



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

VARIATION ENTRE LES METHODES DE DOSAGE DE CARBONNATE DE CALCIUM DANS LES AMELIORANTS

Présenté par :

◆ SALMA EL ALLAM

Encadré par :

◆ Mr OUKESSOU MOHAMED (LESSAFRE)

◆ Pr ALILOU EL HOUSSINE (FST)

Soutenu Le 05 Juin 2021 devant le jury composé de :

- Pr ALILOU El houssine

- Pr TOUZANI Hanane

- Pr MELIANI Abdeslam

**Stage effectué à LESAFFRE MAROC
Année Universitaire 2020 / 2021**

Dédicace

J'ai le grand plaisir d'offrir ce modeste travail :

A ceux que je respecte depuis ma naissance

A ceux qui m'ont toujours entouré de leur clémence

Et leur affection excessive.

Que dieu les récompense et leur donne la santé et bonheur,

Mes très chers parents

Mes 2 frères et ma petite famille J'exprime

ma grande reconnaissance

Et mon profond attachement,

A mes chères amies

A tous ceux que j'aime,

*A tous celles et ceux qui, de près ou de loin, ont collaboré à la réalisation
de ce travail.*

Remerciements

Je remercie, en premier lieu Dieu tout-puissant qui a bien voulu me donner la force pour effectuer le présent travail.

*Aussi je tiens à exprimer mes vifs remerciements à mon encadrant académique **Pr. AL HOUSSINE ALILOU** pour son accompagnement, sa disponibilité, pour tout le temps qu'il a consacré à la mise en ordre des différents éléments et idées contenues dans ce document.*

*Je remercie tout particulièrement **Mr. OUKESSOU MOHAMMED**, mon encadrant au sein de la société, pour toutes les informations qu'il m'a apporté, pour les conseils qu'il m'a donné, pour son suivi, sa patience et son intérêt porté sur le travail que j'ai réalisé.*

*Je remercie **Mr. AZIZ EL KASRAOUI** et **Mme HASSNAE ISMAILI ALAOUI** d'avoir nous donner l'opportunité à effectuer ce stage.*

*Je remercie aussi les honorables membres de jury **Mme TOUZANI HANANE** et **Pr. MELIANI ABDESLAM** d'avoir bien voulu consacrer une partie de leur précieux temps à évaluer mon modeste travail.*

Et bien sûr, j'exprime ma reconnaissance infinie à ma famille et surtout à mes parents dont je reste éternellement reconnaissant pour le support matériel et psychique qu'ils m'offrent et particulièrement durant cette période de stage.

Liste des figures

Figure 1 : logo LESAFFRE	3
Figure 2 : Gamme de produits LESAFFRE-Maroc.....	4
Figure 3 : Organigramme LESAFFRE	4
Figure 4 : Schéma de l'ultrastructure de la levure de boulanger.....	7
Figure 5 : Cellule de levure en bourgeonnement sous microscope $\times 1000$	8
Figure 6 : Calcimètre de Bernard	19
Figure 7 : Courbes de %CaCO ₃ par rapport à les prises d'essai.....	26
Figure 8 : Courbes de %CaCO ₃ par rapport à le temps d'agitation.....	27
Figure 9 : Courbe d'ajustement linéaire des résultats de la calcimétrie par titrage colorimétrique avec KOH et complexation à l'EDTA.....	28

Liste des tableaux :

Tableau 1 . Fonctions des composantes d'améliorant.....	13
Tableau 2 . Les étapes de fabrication des améliorants.....	15
Tableau 3 . Les résultats obtenus par calcination avec complexation à l'EDTA.....	23
Tableau 4 . Les résultats donnés par calcimétrie par titrage avec KOH.....	25
Tableau 5 . % CaCO ₃ selon l'Optimisation de la prise d'essai des différents échantillons...26	
Tableau 6 . % CaCO ₃ dans le témoin selon le temps d'agitation.....	27
Tableau 7 . Calcimétrie des échantillons par titrage avec KOH et complexation avec l'EDTA.....	27

Liste des abréviations :

CSL : Lactylate stéaroylique de calcium

SSL : Sodium Stearoyl Lactylate

DATEM : esters mono- et diacétyltartriques de mono- et di glycérides E472.

EDTA :(Éthylènediaminetétraacétique), ou acide éthylènediaminetétraacétique.

PE : prise d'essai.

MP : matière première.

Sommaire :

Introduction.....	1
CHAPITRE 1 : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE	2
I - Groupe LESAFFRE.....	3
II -Activités de la société.....	3
III - Produits et marques de référence.....	4
IV - Organigramme.....	4
V - Description du laboratoire d'analyse de LESAFFRE Maroc.....	5
VI -Généralités sur la levure.....	6
a-Définition.....	6
b-Structure.....	6
c-Mode de vie de la levure.....	7
d-processus de fabrication de levure.....	8
CHAPITRE 2: Généralités sur les améliorants.....	12
I. Définition des améliorants.....	13
II. Composition des améliorants.....	13
III. Rôle et actions des améliorants.....	14
IV. Processus de fabrication des améliorants	15
CHAPITRE 3 :Les méthodes de dosage de CaCO ₃	17
I.Les différentes méthodes de dosage de CaCO ₃	18
1. Dosage par méthode de Bernard.....	18
a. Principe.....	18
2. Calcimétrie par absorbance atomique.....	19
a. Principe.....	19

3. Calcination par titrage complexométrique à l'EDTA.....	20
a. Principe.....	20
4. Calcimétrie par dosage calorimétrique par KOH.....	20
a. Principe.....	20
CHAPITRE 4 : Le taux de CaCO ₃ dans les améliorants.....	21
I. Calcination par titrage complexométrique à l'EDTA.....	22
a. Matériel.....	22
b. Mode opératoire.....	22
c. Résultats.....	23
II. Calcimétrie par dosage calorimétrique par KOH.....	24
a. Matériel.....	24
b. Mode opératoire.....	24
c. Résultats.....	25
III. Différence entre les deux méthodes calcimétriques	28
CONCLUSION.....	31
ANNEXES.....	32
REFERENCES.....	33
RESUME.....	34

INTRODUCTION

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 inexplicable pouvant faire lever la pâte.

D'ailleurs au Maroc, le secteur de la boulangerie-vienniserie-pâtisserie est toujours à la recherche du bon modèle de développement. Le pain tient une place prédominante dans l'alimentation marocaine. Le pays compte plus de 14.000 boulangeries-pâtisseries qui continuent à voir leur nombre augmenter du fait du développement de l'urbanisme.

L'utilisation des améliorants en boulangerie est étroitement liée à cette production de pain. En effet, parallèlement à l'évolution de cette activité en terme de volume, l'amélioration de la qualité du pain devient nécessaire afin d'accompagner les exigences des consommateurs et de faciliter les procédés de fabrication adoptés par les boulangers.

Ce manuscrit, sera composé de trois parties :

- ✓ Une partie relatant le processus de production de la levure et principes fondamentaux.
- ✓ Une seconde partie exposant des généralités sur les améliorants.
- ✓ Une troisième partie exposant les différentes méthodes de dosage de carbonate de calcium CaCO_3 .

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

CHAPITRE 1 :
PRÉSENTATION DE LA STRUCTURE
D'ACCUEIL

I. Groupe LESSAFRE :

Acteur majeur mondial de la fermentation depuis plus d'un siècle ; maintenant une entreprise multinationale et multiculturelle.

En collaboration avec ses clients et partenaires, Lesaffre emploie 10 500 personnes dans 81 filiales réparties dans 51 pays.

Grâce à ses connaissances approfondies de la levure et de ses compétences en biotechnologies, LESAFFRE intervient aussi dans les domaines de la nutrition, de la santé humaine et animale.

Son aptitude à anticiper les besoins, à comprendre les ambitions de ses clients et à fournir des produits de qualité : ont imposé le Groupe comme fournisseur incontournable des industriels, et du grand public



Figure 1: logo LESAFFRE

II. ACTIVITES DE LA SOCIETE :

En plaçant la fermentation au cœur de son activité, Lesaffre joue un rôle dans l'utilisation des avancées biotechnologiques pour un avenir plus sain et plus durable. L'incroyable potentiel des micro-organismes (levures, bactéries...) permet à Lesaffre de se positionner sur les marchés de la panification, du goût et du plaisir alimentaire, de la nutrition et de la biotechnologie industrielle/fermentation et distillerie.

III. PRODUITS ET MARQUES DE REFERENCE :

La société Lesaffre Maroc fabrique et commercialise de la levure et les améliorants de panification par catégorie suivante :

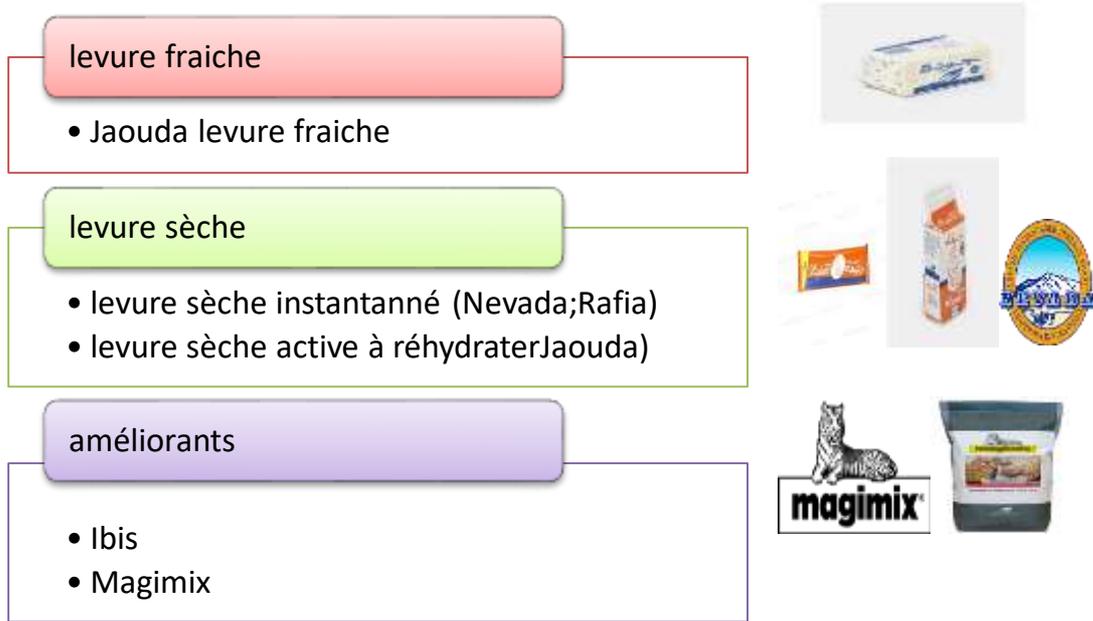


Figure 2 : Gamme de produits LESAFFRE-Maroc

IV. ORGANIGRAMME DE LA SOCIETE :

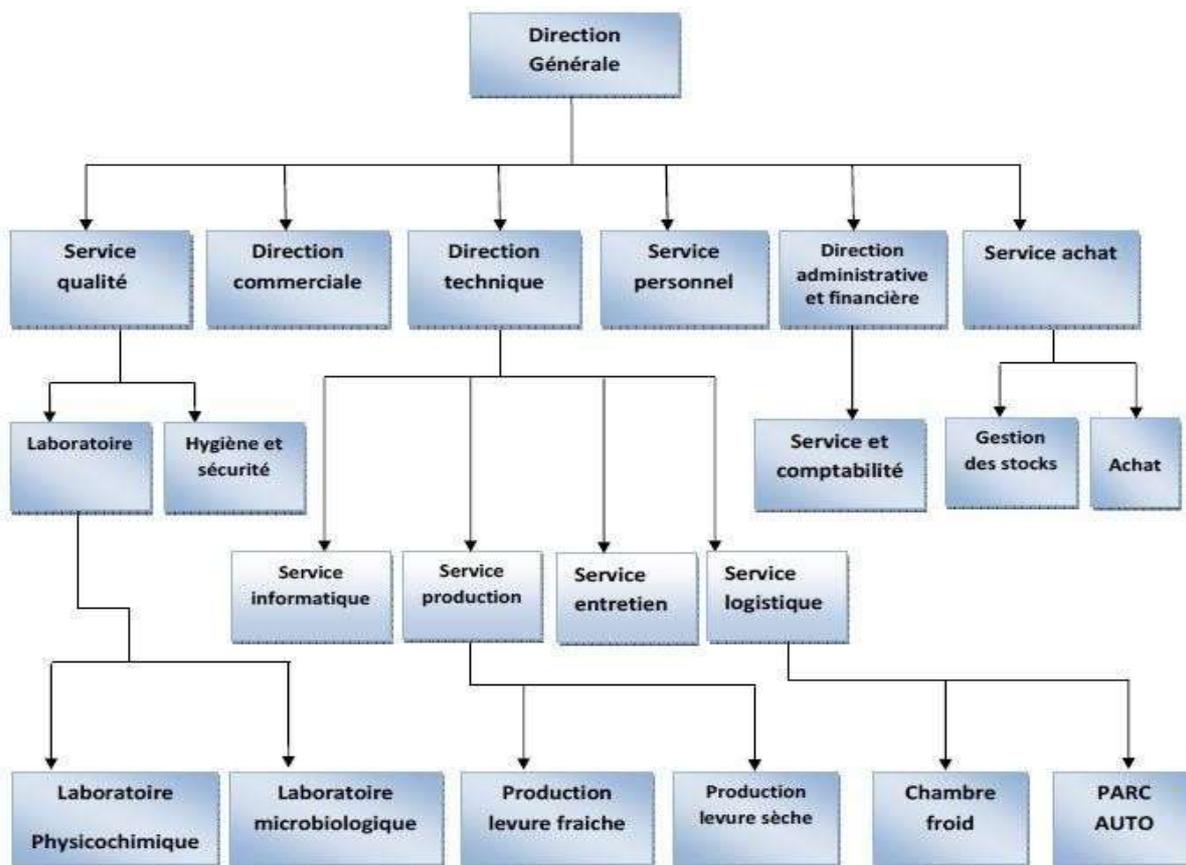


Figure 3: Organigramme LESAFFRE

V. DESCRIPTION DU LABORATOIRE D'ANALYSES DE LESAFFRE MAROC :

LESAFFRE MAROC dispose de deux laboratoires, microbiologique et physicochimique qui sont chargés de faire des analyses le long de la chaîne de production, depuis la préparation de la matière première jusqu'à l'obtention du produit fini (levure fraîche ou sèche).

⇒ Laboratoire de microbiologie

Toutes les conditions de la réalisation des analyses performantes sont réunies. Un matériel suffisant et moderne, des techniques d'identifications des microorganismes assez rigoureuses imposées par le groupe, un personnel hautement qualifié et expérimenté et la vaillance d'un chef de laboratoire.

Ce laboratoire est divisé en trois parties :

- Salle des pathogènes où s'effectue les analyses des germes pathogènes.
- Salle d'analyses bactériologiques.
- Salle des préparations où la préparation des milieux de culture, la stérilisation et d'autres activités ont lieu.

⇒ Laboratoire d'analyses physicochimiques

Equipé de matériel sophistiqué, alimenté de différents types d'eau (eau adoucie, eau distillée, eau de ville) utilisée selon les besoins. Un personnel qualifié y effectue quotidiennement des analyses physicochimiques (pH, conductivité, dosage de l'azote, des phosphates et des sulfates...).

Il est divisé en quatre parties :

- Salle de panification où s'évalue la force panaire.
- Section des analyses de la mélasse.
- 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 l'eau.
- Section des analyses des améliorants.

VI. GENERALITES SUR LA LEVURE :

a. Définition :

Les levures sont des champignons microscopiques unicellulaires et eucaryotes 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.

b. Structure :

La cellule de *saccharomyce cerevisiae* comprend :

- **Une membrane plasmique** : protégée par la paroi cellulaire, assure les échanges avec l'extérieur.
- **Un cytoplasme** : une sorte de gelée, constitue le substrat même de la vie de la cellule.
- **Un noyau** : contient les chromosomes.
- **Des vacuoles** : emmagasinent les substances de réserve diverses.
- **Des mitochondries** : sont les véritables centrales énergétiques de la cellule
- **Des ribosomes** : sont de petites structures (ou organites) présentes dans le cytoplasme des cellules.

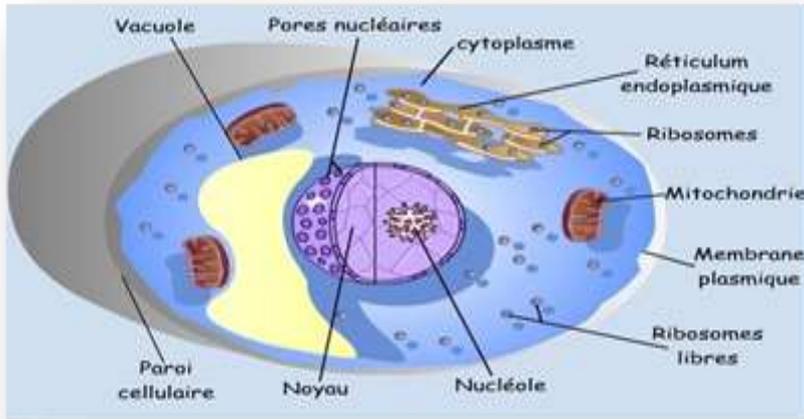


Figure 4: Schéma de l'ultrastructure de la levure de boulanger

c. Mode de vie de la levure :

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.

Ainsi, l'énergie nécessaire à sa survie et à sa reproduction est produite de deux manières différentes, en fonction du milieu ambiant.

A. La voie aérobique :



La respiration conduit à une oxydation complète des sucres en gaz, carbonique et eau :

En aérobiose, les levures respirent et se multiplient abondamment sans formation d'alcool.

Le sucre dont elles se nourrissent est transformé en gaz carbonique et en eau .

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



Figure 5 : Cellule de levure en bourgeonnement sous microscope $\times 1000$.

B. La voie anaérobique :



En absence d'oxygène, la levure fermente : grâce à ses enzymes (les zymases), elle dégrade les sucres simples 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

d. Processus de fabrication de levure :

a. 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 bout 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.

b. La Fermentation:

i. 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.

ii. *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

1. 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.

2. 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.

CHAPITRE 2 :
GÉNÉRALITÉS SUR LES AMÉLIORANTS

I. DEFINITION

Les améliorants de panification ; aussi appelés les produits correcteurs ; sont des formulations composées d'ingrédients, d'enzymes et/ou additifs entrant, généralement en faible quantité et dans un but technologique ou organoleptique, dans la fabrication du pain, des pains spéciaux et des produits de la boulangerie fine. Sous le terme « produits de boulangerie fine », nous retiendrons ici les produits levés contenant plus de 5 % de sucre et/ou plus de 5 % de matière grasse comme la viennoiserie, les croissants, les pains de mie, les pains au lait, les pains viennois, les brioches et pains briochés. Il s'agit d'un mélange constitué généralement de :

- une base farine, choisie en fonction des attentes technologiques ou sensorielles,
- des ingrédients ou additifs qui apportent des caractéristiques sensorielles,
- des ingrédients ou additifs qui apportent des caractéristiques technologiques.

II. COMPOSITION DES AMELIORANTS :

Les produits correcteurs utilisés en boulangerie sont classés en 3 catégories :

⇒ **Les ingrédients (adjuvants)** ce sont des substances d'origine naturelle permettant de corriger, d'améliorer ou de faciliter la fabrication d'un produit donné. Les plus couramment utilisés en boulangerie sont : gluten de blé, malt torréfié, extraits de malt ou farine de blé malté, levure désactivée, farine de soja, farine de fèves, émulsifiants,

⇒ **Les additifs :** ce sont des substances dotées ou non d'une valeur nutritionnelle qui sont ajoutées intentionnellement à un aliment dans un but précis d'ordre technologique, sanitaire ; organoleptique ou nutritionnelle à différents stades de la fabrication de la pâte et qui deviennent directement ou indirectement

un composant de la denrée alimentaire.

Les additifs les plus couramment utilisés sont :

acide ascorbique (E300), lécithine (E322), mono- et diglycérides d'acides gras (E471), Datem (E472e), SSL ou CSL (E481, E482), texturants, L-cystéine (E920), sorbates (E200-203), propionates (E280-283), poudres à lever.

⇒ **Les enzymes ou auxiliaires technologiques** : Ce sont des substances, qui comme les additifs ne constituent pas généralement des ingrédients alimentaires mais qui interviennent au cours de la fabrication de la denrée alimentaire. Elles sont utilisées dans le but de préserver ou de renforcer les qualités du produit et ne sont pas retrouvées dans le produit fini car elles sont détruites par la cuisson.

Les plus courantes sont : amylases, xylanases, glucose oxydases, cellulases, protéases, transglutaminases et lipases.

III. ROLES ET ACTIONS DES AMELIORANTS :

Les améliorants développés par Lesaffre permettent :

-la prise de volume de la pâte en favorisant le développement des produits pendant la cuisson.

-favoriser le blanchiment de la mie ainsi qu'une meilleure appétence au produit fini.

-optimisent l'action de la levure, augmentent la capacité de rétention gazeuse et confèrent une stabilité au réseau de gluten formé par le dégagement gazeux ; ils apportent ainsi au boulanger la sécurité du résultat.

-présentent une action au niveau de la rhéologie de la pâte et permet d'augmenter sa tenue, sa force ou son extensibilité pour mieux supporter les passages en machine.

-un cocktail enzymatique qui apporte une coloration dorée à la baguette ainsi qu'une meilleure appétence au produit fini

Rôle et actions spécifiques des améliorants les plus courants :

L'acide ascorbique et la gluco-oxydase constituent les améliorants les plus conventionnellement utilisés en boulangerie.

Fonction	Ingrédients
Oxydant à action moyenne	Acide ascorbique
Oxydant à action rapide	ADA/Azodicarbonamide
Oxydant à action rapide	Les iodates
Agent réducteur	L-Cystéine
Agent réducteur	Levure inactive/Glutathion
Émulsifiant naturel	Lécithine
Agent émulsifiant	DATEM
Agent émulsifiant	SSL ou CSL
Agent émulsifiant	Mono et Di glycérides
pour activité enzymatique	Farine de malt
Enzymes	Amylase ; glycose oxydase...
Sucre changeant la couleur	Dextrose
Agents conservateurs	Les propionates

Tableau 1. Fonctions des composantes d'améliorant

IV. PROCESSUS DE FABRICATION DES AMELIORANTS :

❖ Process et équipements requis

L'usine de fabrication de l'améliorant sera nécessairement constituée de deux unités ;

- Un laboratoire pour l'élaboration des nouvelles formulations à commercialiser
- Une unité de fabrication de l'améliorant dont la formulation a été validée : il s'agit d'une unité de mélange et de conditionnement

Phase 1 : Laboratoire de formulation de l'améliorant :

Les améliorants de panification sont conçus et testés en laboratoire en tenant compte de la qualité des farines, des procédés de fabrication, des équipements

utilisés et de la nature des produits finis. Chaque composant est sélectionné et dosé de manière à obtenir un effet optimum. La formulation et ainsi le choix des matières premières dépendent essentiellement du but recherché.

Etape	Description et éléments clefs
Choix des matières premières	<p>Ce choix se fait entre les différents ingrédients selon le but recherché : exemple :</p> <ul style="list-style-type: none"> - L'acide ascorbique pour augmenter la ténacité de la pâte - Le glucose acidase pour un même effet mais plus rapide - La levure pour l'augmentation du volume ...
Dosage	<ul style="list-style-type: none"> - Il s'agit de dosages très précis des différentes matières premières préalablement choisies - Différents dosages sont testés afin de stabiliser la formulation attendue - La formule doit être stable et reproductible
Tests	<p>Evaluation des caractéristiques de la pâte :</p> <ul style="list-style-type: none"> -Appréciation de la pâte au moment du pétrissage, façonnage, pointage pour estimer : la fermeté, le collant, le lissage et le relâchement de la pâte, -Alvéographe Chopin qui permet de mesurer la ténacité, l'extensibilité, l'élasticité de la pâte <p>Des essais de panification : il permet d'apprécier l'aptitude d'une farine à se transformer en pain de bonne qualité, s'appuie sur une procédure de panification précise et une grille de notation des différents paramètres</p>
Validation	<ul style="list-style-type: none"> - Après avoir été évaluée au niveau de la qualité de la pâte, la facilité de fabrication et la qualité du pain, la formulation est alors validée et transmise à l'usine pour fabrication.

Phase 2 : Fabrication de l'améliorant :

La forme physique du produit détermine l'usine dans laquelle il est produit, qu'il

s'agisse de produits en poudre, produits pâteux ou produits liquides. Toutefois, L'ensemble du processus se déroule de la même manière: réception, pesage, mélange, dosage/remplissage/blocs, conditionnement et stockage en entrepôt.

Le procédé de fabrication des améliorants consiste en un mélange d'ingrédients, d'additifs et d'auxiliaires techniques (enzymes) dosés avec précision, homogénéisés.

Etape	Description et éléments clefs
Réception de la matière première	- Les quantités achetées (localement ou importées) sont réceptionnées
Contrôle	- Une vérification de la conformité des matières premières est automatiquement effectuée.
Entreposage	- Les quantités sont ensuite entreposées dans les conditions adéquates de bonne conservation
Choix du produit à fabriquer	- Sur la base du planning de production s'effectue le choix du produit à fabriquer et ainsi déterminés les besoins en matières premières
Pesage	- Pesage précis des différentes matières premières (ingrédient, additif, auxiliaires) selon la formulation du Produit
Mélange	- Mélange des matières premières selon une durée fixée de manière à ce que le produit obtenu soit homogène. - Des difficultés peuvent exister lors de mélange de matières grasses
Conditionnement	- Le conditionnement s'effectue selon les besoins des clients ; poids et emballage (sac, carton) - Etiquetage : permet d'assurer la traçabilité du produit. Les matières premières et la dose d'utilisation doivent être indiquées
Entreposage	- Les quantités produites seront acheminées vers les entrepôts avant une éventuelle distribution

Tableau 2. Les étapes de fabrication des améliorants.

CHAPITRE 3 :
LES MÉTHODES DE DOSAGE DE CaCO_3

I. Les différentes méthodes de dosages de CaCO_3 :

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est l'un des minéraux les plus abondants à la surface du globe ; on le trouve sous un très grand nombre de formes : calcaire massif, craie, marbre ... naturelle ou précipitée, cette charge minérale est la plus répandue dans l'industrie agroalimentaire telle que la fabrication des améliorants de panification dont il joue le rôle d'un stabilisant ; colorant de surface et antiagglomérant.

Le taux de (CaCO_3) a été déterminé en utilisant des méthodes calcimétriques différentes : la calcination par titrage complexométrique à l'EDTA ; calcimétrie par avec dosage colorimétrique par KOH ; calcimétrie par méthode de Bernard ; calcimétrie par absorbance atomique....

1. Dosage par méthode de Bernard:

a.Principe

La méthode de Bernard est une méthode volumétrique utilisée par calcimètre de scheibler.

Pour déterminer simultanément la teneur en carbonate des échantillons.. Les carbonates présents dans l'échantillon sont convertis en CO_2 par adjonction d'acide chlorhydrique. Suite à la libération du CO_2 , le niveau de l'eau dans la burette ventilée (graduée en ml) augmente. La différence de niveau est une indication de la quantité de CO_2 libérée, ce qui permet de calculer la teneur en carbonate. Cette teneur est exprimée en équivalents carbonate de calcium.

Les avantages par rapport aux autres méthodes sont :

- Il ne faut pas de four pour sécher le gel de silice.
- Il ne faut pas d'autre produit chimique.
- Pas de longs temps d'attente.
- Moins de composants fragiles en verre.
- Il est plus facile de déterminer la teneur de manière volumétrique

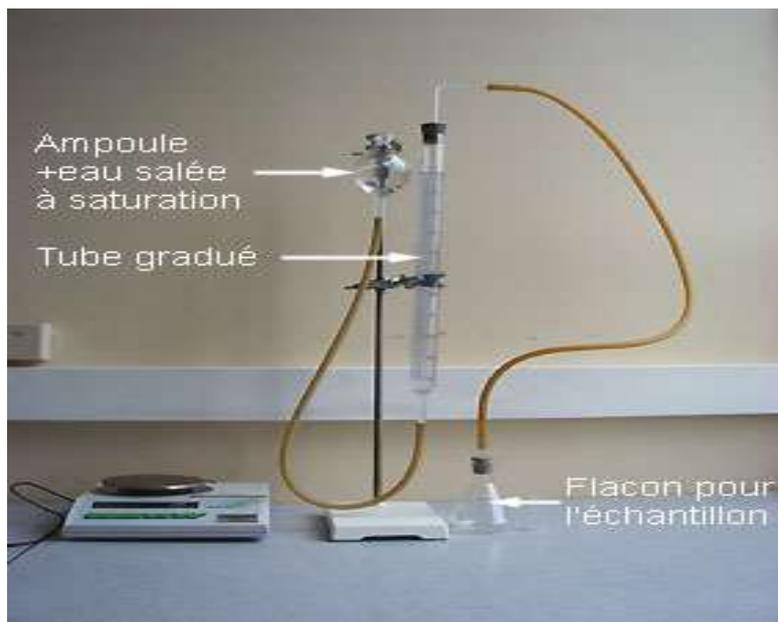


Figure 6: calcimètre de scheibler

2. Calcimétrie par absorbance atomique :

a. Principe :

Le calcium est dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique avec flamme/sans flamme :

Les deux méthodes s'appuient sur la loi de Kirchoff, selon laquelle tout élément chimique capable sous une excitation d'émettre une radiation caractéristique est également capable de l'absorber.

- En spectrométrie d'émission de flamme, le métal à analyser est soumis à une excitation thermique intense. Il émet une radiation caractéristique dont l'intensité est dans certaines conditions proportionnelle à sa concentration dans la solution.

- En spectrométrie d'absorption atomique sans flamme, le métal à analyser est soumis à une radiation qui lui est caractéristique, c'est-à-dire à une radiation qu'il est susceptible d'absorber. La quantité de radiation qu'il absorbe est dans certaines conditions proportionnelle à sa concentration dans la solution.

3. Calcination par titrage compléxométrique à l'EDTA :

a. Principe :



Cette réaction est totale ;c-à-d. l'intégralité du CaCO_3 initialement présent se décompose sous l'effet de chaleur en oxydes de calcium CaO et dioxyde de carbone (cette décomposition nécessite plusieurs heures de chauffage). On obtient donc le chaux vive à la sortie du four ;le CO_2 se dégage.

4. Calcimétrie avec dosage colorimétrique par KOH :

a. Principe :

Le principe consiste en une attaque des améliorants par de l'acide chlorhydrique (HCl) de concentration relativement élevée selon la réaction suivante :



La mesure du volume d' HCl qui a réagi avec tout le carbonate de calcium contenu dans les améliorants permet de calculer sa masse.

CHAPITRE 4:

**LE TAUX DE CARBONATE DE
CALCIUM DANS LES AMÉLIORANTS**

En mode expérimentale ; on a nous en permis de déterminer le taux de carbonate de calcium par 2 méthodes: Calcination par titrage complexométrique à l'EDTA ; calcimétrie avec dosage colorimétrique par KOH ;

I. Calcination par titrage complexométrique à l'EDTA :

a. Matériel :

- Balance
- Bain marie
- Four à moufle
- Burette graduée
- Agitateur
- Creuses

b. Mode opératoire :

- On prend une prise d'essai de 0.1 g d'échantillon dans des creuses ;
- On ajoute 2 ml d'acide sulfurique concentré 98% ;
- On met les creuses dans un four à moufle 17 heures à 650 °C ;
- Dans une fiole de 100 ml :
 - 10 ml d'HCl à 50% + les cendres restés ;
 - On ajuste avec de l'eau distillée jusqu'à trait de jauge (chauffer si nécessaire) ;
- On prend 10 ml de la solution en utilisant une pipette ;
- On ajoute 2 ml de la solution témoin de CaCO_3 N/28 par une pipette double trait ;
- 150 ml d'eau déminéralisée ;
- 6 gouttes de vert de malacchite ;
- On ajoute goutte à goutte de la soude NaOH à 50% jusqu'à $\text{Ph}=13$;
- 2 à 3 gouttes de triéthylamine ;
- 4 à 5 gouttes de solution calcon ;

On met le tout dans un erlenmeyer sous agitation puis titrer par EDTA N/56 Quand la couleur devient bleue, elle indique que le milieu est devenu neutre. A ce moment (au point d'équivalence), on note : V_{eq} : volume d'EDTA versé.

⇒ l'addition de 2ml de CaCO_3 à 1 mg/ml équivalent à un ajout de 2 mg de CaO soit 4 ml d'EDTA

$$\text{D'où : } \quad \% \text{ CaO} = \frac{(V-4 \text{ ml})}{2 * PE} \quad (5)$$

Finalement, le pourcentage de carbonate de calcium contenu dans l'échantillon est calculé par la formule :

$$\% \text{ CaCO}_3 = (\% \text{ CaO} * M(\text{CO}_2) / 100) + \% \text{ CaO} \quad (6)$$

c. Résultat :

Tableau 3. Les résultats obtenus par calcination avec complexation à l'EDTA

Echantillon	P(CV)/N°	PE/Cendre	P(CR) 650°	%Cendre	V _{EDTA}	%CaO	%CaCO ₃
Témoïn	88,3376	0,1001	88,4681	130	12,86	44,25	63,72
	88,339	0,1014	88,4747	132,2	12	39,447	56,8
	88,3396	0,1019	88,4758	133,6	12,1	39,744	57,23
MP	95,7673	0,1142	95,9255	138	14,59	46,366	66,767
	95,767	0,1013	95,9055	136,7	9,8	28,62	41,21
	95,7695	0,1022	95,906	134,05	14,1	49,41	71,15
S	87,0081	0,1011	87,065	56,28	8,46	22,05	31,76
	95,7683	0,1003	95,8275	59,02	8,39	21,88	31,5
	87,0098	0,1006	87,0696	59,44	8,24	21,07	30,34
F	87,0049	0,1011	87,0111	6,1	4,57	2,818	4,05
	86,2415	0,101	86,2424	0,89	4,1	0,49	0,71
	86,7324	0,1005	86,7344	1,99	4,12	0,59	0,859
O	88,3354	0,1049	88,3426	6,86	4,7	3,33	4,8
	95,7653	0,1046	95,7718	6,21	4,68	3,25	4,6
	87,004	0,1022	87,0101	5,96	4,64	3,3	4,5
M	86,7301	0,1012	86,7838	53,06	12,2	40,51	58,33
	86,2392	0,1036	86,2926	51,54	11	33,78	48,64
	87,0053	0,1013	87,0608	54,78	11,06	34,07	49,06
I	86,73	0,1027	86,8305	97,8	10,95	33,83	48,71
	86,2397	0,1009	86,3383	97,7	10,9	34,19	49,23
	86,7321	0,1005	86,8274	94,82	10,98	34,72	50,005

➤ Interprétation:

Sachant que la fiche descriptive du témoin et de la matière première pure montre qu'ils contiennent de carbonate de calcium d'un pourcentage confiné entre une fourchette de 91-103% .Selon le tableau si dessus le %CaCO₃ dans le témoin est 59.25 et dans la MP :59.70
Donc en se basant sur ce tableau on peut conclure que ces résultats sont loin du rendement souhaité.

II. Calcimétrie avec dosage colorimétrique par KOH :

a. Matériel :

- Balance
- Erlenmeyers
- Agitateur
- Pompe à filtration sous vide
- Burette graduée

b. Mode opératoire :

- On prend une prise d'essai de 0.5 g d'échantillon ;
- On met cette prise d'essai dans des erlenmeyers .on ajoute 20 ml d'acide chloridrique HCL (1N) ;
- On met la solution sous agitation et on la laisse 1 heure jusqu'à la fin de la réaction ;
- On filtre la solution sous vide ;
- On met le filtrat récupéré dans un nouveau erlenmeyer ;
- On ajoute quelques gouttes de vert de bromocrésol « indicateur coloré de zone de virage entre 3.8 et 5.4, sa teinte sensible est le vert dans le milieu neutre ;
- La solution devient orange indiquant que le milieu est basique ;
- On fait le titrage par la base hydroxyde de potassium KOH (1N) jusqu'à ce que la couleur devienne bleu-vert. Cette dernière réagit avec l'HCl restant de la réaction (4) selon la réaction :



Tant que la solution de la réaction (7) contient encore de l'HCl, elle reste orange. Quand la couleur devient bleue, elle indique que le milieu est devenu neutre et par conséquent la

totalité d'HCl restant a réagi avec toute la quantité de la base KOH ajoutée. A ce moment, on note le volume de la base : V_{eq} .

Le volume d'HCl (V_{HCl}) recherché, c'est-à-dire qui a réagi avec tout le carbonate de calcium contenu dans l'échantillon est donc :

$$V_{HCl} = 20ml - V_{eq} \quad (8)$$

La masse de carbonate de calcium est alors calculée, à partir de la réaction (4), par l'équation

$$m_{CaCO_3} = \frac{V_{HCl} N_{HCl} M_{CaCO_3}}{2} \quad (9)$$

Avec N_{HCl} : la concentration d'HCl (= 1 mol/l),

M_{CaCO_3} : la masse molaire du carbonate de calcium (=100,086g/mol).

Finalement, le pourcentage de carbonate de calcium contenu dans l'échantillon est calculé par la formule :

$$P = 100.m_{CaCO_3}/PE \quad (10)$$

c. Résultat :

Tableau 4. Les résultats donnés par calcimétrie avec dosage colorimétrique par KOH

Echantillon N°	P(CV)/N°	PE/MS	P(CR)105	%MS	PE	V_{KOH} ml	m_{CaCO_3}	% $CaCO_3$
Témoïn	44,0993	2,0033	46,0784	98,7919	0,5035	10	0,5	99,3
					0,503	10,2	0,4903	97,49
					0,5014	10	0,5	99,72
MP	45,7095	2,0013	47,7091	99,915	0,5505	9	0,5504	99,989
					0,5026	9,6	0,52	103,57
					0,5002	9,1	0,54	109,05
S	47,2048	2,007	49,0914	94,0009	0.5024	15.2	0.2402	47.81
					0,5015	15,5	0,225	44,9
					0,5016	15,8	0,21	41,9
F	51,1028	2,0395	52,8584	86,0799	0.5	17.3	0.13	12.508
					0,5026	19,5	0,02502	4,97
					0,5062	18	0,1	19,77

O	54,4161	2,0005	56,2281	90,577	0,5062	19,8	0,01	1,97
					0,5033	19	0,05	9,94
					0,5029	19,6	0,02	3,98
M	51,1008	2,0008	53,0196	95,9	0,5065	16,1	0,1951	38,6012
					0,5017	15,4	0,2301	45,8835
					0,5059	15,3	0,2352	46,4919
I	52,2266	2,0043	54,159	96,4127	0,5018	12,7	0,3653	72,8
					0,5018	11,9	0,4	80,77
					0,5013	12,4	0,38032	75,86
B	47,2052	2,0717	48,9957	86,42	0,5148	18,9	0,055	10,69
					0,5002	19,2	0,04003	8,0036
					0,5025	19,5	0,025	4,979
GO3	44,097	2,0059	46,0282	96,275	0,503	15,1	0,2452	48,74
					0,557	14,6	0,2702	48,51
					0,5065	14,9	0,2552	50,38

➤ **Interprétation:**

Le calcul du pourcentage de CaCO_3 se fait en se référant à un essai témoin avec une masse $m_t (=0.5\text{g})$ de CaCO_3 pur dont le $\% \text{CaCO}_3$ est 99%. donc en se basant sur les résultats classés dans le tableau on peut conclure que cette méthode est précise.

⇒ Pour obtenir des résultats exactes ; mon collègue Mohamed Elbrimchi a travaillé dans son sujet sur l'optimisation de cette méthode de calcimétrie en titrant par KOH selon les paramètres : La prise d'essai ; le temps d'agitation ; la filtration ; dont il a trouvé les résultats suivants:

	T		MP		1160		O		S	
PE	Véq	$\% \text{CaCO}_3$	Véq	$\% \text{CaCO}_3$	Véq	$\% \text{CaCO}_3$	Véq	$\% \text{CaCO}_3$	Véq	$\% \text{CaCO}_3$
0,2	16,2	95,13	15,8	103,69	17,9	51,76	20	0	18,6	34,75
0,25	15,2	95,92	14,9	101,59	16,9	61,31	20	0	18	39,87
0,3	14,3	95,09	13,7	103,87	16	65,37	20	0	17,6	39,69
0,35	12,8	101,89	12,8	101,15	15,5	64,06	20	0	16,8	39,7
0,4	11,6	104,72	11,1	104,98	14,8	64,67	20	0	16,7	39,88

0,45	10,4	105,42	10,4	106,14	13,6	70,98	20	0	16,5	38,78
0,5	9,6	103,78	9,2	107,96	12,4	75,86	19,9	0,98	15,2	47,81
0,55	8,6	102,58	8,3	105,91	11,7	74,92	19,8	1,81	14,9	46,39
0,6	7,6	103,2	7,4	104,95	10,5	75,06	19,8	1,66	14,4	46,62

Tableau 5. % CaCO₃ selon l'Optimisation de la prise d'essai des différents échantillons.

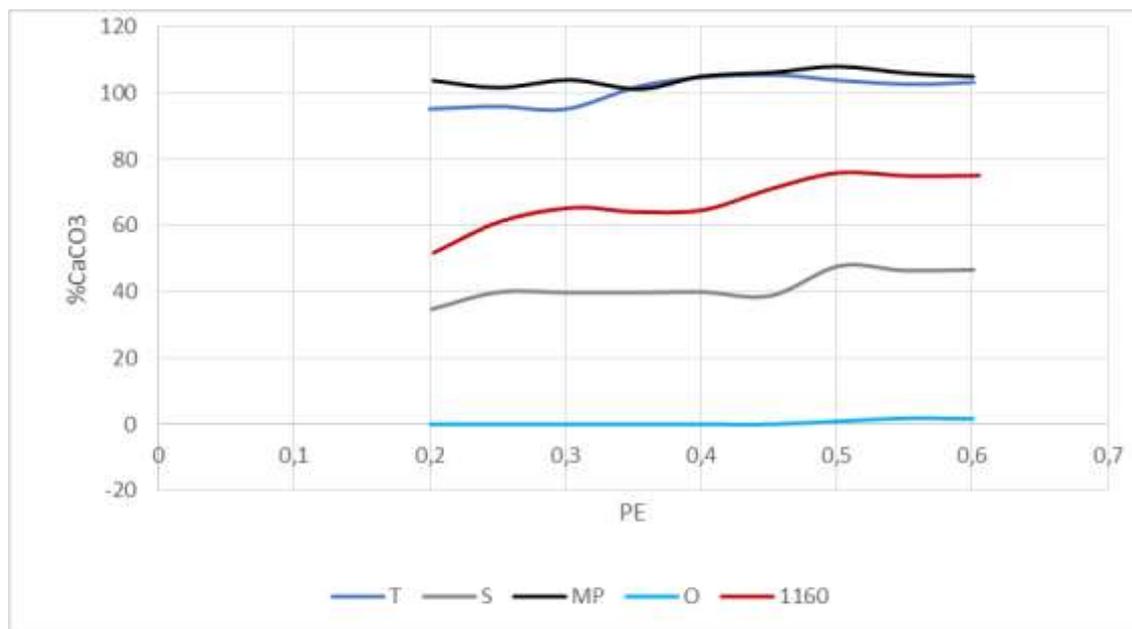


Figure 7 : Courbes de %CaCO₃ par rapport à les prises d'essai

	Pe	t d'agitation	Véq	mCaCO ₃	%CaCO ₃
Sans agitation	0,2546	15	17,5	0,1251075	49,14
	0,2513	30	17,4	0,1301118	51,775
	0,2502	60	17,3	0,1351161	54,003
Avec agitation	0,2544	15	15	0,250215	98,35
	0,2521	30	14,9	0,2552193	101,23
	0,2525	60	15,2	0,2402064	95,13

Tableau 6. % CaCO₃ dans le témoin selon le temps d'agitation.

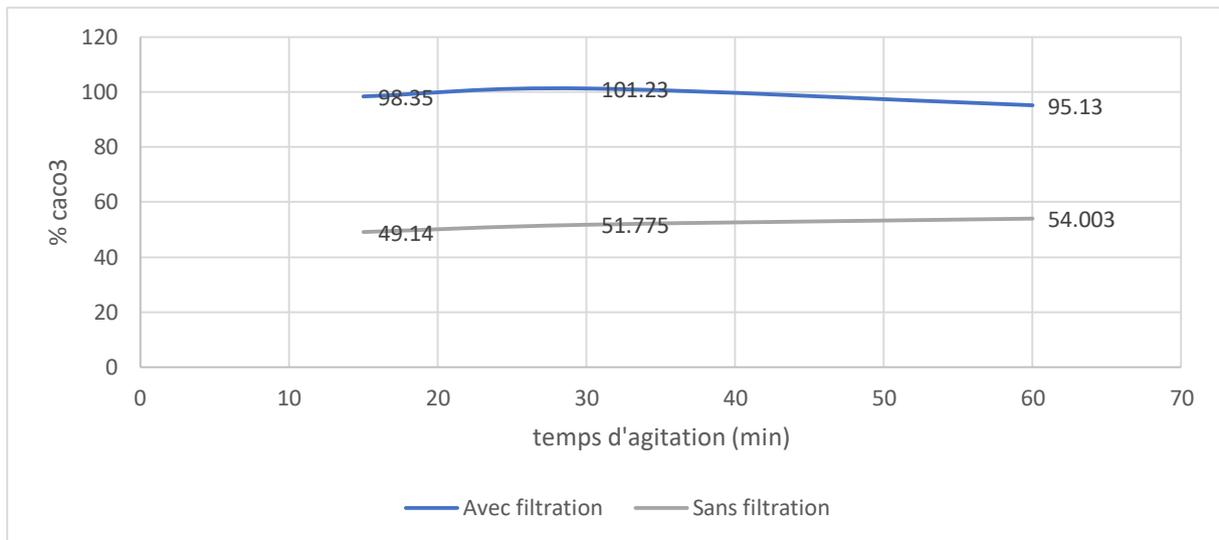


Figure 8 : courbes de %CaCO₃ par rapport à le temps d'agitation

➤ **Interprétation:**

D'après ces résultats on constate que :

- ✓ La meilleure prise d'essai qu'on peut utiliser pour cette méthode c'est 0.5 g d'échantillon
- ✓ La durée d'agitation n'a pas d'effet considérable sur l'amélioration de la méthode de dosage de CaCO₃
- ✓ L'étape de filtration est nécessaire avant le dosage pour obtenir le taux exact de CaCO₃ présentant dans l'échantillon dont on a trouvé que le %CaCO₃ obtenu en utilisant la filtration est presque 2 fois plus grand que celui obtenu sans filtration.

III. Comparaison entre les deux méthodes :

Les teneurs en CaCO₃ des échantillons des améliorants sont édités dans le tableau 5, et représentées dans la figure 8 avec une courbe d'ajustement linéaire. Cette dernière présente le degré de concordance entre les résultats des deux méthodes calcimétriques utilisées. Ce type de comparaison a été utilisé principalement pour une détermination du taux de CaCO₃ dans les améliorants.

Tableau 7. Calcimétrie des échantillons par titrage par KOH et complexation avec l'EDTA.

Echantillon	% CaCO ₃ par KOH	Moyenne	% CaCO ₃ par EDTA	Moyenne
Témoïn	99,3	98,86	63,72	59,25
	97,49		56,8	
	99,79		57,23	
CaCO ₃ pur(MP)	99,98	104,20	66,76	59,71
	103,57		71,15	
	109,05		41,21	
I	75,86	76,48	48,71	49,31
	72,8		49,23	
	80,77		50	
S	47,81	44,87	31,5	31,20
	44,9		30,34	
	41,9		31,76	
F	12,5	12,41	0,71	1,87
	4,97		0,85	
	19,77		4,05	
O	1,97	5,30	4,8	4,63
	9,94		4,6	
	3,98		4,5	
M	38,6	43,66	49,06	52,01
	45,88		58,33	
	46,49		48,64	

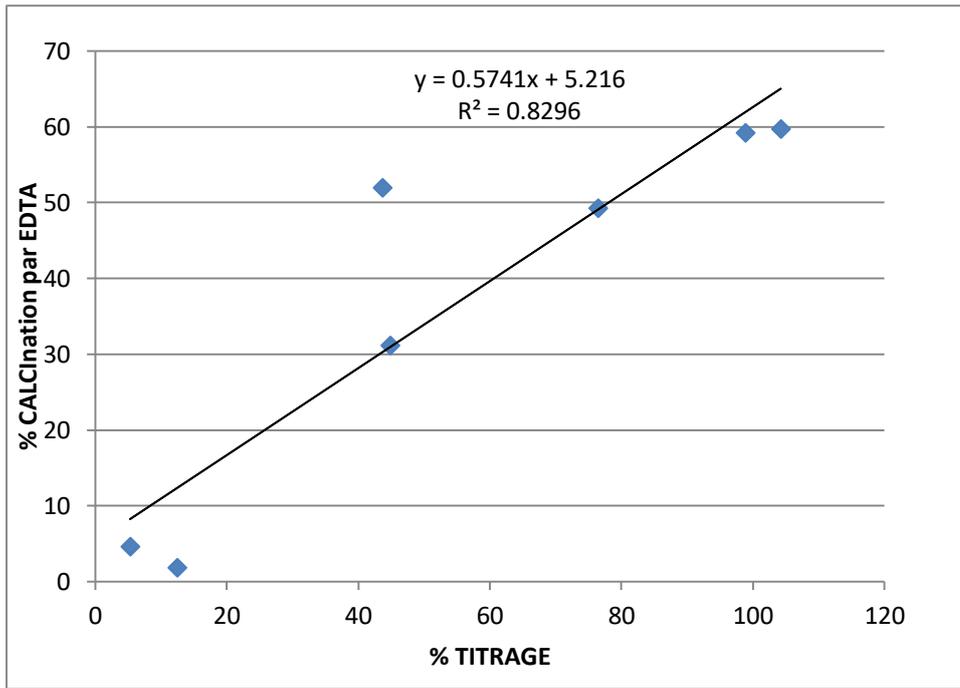


Figure 9: Courbe d'ajustement linéaire des résultats de la calcimétrie par titrage avec KOH et complexation avec l'EDTA

➤ **Interprétation:**

La courbe d'ajustement linéaire présente une corrélation positive presque totale puisque le coefficient de corrélation de Pearson r est égal à 0.8296 .L'équation de la courbe est :

$$y = 0.5741x + 5.216 \quad (9)$$

Avec :

y : taux de carbonate déterminé par la méthode du calcination par complexation à l'EDTA.

x : taux de carbonate déterminé par la méthode de calcimétrie avec dosage colorimétrique par KOH.

Cette courbe ; aussi que le tableau 5 ; indique une large différence entre les normes des pourcentages de carbonate de calcium obtenus par les deux méthodes calcimétriques en contant sur les références du témoin et matière première de CaCO_3 pure.

Ceci montre clairement que la méthode la plus précise c'est celle de calcimétrie avec dosage colorimétrique par KOH

Conclusion

Le stage que j'ai effectué à LESAFFRE m'a permis d'être confronté à un vrai challenge professionnel en faisant un lien entre théorie et pratique, ce stage était une vraie formation multidisciplinaire où j'ai pu développer plusieurs compétences.

LESAFFRE Maroc produit et commercialise la levure de boulanger aussi que les améliorants de panification.

Notre travail a été basé sur la variation entre les différentes méthodes de dosage de carbonate de calcium dans les améliorants afin de trouver la méthode fiable et la plus précise à une piste en passant par plusieurs essais d'analyses. Dans notre cas on a trouvé que la méthode de calcination par titrage complexométrique à l'EDTA donne des résultats évasifs même s'elle prend beaucoup de temps et nécessite plusieurs réactifs alors on a essayé de chercher une méthode de dosage consciencieuse plus efficace et bien maîtrisée, enfin on a trouvé la méthode de calcimétrie par titrage par KOH avec ses résultats abrégés ; sa minimisation du temps et peu de réactifs. Cette dernière peut être prise en compte et employée de la part de la société.

Annexes

□ Préparation des réactifs :

- Solution KOH :

$$C=1\text{mol/l}$$

$$n = m/M \rightarrow m=n*M=1*56.11=56.11\text{ g}$$

pour ½ l on a pris 28.055 g

- Solution HCl :

$$C=1\text{mol/l}; M=36.46\text{ g/mol}; 37\%$$

Dans 1 l on a 1.19 kg ; $d=1.19$

$$m=1.19*100*0.37=440.3\text{ g}$$

$$n= 440.3/36.46=12.07\text{ mol}$$

$$C_i V_i = C_f V_f \rightarrow V_i = 1000/12.07 = 83\text{ ml}$$

- Vert bromocresal :

0.1g/100 ml d'éthanol

- NaOH 50% :

50 g par 100 ml d'eau distillée.

Références

- (1) Projet de fin d'étude : SUIVI DE PREPARATION ET DE TRAITEMENT DES SELS NUTRITIFS DEPUIS LES SACS BRUTS JUSQU' AUX FERMENTEURS
- (2) https://www.jmaterenvirosci.com/Document/vol7/vol7_N3/101-JMES-1870-2015-Nasri.pdf
- (3) <https://svt.ac-versailles.fr/IMG/archives/docpeda/banques/Limay/docs/calci.htm>
- (4) [file:///C:/Users/asus/Downloads/M0853f_Calcimeter_f52a%20\(2\).pdf](file:///C:/Users/asus/Downloads/M0853f_Calcimeter_f52a%20(2).pdf)
- (5) <https://lesaffre.fr/nos-produits/artisan-boulangier/ameliorants-de-panification/>
- (6) <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00882123/document>
- (7) http://techno.boulangerie.free.fr/04-Cours/02-MATIERES_PREMIERES/06-Produits_Correcteurs/01-ProduitsCorrecteurs.htm
- (8) Projet :Création d'une unité de production d'améliorants pour la boulangerie

Les améliorants : un choix à définir selon la bonification recherchée

Résumé

Les améliorants de panification ; sont des formulations composées d'ingrédients, d'enzymes et/ou additifs entrant, généralement en faible quantité et dans un but technologique ou organoleptique, dans la fabrication du pain, des pains spéciaux et des produits de la boulangerie fine. Sous le terme « produits de boulangerie fine ».

Il s'agit d'un mélange constitué généralement d'une base farine ; des ingrédients ou additifs et des enzymes.

L'objectif de ce travail est de trouver la méthode calcimétriques la plus simple et précise pour doser le taux de carbonate de calcium dans les améliorants.

Dans notre projet on a travaillé avec deux méthodes les plus utilisées et qui sont : la calcimétrie par dosage colorimétrique avec KOH et la calcination par complexation à l'EDTA. Ce travail est constitué de deux parties majeures :

La première partie concerne les généralités sur les améliorants :

- *Définition des améliorants.*
- *Types et rôles des améliorants.*
- *Procès de fabrication des améliorants.*

Quant à la deuxième partie ; elle est consacrée aux méthodes de dosage de CaCO_3 dans les améliorants :

- *Principes*
- *Modes opératoires*
- *Résultats*
- *Comparaison entre les deux méthodes calcimétriques.*