équipe de deux opérateurs nommés « conducteurs process », chaque équipe est responsable d'un produit, travaillant en shifts de 3*8 heures à partir de 06h00.

2-1 : Processus de fabrication du lait pasteurisé

Le processus de fabrication du lait pasteurisé se résume en 6 grandes étapes, qui sont les suivantes :

➤ Réception et dépotage :

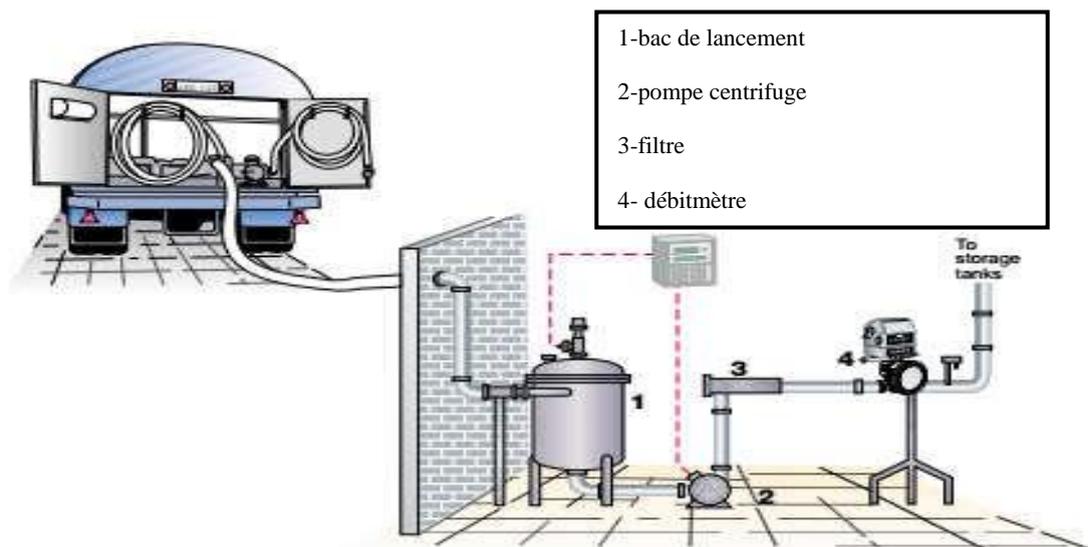


Figure 1 : Schéma décrivant l'étape de la réception et du dépotage du lait

➤ Thermisation et écrémage :

Le lait sortant du tank réfrigéré (4°C) passe en premier temps par un réchauffage de 4°C à 45°C et regagne l'échangeur où il subit un traitement thermique doux ramenant la température à 75°C, le lait thermisé subit par la suite un refroidissement final à 40°C avec l'eau glycolée. Après, le lait est ramené au séparateur centrifuge dit « écrémeur » qui va traiter le lait pour séparer le lait écrémé de la crème.

➤ Standardisation :

Cette opération a pour rôle l'ajustement du taux de la matière grasse à 30g /l de lait selon les normes imposées par la légalisation des laits de consommation. Pour ce faire, il existe deux alternatives soit :

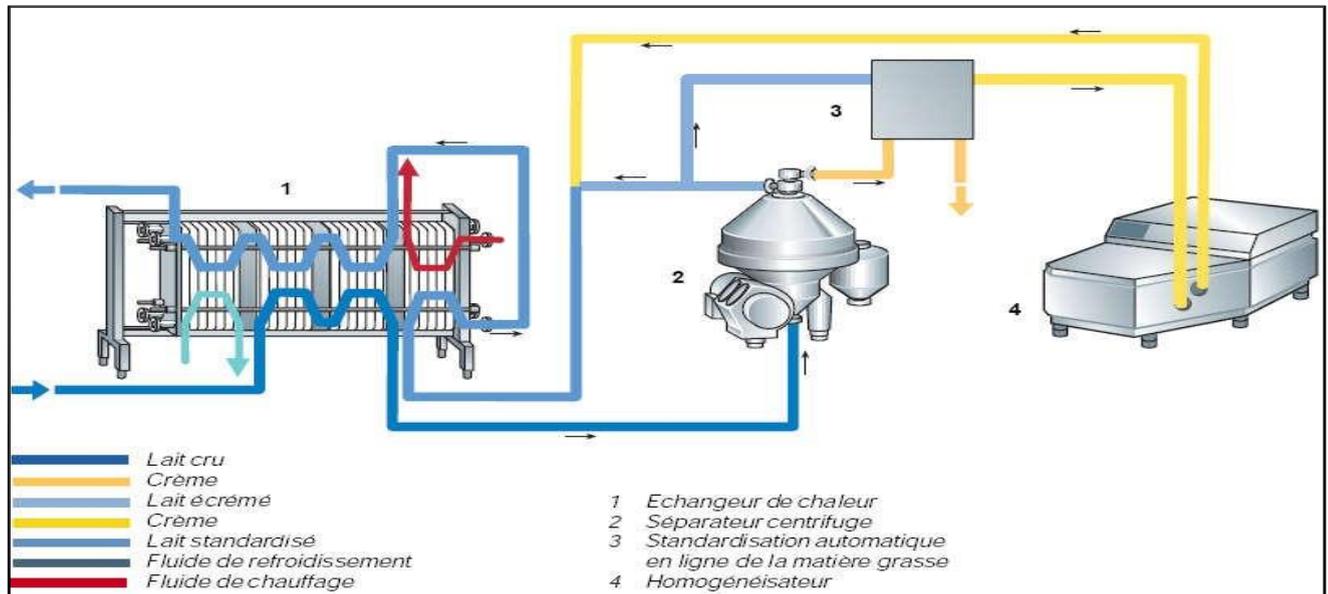
- Le lait écrémé est additionné dans le lait entier si la teneur initiale est importante.
- La crème est additionnée au lait entier si la teneur initiale est faible.

➤ Pasteurisation :

Le circuit de la pasteurisation est similaire à celui de la thermisation ; Celle-ci consiste en l'élévation de la température du lait jusqu'à 96°C pendant 3 min. Cette période est nécessaire pour se débarrasser d'une partie des bactéries. Au cours de cette étape, on procède à l'homogénéisation afin

d'éviter que la matière grasse ne remonte à la surface et gêne l'écoulement du lait lors du traitement thermique de conservation. Ce traitement s'exécute par pression éclatant ainsi les globules de matière grasse qui deviennent en fines particules homogènes.

Le lait subit ensuite un refroidissement progressif jusqu'à 5°C avant stockage pour procéder finalement à son conditionnement.



La figure 2 : Schéma illustrant les étapes de la pasteurisation

Conditionnement :



Le lait est conditionné, via deux machines appelées ELOPACK, dans des briques étiquetées selon ses caractéristiques nutritionnelles et sa date limite de consommation. Ensuite, le lait conditionné passe dans une chambre froide à 6°C où il sera stocké momentanément en attendant sa commercialisation.

2-2 : Processus de fabrication des fromages frais

Le lait destiné à l'industrie fromagère doit être de qualité supérieure. Il doit répondre à certaines caractéristiques, dont la richesse en protéines, la faible teneur en bactéries, le goût...Voici les étapes du processus :

➤ Poudrage :

L'étape de poudrage consiste à ajouter les différents suppléments alimentaires en poudre, (arôme, sucre...) à la crème, de façon à avoir un mélange homogène. L'opération s'effectue dans un circuit fermé, où la poudre est aspirée d'une trémie, par l'effet de venturi et mélangée au flux du de la crème traversant la « poudreuse ».

➤ Stérilisation de la crème sucrée :

La stérilisation est un traitement thermique qui vise à débarrasser le produit de tous germes vivants, toxines microbiennes, enzymes microbiennes dont la présence pourrait altérer ou rendre le produit impropre à la consommation humaine. Le produit stérilisé doit être conservé dans un emballage étanche.

Pour réaliser ce traitement thermique, le produit est pompé du bac de lancement vers la section du préchauffage de l'échangeur de chaleur à plaque, il passe ensuite dans une homogénéisation. A la sortie de ce dernier, la crème rejoint l'échangeur pour élever sa température jusqu'à 95°C. Le produit est maintenu à la température du traitement dans un premier chambreur pendant quelques secondes, avant de subir une augmentation de température à 135°C et passer dans le deuxième chambreur. Le produit est refroidi à environ 78°C dans l'échangeur de chaleur à plaque, puis gagne directement une machine de remplissage aseptique ou une cuve aseptique avant son conditionnement.

➤ La figure suivante décrit ce processus :

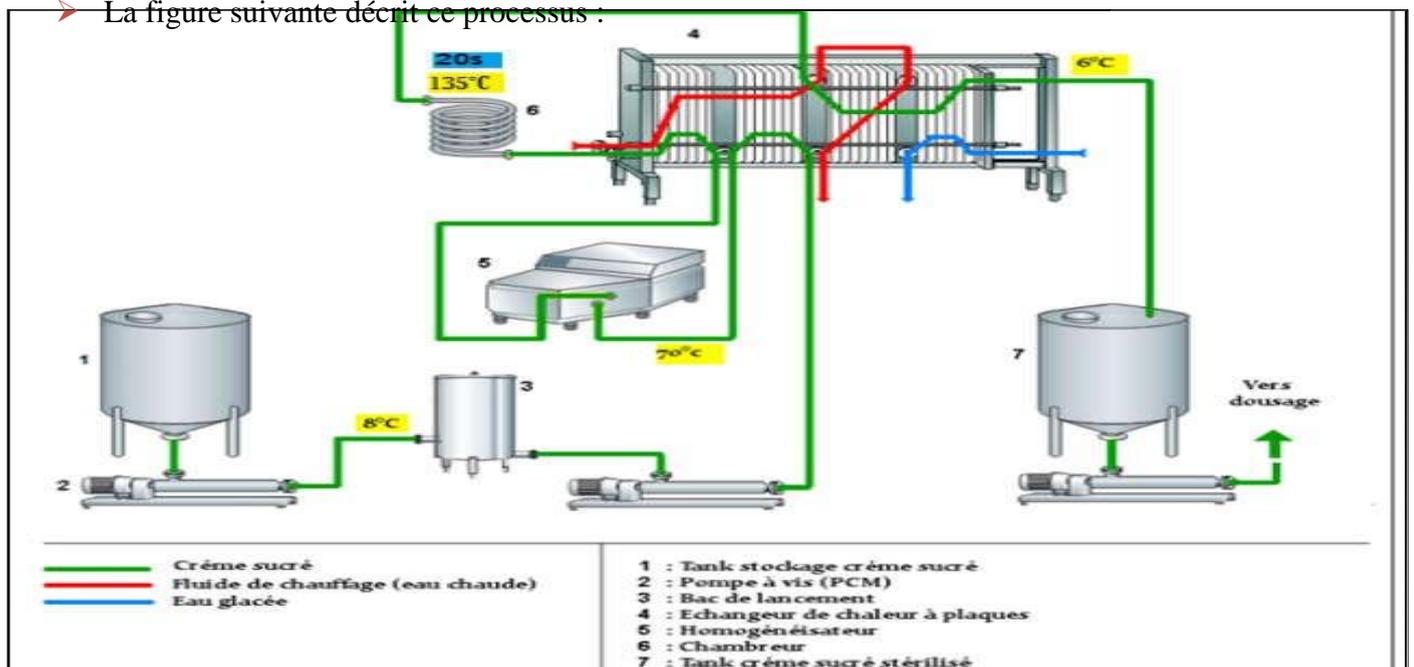


Figure 3 : Schéma décrivant l'étape de la stérilisation de la crème sucrée

➤ Injection de ferments :

A partir d'une fermentation exclusivement lactique, qui consiste à faire coaguler la caséine du lait sous l'effet de l'acide lactique avec ajout d'un peu de présure dont l'effet coagulant est limité.

Après la pasteurisation du lait écrémé à une température de 95°C, le lait est stocké dans les tanks de maturation pour la fermentation.

On y ajoute les ferments et l'ensemble est soumis à une agitation. Les ferments abaissent le pH du milieu par la production d'acide lactique, condition qui favorisera l'action de la présure. Juste avant la fin de la pasteurisation, la présure est ajoutée. Son action nécessite un milieu stable et acide, une température entre 26°C et 30°C et la présence de calcium. Après quoi, vient l'étape de la maturation.

La maturation dure environ 18h et doit produire une acidité de 56 à 57°D et un $\text{pH} < 4,5$

➤ **Séparation :**

A la sortie du thermiseur, et après filtration des corps étrangers, le coagulum passe dans une centrifugeuse afin d'être séparée en pâte maigre et lactosérum. Ce dernier est drainé vers la station d'épuration (STEP), le débit du séparateur est réglé de façon à contrôler la teneur en extrait sec.

➤ **Mélange de pâte maigre et crème sucrée :**

Une fois la pâte maigre est obtenue, elle est mélangée avec la crème sucrée de façon à obtenir un taux déterminé de matière grasse. La crème ainsi standardisée est homogénéisée sous pression.

➤ **Conditionnement :**

Cette phase s'exécute selon les étapes suivantes :

- Le thermoformage des pots à partir des films plastiques.
- Le dosage du produit fini dans des pots sous protection bactériologique que confère la hotte
- La fermeture hermétique des pots par thermocollage.
- L'impression et le marquage de la date limite de consommation ainsi que le cisailage pour l'obtention des barquettes.

2-3 Processus de fabrication des desserts lactés

la gamme des desserts lactés DANETTE comprend trois arômes flan caramel, chocolat, vanille plus le produit nouvellement lancé danette praliné.



- le processus se résume dans le schéma suivant :

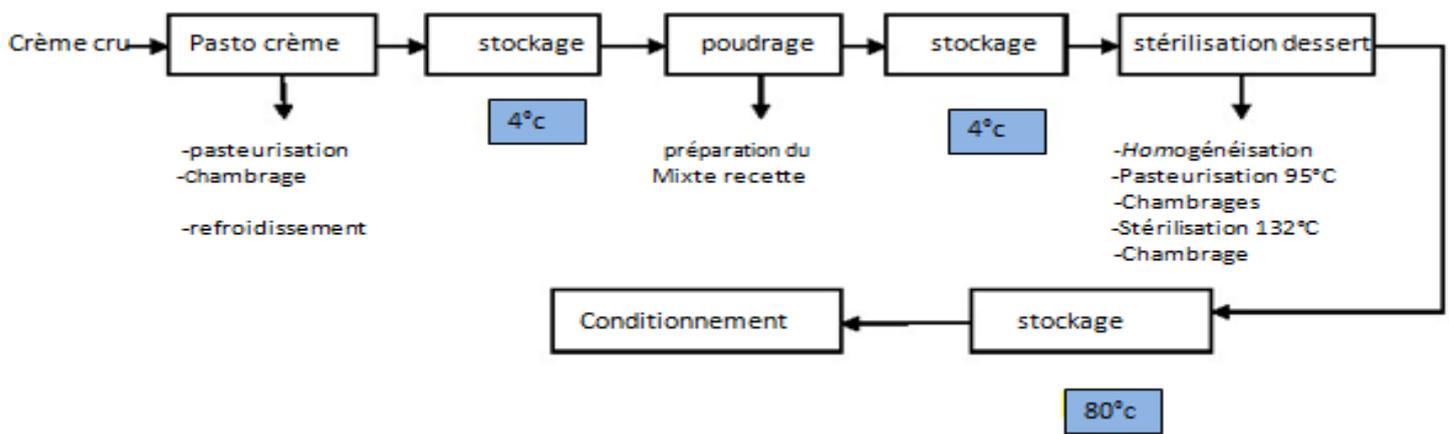


Figure 4 : Schéma illustrant le processus de fabrication des desserts

➤ Préparation de la recette dessert lacté (LE MIX) ou poudrage :

C'est la première étape de fabrication des desserts lactés (DANETTE) , le mix est préparé au niveau de la poudreuse , on introduit donc l'ensemble des ingrédients (eau , sucre , poudre du lait , arôme , colorant , stabilisant , gélifiant) dans une trémie , le mélange circule en circuit fermé entre la poudreuse et le tank de stockage (TS) pour assurer le bon malaxage de l'ensemble des ingrédients . La crème est ensuite ajoutée dans le TS et on obtient ainsi un MIX gras qui va être soutiré vers un bac de lancement pour qu'il soit stérilisé par la suite. A la sortie de ce dernier, le MIX gras rejoint l'échangeur pour élever sa température jusqu'à 95°C, le produit est maintenu à la température du traitement dans un premier chambreur pendant quelques secondes avant de subir une augmentation de température à 135°C et passer dans le deuxième chambreur. Le produit est refroidi à environ 80°C dans l'échangeur de chaleur à plaques, puis gagne directement une cuve aseptique avant son conditionnement.

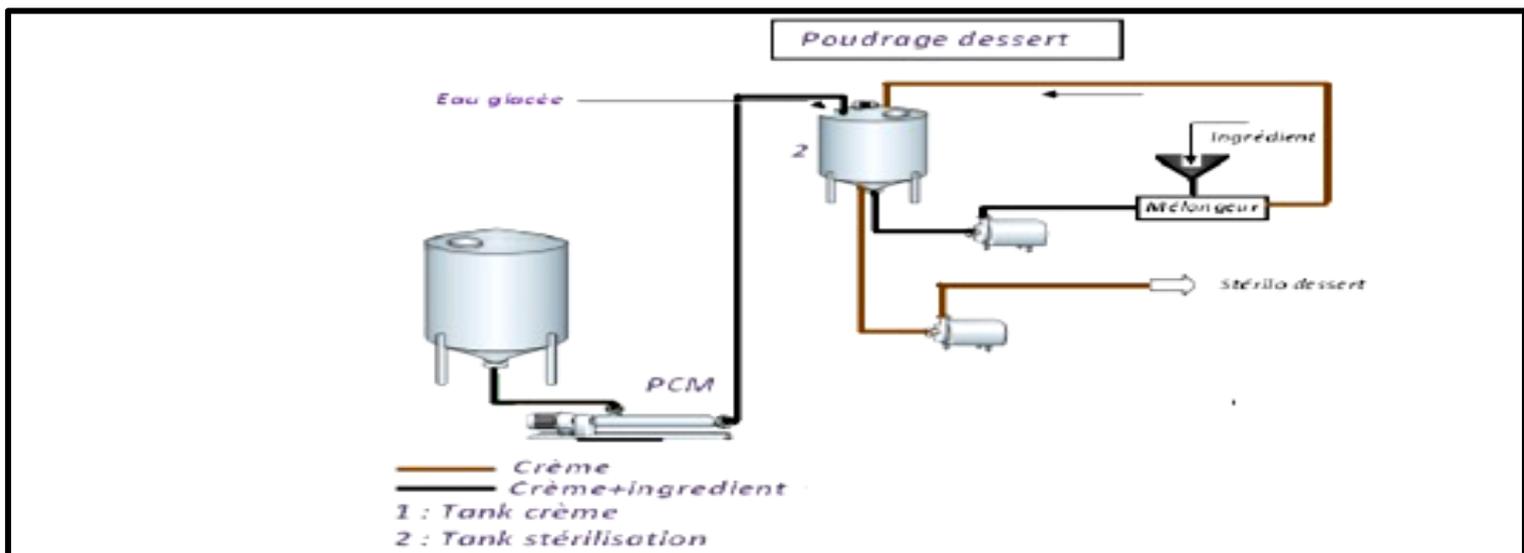


Figure 5 : Description de l'étape du poudrage

➤ Conditionnement :

La ligne de conditionnement des desserts est la même que celle des fromages, après l'installation des rouleaux de plastique sur le conditionneur, ils subissent une aspiration ionisante pour attirer les poussières

et autres corps étrangers. La bande en plastique subit alors le thermoformage et les pots ainsi formés sont remplis par le produit fini moyennant des buses doseurs puis couvertes et enfin les bandes sont découpées en cagettes de 6 pots chacune. les pots sont ensuite palettisés puis refroidis dans des tunnels à une T° de 4°, pendant 2h30min.

2-4 : Processus de fabrication de Raibi Jamila

Equivalent aux unités : lait pasteurisé et fromage/desserts, la chaîne de RAIBI JAMILA soumet aux mêmes étapes de fabrication. La différence réside au niveau de la préparation de la recette et quelques paramètres, par exemples :

La pasteurisation de la masse blanche se fait par un débit de 25 000l/h, avec une homogénéisation totale 25 000l/h, par contre le lait pasteurisé subit à une homogénéisation partielle 10 000l/h avec un débit pasteurisateur de 30 000l/h.

La production de la masse blanche et sirop passe par les mêmes étapes sauf au niveau de l'homogénéisation qui harmonise la masse blanche et non pas le sirop.

La maturation de la masse blanche prend 4 à 5 h par contre 18h pour les fromages frais.

3- Contrôle et suivi des produits au laboratoire

Dans toute entreprise agro-alimentaire le laboratoire joue un rôle primordial et décisif , il assure le contrôle de qualité des produits, le respect des normes et l'hygiène Xet permet l'évaluation des opérations de fabrication par des tests officialisés et reconnus mondialement. En effet, le laboratoire est responsable de la conformité des produits aux normes qui leur assurent une qualité marchande parfaite, ce service effectue de nombreux contrôles et analyses, on cite :

- **Des analyses microbiologiques** : pour la recherche des microorganismes et des enzymes pouvant dégrader la qualité des produits (entérobactéries, bacillus, thermorésistants....)
- **Des analyses physico-chimiques** : ces analyses sont diverses, elles ont pour rôle la vérification de la conformité des produits, et elles sont appliquées sur le lait cru, le lait pasteurisé, le lait fermenté, le lait écrémé et la crème.
- **Des analyses organoleptiques** : ces analyses se sont fait manuellement pour vérifier la présence d'anomalies de goût, de texture et d'aspect de l'échantillon, ainsi la détermination de la viscosité, du pH, de la teneur en matière grasse, de l'extrait sec dégraissé.
- **Des analyses de la matière première** : qui sont le contrôle de la conformité des emballages et des ingrédients à la réception.

3-1 Poste d'analyse physico-chimique

Plusieurs tests et analyses sont effectués à tous les niveaux de la fabrication depuis la réception du lait jusqu'au produit fini. Ils sont faits par le MILKOSCAN ou par des méthodes officielles.



Figure 6 : Milkoscan

➤ Lait cru :

Test de la qualité nutritive du lait cru : Le test se fait grâce à un appareil appelé MILKOSCAN, qui mesure la matière grasse "MG", le taux de protéines "P", et l'extrait sec dégraissé "ESD". Cet appareil est spécifique au lait ne contenant pas d'additifs.

La "MG", le "TP" et l'"ESD" peuvent être aussi mesurés par des méthodes officielles :

✓ **La matière grasse (MG) : est** présente dans le lait sous forme de globules gras en émulsion dans la phase liquide, elle peut être dosée soit par le MILKOSCAN soit par la méthode de GERBER.

↳ **Méthode GERBER** : c'est une méthode officielle utilisant des tubes appelés des butyromètres, et qui consiste en l'extraction de la matière grasse sous forme d'une couche claire et transparente.

- Introduire dans un butyromètre 10ml d'acide sulfurique + 11ml du lait + 1ml d'alcool iso amylique ;
- Placer les butyromètres dans la centrifugeuse en nombre paire face à face ;
- Centrifuger pendant 5min ;
- Placer les butyromètres sur un support bouchons vers le bas puis incuber au Bain-marie 65+/-2°C pendant 3 à 5 min ;
- Le niveau d'eau doit être au-dessus du sommet de la colonne de MG .
- A valeur atteinte par le niveau inférieur de la colonne de MG .B: valeur atteinte par le niveau supérieur de la colonne de MG
- La teneur en MG du lait est exprimée en g/L est égale à $(B-A) \times 10$

➤ le test est schématisé dans la figure suivante :

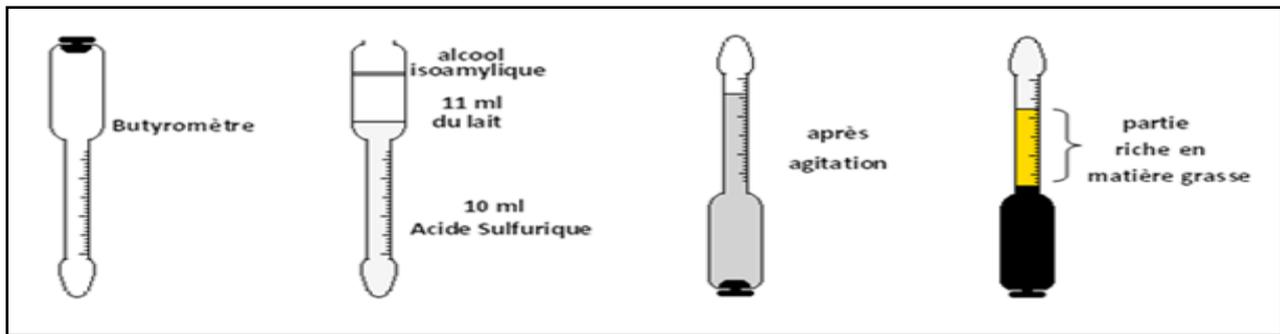
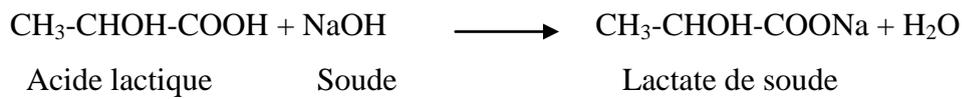


Figure 7- Méthode GERBER

- + **Taux des protéines (T.P g/Kg)** : Il peut être mesuré soit par le MILKOSCAN soit par la méthode de Kjeldah.
- + **Test d'acidité titrable:(T.Ac)** : Elle permet de déterminer le degré d'altération du lait par mesure de l'acidité développée due à la décomposition du lactose en acide lactique par les ferments présents dans le lait et qui s'ajoute à l'acidité naturelle (du lait fraîchement traité). C'est un dosage acido-basique, par NaOH en présence d'un indicateur coloré. Ce contrôle peut être utile pour détecter les laits formolés qui, dans ce cas, ont une acidité supérieure à la normale (18° Dornic). (Un degré Dornic correspond à un décigramme d'acide lactique par litre de lait).

❖ **Réaction mise en jeu :**



- + **Test de stabilité aux alcools:** La stabilité nous renseigne sur la qualité des produits, et sa résistance aux conditions de traitement qui lui seront appliquées au cours de sa transformation en produits finis.
- + **Test de pH:** Il consiste à mesurer le pH de l'échantillon au moyen d'un pH-mètre, il renseigne sur l'état du lait en s'appuyant sur l'acidité, il est plus important, il donne une idée sur les autres tests spécifiquement le test de stabilité.
- + **L'extrait sec dégraissé (ESD)** : Mesuré soit par MILKOSCAN soit par la méthode officielle.
- + **Test d'ébullition** : Ce test permet de déterminer la résistance du lait à la chaleur, on porte un échantillon dans un tube à essai pendant 10 minutes dans un bain marie. Après 10 minutes, s'il n'y a pas des floculations, le test est donc négatif. Si le test d'alcool à 68° est négatif, ce test est automatiquement considéré négatif et n'est donc pas fait.

➤ **Lait pasteurisé :**

Il subit les mêmes analyses citées ci-dessus mais en plus:

- + **Indice de crémage** : Détermination et vérification de l'efficacité de l'homogénéisation que le lait pasteurisé subi.

➤ **Lait fermenté :**

Il subit aussi les mêmes analyses citées ci-dessus.

3-2 : Poste des analyses organoleptiques

Le contrôle organoleptique s'occupe de tout ce qui concerne le produit fini :

• **l'emballage** : le formage des pots, le centrage de la date, la sécabilité, la pélabilité, la soudure, le centrage et la lisibilité de la date ...

• **le produit** :

- Goût
- Texture
- Couleur : Data Color Check
- Viscosité : pour chaque type de produit existe une machine qui permet le calcul
- Brookfield viscometer : danettes , raibi
- Rheolab QC : les fromages
- Stable Microsystems TA.XT Express : nouveau dispositif en cours de calibration pour fixer les normes limites de conformité.
- Extrait sec dégraissé
- Analyse matière grasse
- Sucres réfractomètre

➡ Ces analyses se font à jour de production +1 et +2 et après la date de péremption.

1- Importance du refroidissement dans l'industrie agroalimentaire

Dans l'industrie alimentaire, la réfrigération des produits représente un secteur d'activités très important pour la conservation des produits. Les basses températures permettent de limiter la croissance des micro-organismes et par conséquent de prolonger leur durée de vie. Le froid industriel peut être classé en deux grandes catégories : le froid positif où la température de réfrigération dans la chambre froide est supérieure à 0°C (entre 1°C et 12°C), et le froid négatif où la température de réfrigération dans la chambre froide est maintenue en dessous de 0°C (entre 0 et -40°C).

Les produits sont classiquement refroidis par convection naturelle ou forcée ce qui engendre des transferts de chaleur et d'eau. Par ailleurs, à l'échelle industrielle il est nécessaire d'assurer le refroidissement simultané d'un ensemble de produits qui sont en vrac ou disposés dans des contenants de forme très variable. La conception d'une installation performante nécessite un savoir-faire s'appuyant sur des études expérimentales et numériques.

1-1 Facteurs influençant la vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement des produits dépend de plusieurs facteurs, notamment de la différence de température entre le produit et la chambre de refroidissement, des propriétés thermophysiques (capacité thermique, conductivité thermique ...), de la géométrie du produit, de la nature du fluide de refroidissement et du type d'emballage,... Elle dépend aussi de la performance de l'installation mise en place et du mode de conditionnement et la disposition des produits refroidis.

1-2 Disposition des produits refroidis

Pendant la phase de refroidissement les produits peuvent être disposés en vrac ou placés à l'intérieur de contenants empilés sur des palettes, comme c'est le cas pour les desserts lactés à la CDM. Ces contenants sont généralement perforés afin de permettre un contact direct entre le fluide de refroidissement (l'air) et le produit (Figure 8). L'efficacité du refroidissement dépend de la résistance à l'écoulement qui est induite par le conteneur, l'emballage et le produit. Par ailleurs, l'hétérogénéité du refroidissement n'est pas seulement générée par l'augmentation de la température de l'air lorsqu'il s'écoule à travers les produits. L'évaporation de l'eau à la surface peut également avoir une influence. En effet, la perte d'eau peut varier de 50% entre les zones les plus froides et les plus chaudes dans une palette ce qui peut induire une dégradation de la qualité des produits par la perte d'humidité, mais cela lorsqu'on parle de produits frais.



Figure 8 : Disposition en palette

1-3 Techniques de refroidissement

Il existe différentes techniques pour la pré-réfrigération des produits alimentaires. Parmi les facteurs importants qui amènent à retenir une solution plutôt qu'une autre, citons la nature du produit qui impose la température, l'humidité requise ainsi que la durée du processus. La nature du conditionnement en est un autre, en effet, suivant que les produits se présentent en vrac, en cagette, bac plastique ou carton avec éventuellement un emballage individuel, certains procédés ne seront pas adaptés. La quantité de produit à traiter, leur variété ainsi que la périodicité ont aussi un impact sur le choix effectué. Les coûts respectifs des différentes techniques sont aussi bien évidemment à prendre en compte ; la solution retenue pour un produit de forte valeur ne sera pas nécessairement économiquement viable pour un produit de moindre valeur.

Afin de satisfaire à ces différentes contraintes, les industriels disposent d'un choix de technologies telles que le traitement en chambre froide, en tunnel, par hydro-réfrigération ou surfaçage de glace ainsi que sous vide, avec leurs différentes variantes.

Le refroidissement en tunnel est bien le mode adopté par la CDM. Les avantages et inconvénients de cette techniques sont maintenant présentés.

➤ Refroidissement en tunnel

Par rapport aux chambres froides, où les produits sont placés dans un milieu réfrigéré dont les vitesses sont faibles, induisant un refroidissement lent privilégiant le transfert thermique par conduction, en tunnels le flux d'air de refroidissement est forcé ce qui permet d'atteindre des vitesses plus élevées. Les échanges sont majoritairement convectifs et permettent de diviser le temps de refroidissement par un facteur pouvant atteindre 10. Trois types de refroidissement par air forcé sont utilisés en milieu industriel. Ils sont caractérisés par le sens de parcours de l'air au travers des caquettes ou cartons de conditionnement. Les dispositifs les plus courants forcent l'air à traverser horizontalement les produits palettisés. D'autres systèmes privilégient un écoulement vertical descendant de l'air au travers des colonnes alors que le dernier type est une combinaison des deux précédents systèmes alliant flux horizontal et vertical de l'air (Figure 8).

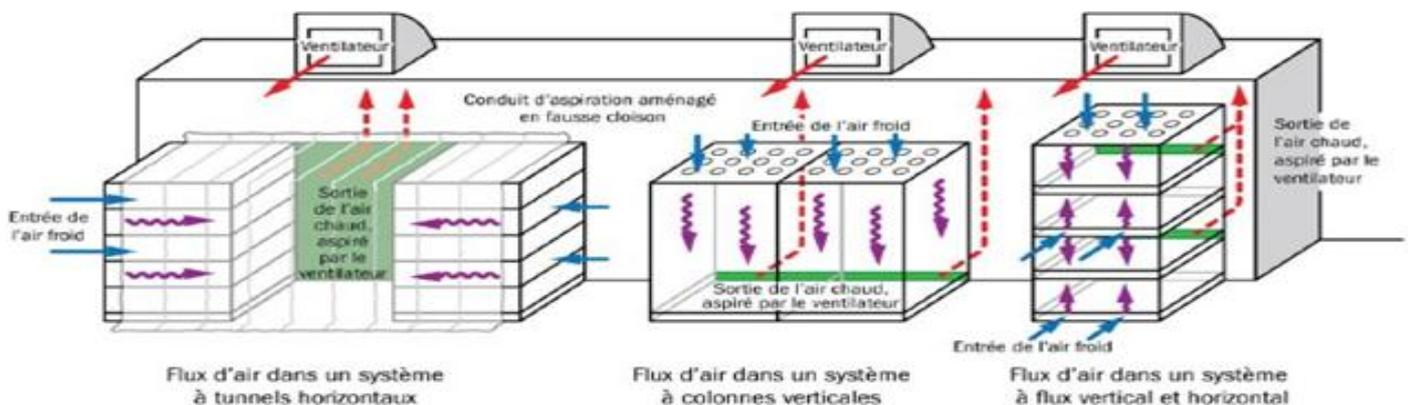


Figure 9 : Types de circulation de l'air dans un tunnel

Dans ces trois dispositifs, il est nécessaire de canaliser l'air en obstruant à l'aide de bâches. L'efficacité du refroidissement est intimement liée à la qualité de la palettisation et de la canalisation du flux d'air ainsi qu'au choix des contenants dont les aérations doivent s'aligner pour favoriser le passage de l'air. Le refroidissement par air forcé peut provoquer une perte d'eau des produits frais. Ainsi des apports d'eau en surface peuvent être réalisés par brumisation pendant le refroidissement. Ils permettent un refroidissement rapide, en accord avec les préconisations de conservation optimale. Une humidification de l'air de refroidissement est souvent nécessaire compte tenu des vitesses d'air élevées au niveau du produit.

La puissance frigorifique installée ainsi que le système de ventilation doivent être plus conséquents que pour les chambres de refroidissement pour pouvoir traiter des produits périssables. L'efficacité du dispositif dépend fortement de l'agencement des palettes, de l'adaptation des contenants et de la qualité de l'étanchéité aux flux d'air parasites.

1- Notes de cadrage

1-1 Contexte

Le plus délicat dans la fabrication des desserts lactés est sans aucun doute, la mise au point d'une recette avec le choix des ingrédients et leur proportion respective, la quantité de sucre et d'arôme vont déterminer la saveur, le goût et la couleur, quand à la texture et la consistance seront plutôt acquises par l'ajout des gélifiants, des épaississants et stabilisateurs de nature végétale (plantes, agrumes, graines, algues), ces derniers sont des macromolécules hydrosolubles, qui en agissant avec les molécules d'eau, changent la rhéologie du milieu aqueux où ils se trouvent, en diminuant sa mobilité.

Après l'ajout de ces ingrédients, la recette subit une stérilisation (140°C) puis un refroidissement à 80°C, qui est la température de conditionnement.

Les desserts lactés n'ont pas d'acidité naturelle, de ce fait la conservation de ces produits à de basses températures (<10°C) est précaire, et c'est bien là où intervient le processus de refroidissement qui non seulement contribue à l'empêchement du développement des microorganismes, mais aussi il finalise le travail des texturants permettant leur gélification et ainsi aboutir à la consistance recherchée.

1-2 Problématique

On a pu voir dans ce qui précède, l'importance de l'étape du refroidissement dans le processus de fabrication des desserts lactés, en effet le passage d'une température de l'ordre de 80°C (température de conditionnement), à une température inférieure à 10°C (température de conservation / stockage) doit se faire, selon les normes de la "Food safety", dans moins de 2h. Donc il était évident qu'on opte pour un refroidissement en tunnel (à air forcé) vu sa capacité exceptionnelle de minimiser le temps de refroidissement, en comparaison avec d'autres techniques.

Mais lorsqu'on parle d'une grande industrie laitière, tel que la CD, où des milliers de pots se fabriquent chaque jour et qui doivent tous subir le même mode de refroidissement, et avoir les mêmes caractéristiques rhéologiques notamment la viscosité, dans ce cas le procédé devient un peu délicat.

Le stockage des pots de DANETTE se fait en palettes, contenant chacune 72 casiers, chaque casier contient 12 barquettes, une barquette est constituée de 6 pots, ce qui fait au total 5184 pots refroidis en même temps dans une cellule du tunnel.

Tous cela laisse à poser plusieurs questions sur le déroulement de ce procédé dans les bonnes conditions, sur l'homogénéité du refroidissement à travers toute une palette et sur l'uniformité de la viscosité des différents pots.

L'installation de la nouvelle machine de conditionnement L'ARCIL I, dont la cadence est plus élevée que l'ancienne la TK a posé la nécessité de la mise en place d'un mode de palettisation qui va avec ce changement, donc c'est de là où vient l'idée d'une palettisation à 5 niveaux de barquettes dans le casier, ce qui fait au total 6480 pots par palette c.-à-d 1296 pots de plus, un gain de temps et d'énergie très important, mais qui ne doit pas se faire au dépend de la cinétique de refroidissement.

1-3 Objectifs

- s'assurer que la cinétique de refroidissement des palettes respecte les normes
- vérifier l'homogénéité du refroidissement d'une palette
- détecter les zones chaudes et froides dans une palette
- définir les différents facteurs qui influencent la température des pots à la sortie tunnel
- mettre en évidence l'impact du mode de refroidissement sur la viscosité des produits
- comparaison des cinétiques de refroidissement d'une palette à 4 niveaux avec une palette à 5 niveaux, qui est en cours d'étude pour confirmer sa validité.
- Comparaison viscosité de la palette à 4 niveaux avec celle de 5 niveaux

1-4 Démarche à suivre

✚ Pour atteindre ces objectifs on répartit notre travail en 3 étapes :

- **1^{ère} étape** : suivi de la cinétique de refroidissement de la palette à 4 niveaux
- **2^{ème} étape** : suivi de la viscosité des différentes zones de la palette
- **3^{ème} étape** : comparaison entre la cinétique de refroidissement et la viscosité d'une palette à 4 niveaux et une à 5 niveaux .

1-5 Outils et appareillage

➤ **Thermo boutons :**

En effet tout ce travail n'aurait jamais pu être effectué sans ces petits gadgets, les thermo boutons.

Les plus petits enregistreurs de température / d'humidité au monde. Pour tous les contrôles de température et d'humidité, le suivi des cinétiques de refroidissement des produits, ...

- Discret, robuste, il supporte les chocs, l'eau et la poussière.
- Toutes les températures sont horodatées et archivées dans la mémoire inviolable.
- Autonomie de la pile jusqu'à 10 ans
- Alarmes mini et maxi programmables avec seuils de temporisation
- Ø 16 mm, épaisseur 6 mm, Capsule en acier inoxydable, Résistance à l'eau : IP 65, Numéro de série unique.



➤ Viscosimètre BROOKFIELD :

Au sein du laboratoire de la CDM le contrôle de viscosité est réalisé par un viscosimètre de type brookfield .

Le viscosimètre est constitué d'une tige dont les caractéristiques sont identifiées qui diffèrent selon le produit, plongée dans la substance à analyser. Le moteur entraîne la rotation de la tige, qui, en fonction de la viscosité du fluide va présenter un angle de déviation. C'est la mesure de cette force de torsion qui permet de déterminer la viscosité du produit. L'unité de la viscosité est le centipoises de symbole cP, qui vaut 1 pascal-seconde ou 1 poiseuille (Pl) :

$$1 \text{ cP} = 1 \text{ mPa.s} .$$

1-6 Protocole

- Programmation des thermo boutons
- Identifier le numéro de série de chaque thermo bouton et l'accorder avec une position donnée de la palette
- Placer les thermo boutons dans les pots des positions choisies de la palette selon l'ordre chronologique suivi par le responsable palettisation
- Mettre des étiquettes à chaque casier
- Placer la palette dans le tunnel de refroidissement en notant la cellule concernée
- Récupération des thermo boutons après 2h30min de refroidissement
- Lecture des thermo boutons avec le logiciel THERMOTRACK
- Exportation des résultats vers Excel et traçage des courbes
- Mesurer la viscosité des pots de chaque position



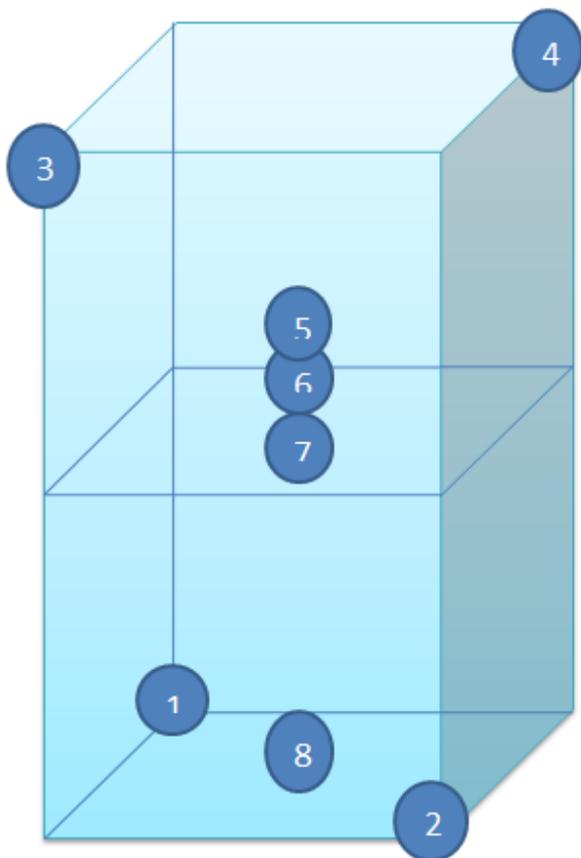


Figure 10 : Position des thermo boutons



Figure 11 : Mise en place des thermo boutons dans Une palette de D. chocolat

2- Résultats

2-1 1^{ère} étape : suivi de la cinétique de refroidissement de la palette à 4 niveaux

Les résultats suivants sont issus de l'assemblage des données de plusieurs essais, effectués sur plusieurs palettes et dans différentes conditions de refroidissement, pour pouvoir construire une vision globale sur le procédé en général.

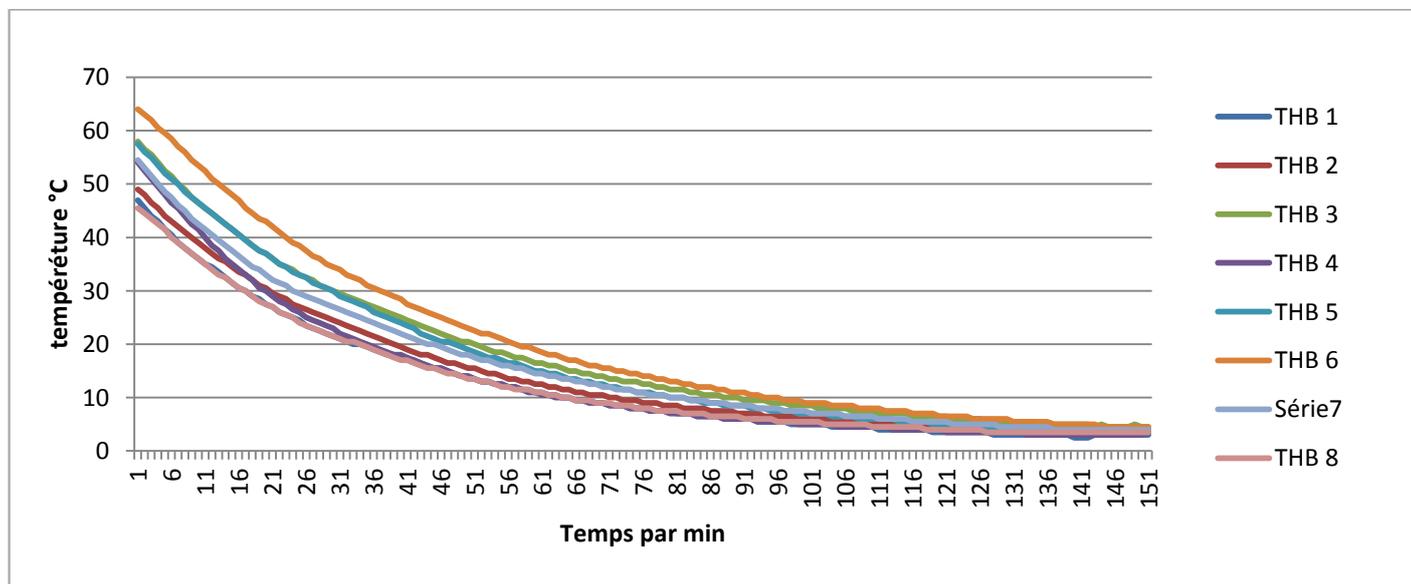


Figure 12 : Vitesse de refroidissement des différentes positions

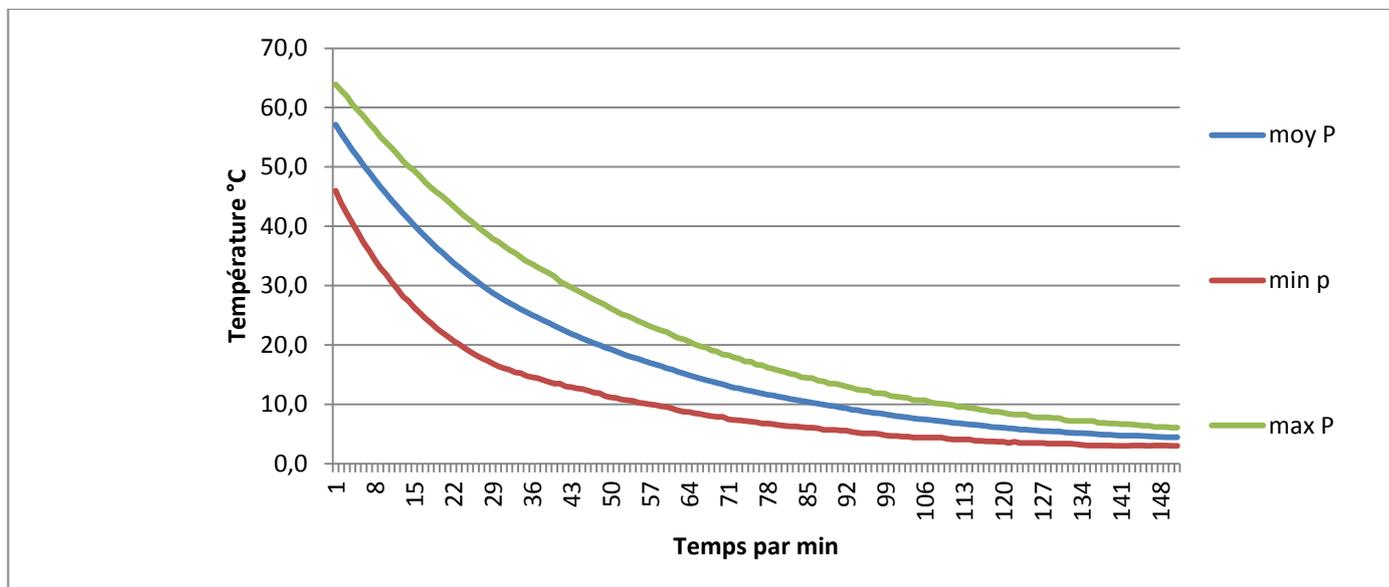
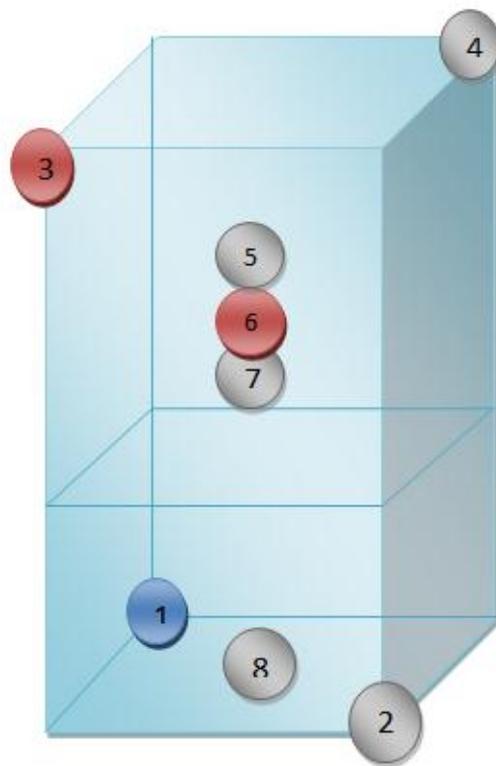


Figure 13 : Courbe moy, min et max du refroidissement d'une palette à 4 niveaux

| ordre chronologique | moy T°entré | moy T°sorti |
|---------------------|-------------|-------------|
| THB 1 | 46,6 | 3,1 |
| THB 4 | 50,1 | 4 |
| THB 8 | 51,3 | 4,3 |
| THB 5 | 62 | 4,5 |
| THB 6 | 62,8 | 4,8 |
| THB 7 | 58,4 | 4,7 |
| THB 2 | 55,4 | 3,7 |
| THB 3 | 63,62 | 5,9 |

Tableau 2 :
Température d'entrée et de sortie des différentes Positions selon l'ordre chronologique de leur mise en place.



Observations :

- la T° de sortie est proportionnelle à la T° d'entrée , plus la T° d'entrée est élevée plus la T° de sortie est élevée
- la T° de sortie la plus basse (3,1°C) est celle du THB le premier placé (THB 1).
- la T° de sortie la plus élevée (5,9°C) est celle du THB le dernier placé (THB 3),aussi celle du THB au centre de la palette (THB 6) avec (4,8°C).

↳ Synthèse :

✚ La température de sortie tunnel dépend des paramètres suivants :

- De la T° d'entrée tunnel c.-à-d. de l'ordre chronologique de la mise en place des casiers (les premiers placés sont les plus refroidis)
- De la position du casier dans la palette, le centre de la palette est moins refroidi, car il est moins exposé au flux d'air froid.
- De la position du pot dans le casier, le pot se trouvant entre 2 barquettes (THB 6) est moins refroidi
- La T° initiale du pot qui dépend du temps passé par le casier dans le convoyeur (occupation du personnel)
- La durée de la palettisation qui varie entre 12 et 20 min (interruption suite au changement de polymix ou problèmes de fonctionnement de L'ARCIL I)
- Le tunnel d'entreposage (le tunnel 1 est exposé à un grand échange thermique vu son emplacement devant l'entrée.
- Le nombre de palette mise au tunnel, plus le tunnel contient de palettes, moins le refroidissement est efficace.

2-1 : 2^{ème} étape : suivi de la viscosité des différentes zones de la palette

Tableau 3 :Essai -1- chocolat

| ordre chronologique | T° entré | T° Sorti | viscosité mPa.S |
|---------------------|----------|----------|-----------------|
| THB 1 | 47 | 3 | 25040 |
| THB 4 | 54 | 3,5 | 29240 |
| THB 8 | 45,5 | 3,5 | 29320 |
| THB 5 | 57,5 | 4 | 29820 |
| THB 6 | 64 | 4,5 | 28670 |
| THB 7 | 54,5 | 4 | 29300 |
| THB 2 | 49 | 3,5 | 29700 |
| THB 3 | 58 | 5 | 31720 |

Tableau 4 :Essai -2-chocolat

| ordre chronologique | T° entré | T° Sorti | viscosité mPa.S |
|---------------------|----------|----------|-----------------|
| THB 1 | 47 | 5,5 | 27060 |
| THB 4 | 54,5 | 5 | 27194 |
| THB 8 | 59,5 | 6 | 27793 |
| THB 5 | 61,5 | 6 | 28407 |
| THB 6 | 64 | 7 | 29587 |
| THB 7 | 64 | 6,5 | 28706 |
| THB 2 | 60,5 | 5,5 | 28580 |
| THB 3 | 64 | 6 | 28940 |

Tableau 5 :Essai -3-chocolat

| ordre chronologique | T°entré | T°sorti | Viscosité mPa.S |
|---------------------|---------|---------|-----------------|
| THB 1 | 66 | 3 | 31480 |
| THB 3 | 68 | 5,5 | 31200 |
| THB 6 | 64,5 | 3 | 32054 |
| THB 7 | 67 | 7 | 31386 |
| THB 5 | 68,5 | 6,5 | 31760 |
| THB 2 | 71,5 | 3,5 | 32387 |
| THB 4 | 64 | 3 | 31014 |

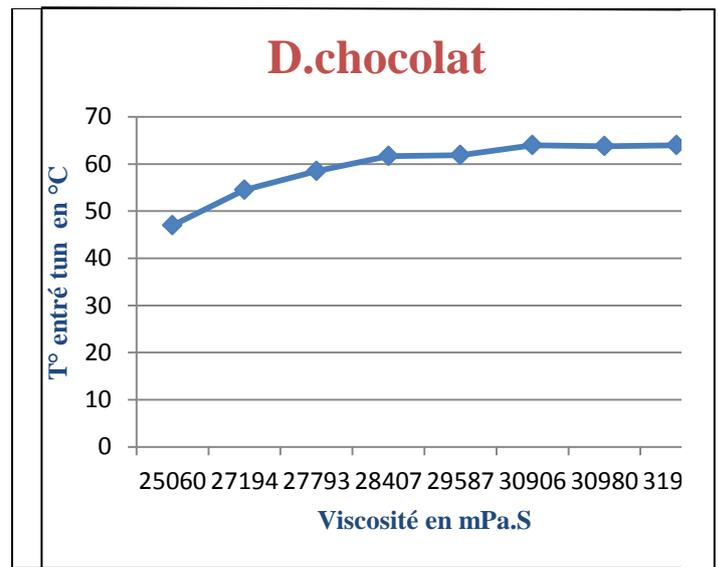
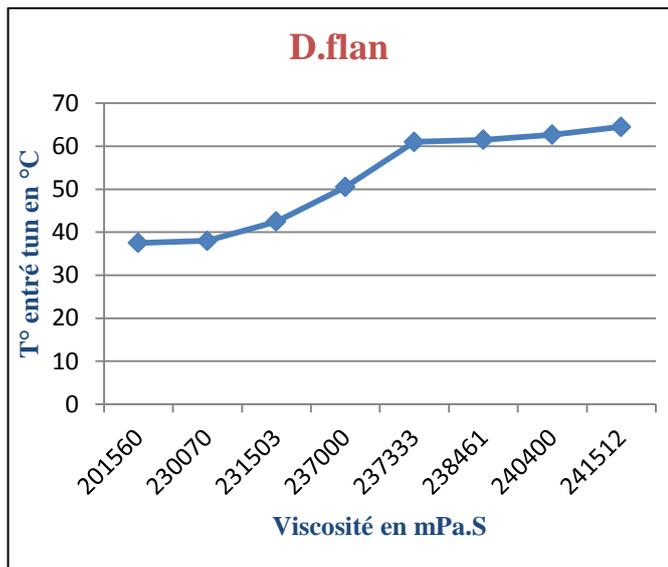
Tableau6 :Essai -4- flan

| ordre chronologique | T°entré | T°sorti | Viscosité mPa.S |
|---------------------|---------|---------|-----------------|
| THB 4 | 60 | 7,5 | 225000 |
| THB 2 | 51,5 | 4 | 220000 |
| THB 5 | 54,5 | 5 | 223000 |
| THB 6 | 45 | 4 | 224000 |
| THB 7 | 60,5 | 7 | 221000 |
| THB 1 | 46,5 | 3 | 207667 |
| THB 3 | 61 | 7 | 221000 |

Observations :

- Pour les essais 1, 2 et 4 le THB avec la T° d'entrée la plus basse (THB 1)₂ correspond à la valeur de viscosité la plus basse et le THB avec la T° d'entrée la plus élevée (THB 3), correspond à la valeur de viscosité la plus élevée.
- Pour l'essai 3 on remarque que toutes les T° d'entrée tun sont élevées, et les valeurs de viscosité de toutes les positions sont également élevées.

✚ les graphes suivants montrent comment évolue la viscosité en fonction de la T°, ils sont distingués selon les variétés flan et chocolat vu que leur consistance est différente.



Synthèse :

La non uniformité des valeurs de viscosité ne peut être due qu'au mode de refroidissement des pots, vu que la recette est toujours la même et avec la même proportion des texturants (gélifiants et épaississants).

D'après les graphes au dessus, la viscosité des 2 variétés (Flan et chocolat) dépend de la T° entrée tunnel, plus cette dernière est élevée plus la viscosité est élevée est proche de la valeur cible, cela est expliqué par le phénomène du **choc thermique** dû à l'écart de température entre le produit (70°C) et le tunnel où la température est de l'ordre de 4°C.

Réellement, le refroidissement des pots commence bien avant leur entrée au tunnel, le produit est bien évidemment refroidi tout au long de son passage au convoyeur et durant l'étape de la palettisation, en effet les pots les premiers placés subissent un refroidissement lent et progressif à une température ambiante (18 à 24°C) avant d'entrer au tun, contrairement aux pots derniers placés qui rentrent directement au tun où ils subissent un refroidissement rapide qui est derrière la bonne consistance du produit.

2-3- 3^{eme} étape : Suivi et comparaison de la cinétique de refroidissement et viscosité de la palette à 5 niveaux

Dans cette étape les essais sont effectués sur deux palettes refroidies dans la même cellule d'un tunnel, l'une avec une palettisation à 4niv et l'autre avec une palettisation à 5niv, le temps d'entreposage de cette dernière est 2h45min au lieu de 2h30min, et ajout d'un thermo bouton pour la palette à 5 niveaux:

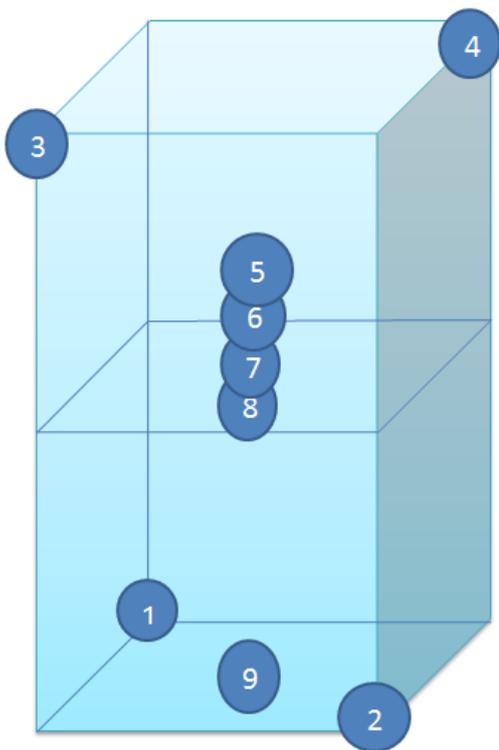


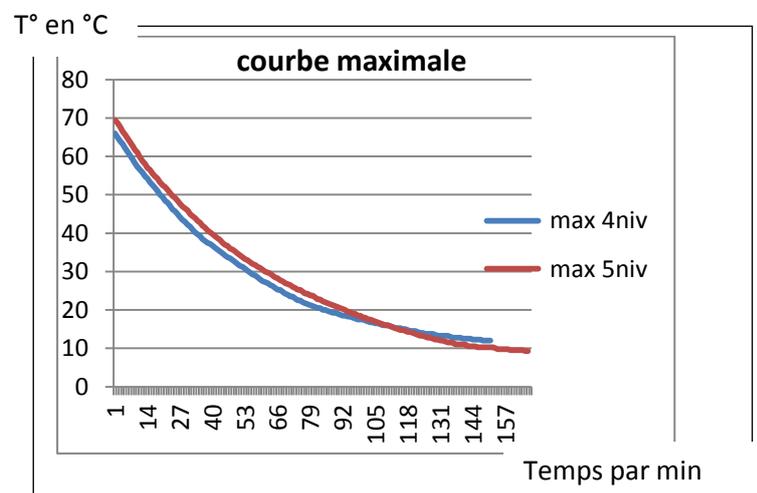
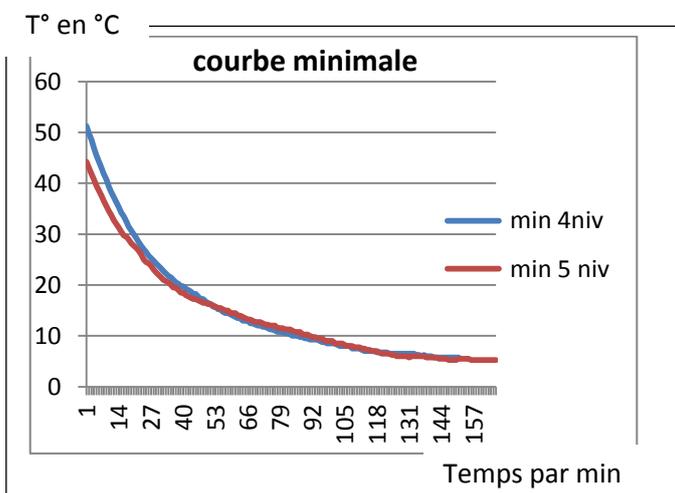
Figure14 : Disposition des thermo boutons pour une palette de 5 niveaux

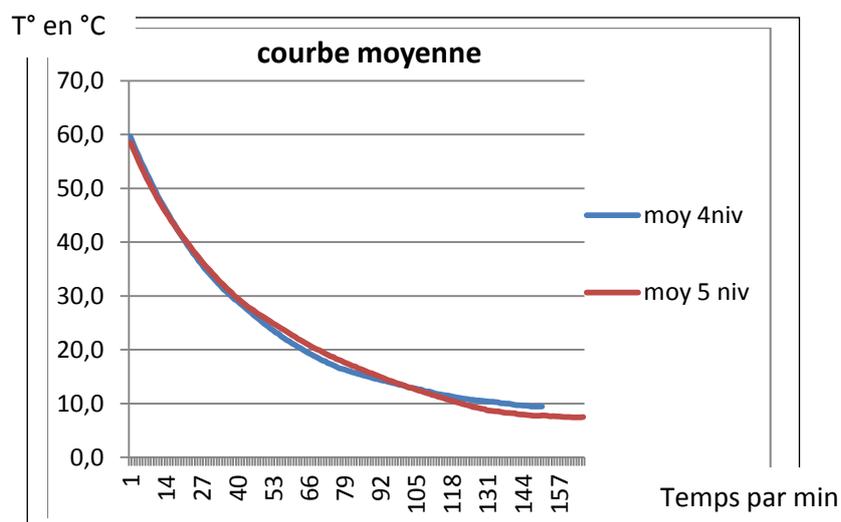


Figure15 : Casier à 4 niveaux



Figure16 : Casier à 5 niveaux





➔ Observations :

Que ça soit pour la courbe min, max ou moyenne, les palettes à 5niv et 4 niv présentent des allures similaires, avec un léger décalage.

Tableau 3 : Comparaison T° à viscosité de la palette à 5 niveaux

| Position | T° entré tun | | T° sorti tun | | | viscosité | | |
|--------------------|--------------|-------------|--------------|----------------|-----------------|--------------|------------------|-------------|
| | 4 niv | 5 niv | 4 niv | 5niv (2h30min) | 5 niv (2h45min) | 4 niv | 5 niv | écart |
| THB 1 | 51,25 | 45,5 | 5,5 | 5,5 | 5,25 | 27820 | 28350 | -530 |
| THB 2 | 59,25 | 49,25 | 8 | 5,75 | 5,5 | 26730 | 27160 | -430 |
| THB 3 | 60,5 | 60,75 | 10 | 7,25 | 6,75 | 27540 | 26795 | 745 |
| THB 4 | 59 | 63 | 7,25 | 7,25 | 6,5 | 27490 | 26750 | 740 |
| THB 5 | 64,5 | 66,75 | 10,5 | 10,25 | 9,25 | 27450 | 28165 | -715 |
| THB 6 | 60,25 | 63,5 | 11 | 9 | 8,5 | 27545 | 27930 | -385 |
| THB 7 | 64,5 | 65 | 10,5 | 9,5 | 8,5 | 28035 | 27195 | 840 |
| THB 8 | 57,75 | 65 | 8 | 9,25 | 8,75 | 27830 | 27585 | 245 |
| THB 9 | - | 48 | | 6,5 | 6,25 | | 27455 | |
| moy palette | 59,6 | 58,5 | 8,8 | 7,8 | 7,3 | 27555 | 27487,222 | 67,8 |

Observation :

- Les zones chaudes et froides sont les mêmes dans les deux palettes
- La T° de sortie tunnel de la palette à 5niveaux (7,8°C) est inférieure à celle de la palette à 4 niveaux (8,8°C) et pour la même durée d'entreposage qui est 2h30min, cela est expliqué par le fait que la T° entrée tunnel de la palette à 5niv (58,5°C) est inférieure à la palette à 4niv (59,6°C)
- L'écart de viscosité est 67,8 mPs , qui peut être considéré comme négligeable et peut être dû à l'incertitude

↪ Synthèse :

- La cinétique de refroidissement de la palette à 5niveaux est identique à celle de la palette à 4 niveaux.
- Une durée d'entreposage de 2h30min suffit pour atteindre des températures favorables.
- L'écart de viscosité entre les deux palettes est négligeable et dû à l'incertitude d'appareil de mesure.

Conclusion

Le processus de refroidissement à la CDM se déroule en respectant les normes, effectivement on arrive à atteindre des températures inférieures à 10°C à la sortie du tunnel, qui diffèrent d'un pot à l'autre selon la température avec laquelle il entre au tunnel, qui dépend de plusieurs paramètres (l'ordre chronologique de la mise en place des casiers, de la position du pot dans la palette, durée de la palettisation, le tunnel d'entreposage, La charge du tunnel en palettes, ...)

La palettisation est une étape décisive, dans la mesure où elle contribue au refroidissement des pots avant qu'ils entrent au tunnel, et cela influence la viscosité du produit, plus la T° d'entrée tunnel est élevée ; plus la viscosité du produit est proche de la valeur cible.

En fin, Suite au résultat de la 3^{ème} étape on peut confirmer la validité de la palettisation à 5 niveaux, car elle présente des résultats identiques à la palette à 4 niveaux en termes de cinétique de refroidissement et de viscosité.

Webographie

- ✓ www.cdgcapitalbourse.ma/trader/market/MA0000012049/XCAS/ISIN/profilCompany;jsessionid
- ✓ <http://www.agrimaroc.ma/filiere-laitiere-maroc/>
- ✓ www.sanipousse.com/portfolio/reglementation-temperature-conservation-entreposage-transport-cuisine-restauration/
- ✓ http://www.breislait.com/fileadmin/user_upload/Provence-Alpes-Cote_d_Azur/052_eve-blp/Fichiers/Fiches_techno_MRE/Les-desserts-lactes.pdf
- ✓ <http://www.syfab.fr/ActiviteDetails.aspx?act=118&lid=5&rid=267>
- ✓ <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00929198/document>
- ✓ <http://genie-alimentaire.com/spip.php?article230>