



Année Universitaire : 2011-2012

Master Sciences et Techniques GMP
Génie des Matériaux et des Procédés

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

**Mise au point des méthodes d'analyses de la qualité de cuisson
des tourteau de soja**

Présentée par:

EL MRAYEJ Hajar

Encadré par:

- Mme MECHATTE Asmae	Société ALF AL Maghreb
- Pr. EL ASSRI Mohammed	FST Fès

Soutenu Le 25 Juin 2012 devant le jury composé de:

- Mme A. MECHATTE	Société ALF AL Maghreb
- Pr. M. EL ASSRI	FST Fès
- Pr. K. MISBAHI	FST Fès
- Pr. M. EL HAMMOUMI	FST Fès
- Pr. EL. LAMCHARFI	FST Fès

Stage effectué à : La société ALF AL Maghreb





2011/2012

Master Sciences et Techniques : Génie des Matériaux et des Procédés

Nom et prénom: **EL MRAYEJ Hajar**

Titre: *Mise au point des méthodes d'analyses de la qualité de cuisson des tourteaux de soja.*

Résumé

Le présent travail s'inscrit dans le cadre d'un projet de fin d'étude réalisé au sein du laboratoire d'analyse de la société ALF AL Maghreb (fabrication d'aliments composés pour volailles et bétails).

L'objectif de ce projet est l'optimisation des deux méthodes d'analyses complémentaires L'indice de Dispérsibilité des Protéines (l'IDP) et l'Indice de Solubilité des Protéines dans le KOH à 0,2%. Ces deux analyses permettant le contrôle de la qualité des tourteaux de soja. L'application de la méthodologie des plans d'expériences, nous ont permis de mettre en place, rapidement, un réglage des paramètres des ces deux méthodes d'analyses afin des résultats comparables à ceux obtenus par un laboratoire de référence.

Mots clés: plan d'expérience, Plan de Plackett et Burman, L'indice de dispérsibilité des protéines (l'IDP), Indice de solubilité des protéines dans le KOH à 0,2%, qualité de cuisson du tourteau du soja.





Dédicace



Je dédie ce travail à tous qui de près et de loin m'a accordé leur soutien moral et physique pour la réalisation de ce projet :

👉 A mes chers parents, pour avoir veillés sur mon éducation, pour leur aide permanente, pour leur soutien et leur affection

👉 A mes frères et mes sœurs que j'aime très fort et auxquels je souhaite une longue vie pleine de réussite et de bonheur.

👉 A mon époux, Hicham pour son soutien moral, son encouragement et son affection.

👉 A ma petite fille Hiba que j'aime plus forte.

👉 A mon encadrant, Mr. EL ASSRI Mohammed qui m'a cédé son temps et ses connaissances pour satisfaire mes interrogations.

👉 A mes enseignants, qui donnent toujours leurs mieux pour que les étudiants aient une formation assez complète pour avoir le minimum de difficultés lors de leur vie professionnelle.

👉 A tous mes amis et collègues pour les moments forts et agréables que nous avons ensemble, et à tous ceux qui m'aiment et me souhaite le bonheur.

REMERCIEMENTS



Je tiens à agréer mes remerciements à Mr le directeur technique de la société ALF AL Maghreb Mr. Slimane de m'avoir offert l'opportunité d'effectuer ce stage.

Je remercie également Mme. Asmae Mechatte responsable du laboratoire de contrôle et de diagnostique vétérinaire interne-COUVNORD et du laboratoire d'analyse physico-chimique ALF AL Maghreb qui même avec les multiples responsabilités et les travaux qu'elle dirige n'a cessé de m'aider et de me faciliter le travail.

Mes vifs remerciements et ma sincère gratitude vont à mon encadrant à la FST Mr. Mohammed EL ASSRI pour sa serviabilité et son soutien ainsi que pour ses conseils lucides et ces remarques pertinentes tout au long de notre projet.

Qu'il me soit permis à travers ce rapport d'exprimer ma vive gratitude et mes vifs remerciements et mon respect à Mme Ouafae MASSOUAB et Mme Kawotar MONTASSER agents de laboratoire ainsi que Mr. Sajidi responsable du prémix.

Je remercie aussi Mr. le président du jury ainsi que tous les Membres du jury d'avoir accepté d'honorer par leur présence à ma soutenance.

Mes remerciements vont également à toutes les personnes qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce projet.

Liste des tableaux

Tableau n°1: Les différentes spécifications concernant les tests pratiqués sur le soja_____ 23



Tableau n°2 : Solubilité des protéines dans le KOH 0.2%	
Tableau n°3 : Indice de dispersibilité des protéines IDP	
Tableau n°4 : Domaine expérimentale	
Tableau n°5 : matrice d'expériences d'Hadamard (plackett et burman)	30
Tableau n°6 : plans d'expériences	
Tableau n°7: Plan d'expérimentation avec résultats associés	3
Tableau n°8: les expériences de vérification	
Tableau n°9 : Domaine expérimentale	
Tableau n°10 : matrice d'expériences d'Hadamard (plackett et burman)	34
Tableau n°11 : plan d'expériences	
Tableau n°12: Plan d'expérimentation avec résultats associés	35
Tableau n°13 : résultats des analyses de l'IDP	
Tableau n°14 : Domaine expérimentale	
Tableau n°15 : matrice d'expériences d'Hadamard (plackett et burman)	37
Tableau n°16 : plan d'expériences	
Tableau n°17 : Plan d'expérimentation avec résultats associés	38
Tableau n°18 : Essais d'optimisation	

Liste des figures

Figure n°1 : Graphe des effets moyens.....	32
Figure n°2 : graphes de Pareto individuel et cumulé.....	32
Figure n°3 : Graphe des effets moyens.....	35



Figure n°4 : graphes de Pareto individuel et cumulé.....	36
Figure n°5 : Graphe des effets moyens.....	39
Figure n°4 : graphes de Pareto individuel et cumulé.....	39



sommaire

Introduction générale _____

Chapitre I _____

présentation de la société ALF AL Maghreb et ses activités _____

I.	Présentation de la société	3
I.1.	Fiche techniques de la société	3
I.2.	Organigramme de la société ALF AL Maghreb	3
II.	Alimentation animale et processus de production	4
II.1.	A chaque animal son aliment composé	4
II.2.	Contrôle qualité au laboratoire de la société	4
II.2.a.	Les analyses physico-chimiques	4
II.2.b.	Les analyses bactériologiques	6
II.2.c.	Les analyses de sérologie	7
II.3.	Processus de fabrication	7
II.3.a.	Formulation et recherche de la meilleure recette	8
II.3.b.	réception des matières premières au sein de l'entreprise	8
II.3.c.	Le broyage et le prémélange	8
II.3.d.	Le mélange	9
II.3.e.	Fabrication des granules	9
II.3.f.	L'acheminement de l'aliment jusqu'en élevage	9

Chapitre II _____

La partie bibliographique _____

I .	La méthodologie des plans d'expériences	11
I.1.	Introduction	11
I.2.	Historique	11
I.3.	Terminologie	12



I.3.a. Notion d'expérience	12
I.3.b. Facteurs	12
I.3.c. Réponse	12
I.3.d. Matrice d'expérience	12
I.3.e. Domaine expérimentale	13
I.3.f. Effet d'un facteur	13
I.4. Les plans d'expériences : Un outil pour résoudre un problème	13
I.5. les paramètres responsables des variations observées dans un système	14
I.6. Avantages des plans d'expériences	14
I.7. Catégories des plans d'expériences	15
I.8. Démarche méthodologique	16
I.9. Matrices et plans d'expériences	16
I.10. Conclusion	16
II. Les indicateurs de contrôle de la qualité de cuisson du soja	17
II.1. Graine de soja, ses qualités et méthodes d'extraction	17
II.1.a. Graine de soja	17
II.1.b. La composition nutritionnelle de la graine de soja	17
II.2. Les tourteaux de soja définition et présentation	18
II.2.a. Définition	18
II.2.b. Obtention des tourteaux après extractions des huiles	18
II.2.b.i. Par pression continue à chaud	18
II.2.b.ii. Par extraction	19
II.3. Le soja : Un aliment incontournable pour les animaux	19
II.3.a. Optimisation des qualités des protéines de soja par traitements technologiques	19
II.3.b. Les substances anti-nutritionnelles préexistantes dans les graines de soja	20
II.3.b.i. Définition de facteur antinutritionnel	20
II.3.b.ii. Les facteurs anti-nutritifs du soja	21



II.3.c. Tests indicateurs de la qualité de cuisson	22
II.3.c. i. Indice de solubilité des protéines dans la soude	22
II.3.c.ii. Indice de dispersibilité des protéines ou IDP	22
Chapitre III	
Mise en place et optimisation de la méthode de détermination des	2
Indicateurs de cuisson du soja par la méthodologie des plans d'expériences	24
I. Les indicateurs de contrôle de qualité de la cuisson des tourteaux du soja	25
I.1. Solubilité des protéines dans le KOH 0.2%	25
I.1.a. Champs d'application	25
I.1 .b. Appareillage	25
I.1. c. Réactifs	25
I.1.d. Mode opératoire	25
I.1.e. Expression de résultats	26
I.2. Indice de dispersibilité des protéines IDP	26
I.2.a. Champs d application	26
I.2.b. Appareillage	26
I.2.c. Réactifs	27
I.2.d. Mode opératoire	27
I.2.e. Expression de résultats	27
I.2.f. Validation des resultats	27
II. Optimisation de la méthode de détermination des indicateurs de cuisson des tourteaux de soja par la méthodologie des plans d'expériences	28
II.1. Travaux préliminaires	28
II.2. Objectif de l'étude	29
II.3. Résultats de l'étude de criblage	29
II.3.a. Solubilité des protéines dans le KOH 0.2%	29
II.3.a.i. Choix des facteurs et du domaine de variation	29
II.3.a.ii. Plan de criblage	29



II.3.a.iii. Modèle mathématique	30
II.3.a.iv. Matrice d'expérience	30
II.3.a.v. La réponse étudiée	30
II.3.a.vi. Plan d'expérimentation	30
II.3.a.vii. Matrice des résultats	31
II.3.a.viii. Les résultats obtenus	31
II.3.b. Analyse de l'indice de dispersibilité des protéines dans l'eau avec un malaxeur de type Hamilton Beach Drink master	33
II.3.b. i. Choix des facteurs et du domaine de variation	33
II.3.b.ii. plan de criblage	33
II.3.b.iii. Modèle mathématique	33
II.3.b.iv. Matrice d'expérience	34
II.3.b.v. La réponse étudiée	34
II.3.b.vi. Plan d'expérimentation	34
II.3.b.vii. Matrice des résultats	35
II.3.b.viii. Les résultats obtenus	35
<u>II.3.c. Analyse de l'indice de dispersibilité des protéines dans l'eau avec un malaxeur de type Waring Blender</u>	<u>36</u>
<u>II.3.c. i. Choix des facteurs et du domaine de variation</u>	<u>36</u>
<u>II.3.c.ii. plan de criblage</u>	<u>37</u>
<u>II.3.c.iii. Modèle mathématique</u>	<u>37</u>
<u>II.3.c.iv. Matrice d'expérience</u>	<u>37</u>
<u>II.3.c.v. la réponse étudiée</u>	<u>38</u>
<u>II.3.c.vi. Plan d'expérimentation</u>	<u>38</u>
<u>II.3.c.vii. Matrice des résultats</u>	<u>38</u>
<u>II.3.c.viii. Les résultats obtenus</u>	<u>38</u>
<u>conclusion générale</u>	<u>41</u>
<u>Références bibliographiques</u>	<u>42</u>



Introduction générale

Dans la formulation d'aliment pour bétails et volailles le tourteau de soja est l'élément principale. La qualité nutritionnelle de cet aliment est examinée par deux tests :

- ✚ L'indice de dispersibilité des protéines l'IDP
- ✚ Indice de solubilité des protéines dans le KOH à 0,2%

La société ALF AL Maghreb s'est inscrite ces deux méthodes pour le contrôle de la qualité du tourteau de soja. Elle utilise des protocoles expérimentaux normalisés. Toutefois, les résultats trouvés par le laboratoire de la société ALF AL Maghreb présentent un écart important comparés à ceux d'un laboratoire de référence.

Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés à examiner les paramètres de ces deux méthodes d'analyses, afin de minimiser cet écart.

A ce sujet nous avons choisi la méthodologie des plans d'expériences.

Dans un premier temps nous allons présenter en bref, la société, le procédé et la méthodologie, ensuite nous allons présenter les travaux effectués dans le cadre de ce stage de projet de fin d'études.



Chapitre I : Présentation de la société ALF AL Maghreb et ses activités

I. Présentation de la société :

La société ALF AL Maghreb, est l'une des principales entreprises agricoles à Fès, qui se spécialise dans la fabrication et la commercialisation des aliments de bétails et volailles, c'est une société anonyme créée en 1974 par le groupe Chawni à SIDI BRAHIM à Fès avant de se déplacer au nouveau site, situé au lotissement ENNAMAË au quartier industriel BEN SOUDA. La société se décompose en 3 grandes unités :

- La production : pour la fabrication d'aliments composés équilibrés, présentés sous forme de farine, miettes ou granulés et adaptés pour chaque type d'animal.
- Le laboratoire : pour les analyses physicochimiques et microbiologiques
- Le prémix : pour la fabrication d'un prémélange appelé prémix ; ce sont des concentrés d'oligo-éléments, de vitamines et de minéraux. Ils sont associés en faible pourcentage aux différentes matières premières pour constituer l'aliment complet à destination du bétail.

1.1. Fiche techniques de la société :

Raison sociale	Société ALF AL Maghreb
----------------	------------------------



Forme juridique	Société Anonyme (S.A).
Date de création	1974
Capital	50.000.000.00 DH
Patente	13245830
Identification fiscale	04500755
Tél	(212)5.35.72.80.95
Fax	(212) 5.35.65.56.08
Siège social	Lotissement Ennamae Quartier, Industriel Ben souda Fès MAROC
Superficie	6000 m2, dont 2500 m2 couverts
Activités	Fabrication d'Aliments composés pour Bovins, Ovins et Volailles
Capacité de production	700 tonnes.
Destination des produits	fermes propres à l'entreprise, Revendeurs et Eleveurs
Effectif	144 permanentes 52 temporaires
Certification	ISO 9001 version 2008 et OHSAS 18001

I.2. Organigramme de la société ALF AL Maghreb: Voir l'annexe.

II. Alimentation animale et processus de production :

Les animaux doivent trouver dans leur alimentation des apports quotidiens en énergie, en protéines, en vitamines, en minéraux et en fibres végétales. Ils les trouvent dans les aliments composés où les différentes matières premières sont assemblées en fonction de ce qu'elles apportent dans un dosage équilibré. Pour tous les animaux d'élevage, les céréales constituent la base énergétique de la ration alimentaire. Elles représentent en moyenne près de 50% des matières premières mises en œuvre dans les aliments composés.



II.1. A chaque animal son aliment compos :

Les besoins nutritionnels des animaux dépendent de l'espèce, de l'âge, du sexe et de ce qu'ils produisent. En fonction de ces besoins, le formulateur, compose pour chacun une recette adaptée : un assemblage spécifique de matières premières...Un aliment nutritionnellement équilibré doit aussi être facile à consommer. Pour cela les fabricants adaptent la forme de présentation de l'aliment: farine (poussin, poule), miette (volaille), petit ou gros granulé (porc, bovin) sont distribués aux animaux en fonction de leur taille et de leur morphologie.

Pour élaborer des aliments équilibrés pour tous les animaux, en fonction de leur spécificité, les fabricants doivent très bien connaître :

- les besoins des animaux. Cette connaissance doit être très détaillée et très précise
- la composition des matières premières, en allant jusqu'à chaque nutriment en qualité et en quantité.

II.2. Contrôle qualité au laboratoire de la société :

Le contrôle de la qualité fait partie des bonnes pratiques de fabrication ; il concerne l'échantillonnage, les spécifications, le contrôle, ainsi que les procédures d'organisation, de documentation et de libération qui garantissent que les analyses nécessaires et appropriées ont réellement été effectuées et que les matières premières, et les produits finis ne sont pas libérés pour l'utilisation, la vente ou l'approvisionnement sans que leur qualité n'ait été jugée satisfaisante.

La qualité des matières premières et des produits finis est contrôlée en permanence. Ces contrôles peuvent porter sur la qualité des produits finis, ou celle des matières premières utilisées, les différentes analyses de contrôle de qualité du laboratoire sont les suivantes :

II.2.a. Les analyses physico-chimiques :

Pour chaque matière première et produit fini le service qualité définit des paramètres d'analyse (humidité, température, activité d'eau..) qui vise la valeur nutritionnelle du produit, accompagnée des fréquences d'analyse pour les comparer avec des normes prédéfinies.

➤ Détermination de l'humidité:

Après broyage et conditionnement éventuels, la méthode consiste à un séchage du produit à une température de 103°C(ou autre selon le produit) pendant quatre heures.

➤ Dosage des cendres brutes:

On entend par cendres brutes, le résidu obtenu après incinération dans les conditions de la norme. La teneur en matière minérale d'une substance est conventionnellement le résidu de la substance après incinération dans un four pendant six heures à une température de 550°C.



➤ Détermination de la teneur en protéine brute selon la méthode de Kjeldahl:

La méthode Kjeldahl consiste à doser la teneur en protéine brute après une minéralisation effectuée à l'aide d'un excès d'acide sulfurique concentré, en présence de catalyseurs pour accélérer la réaction de décomposition.

Après minéralisation, tout l'azote se trouve dans le minéralisât sous une même forme minérale, Après une l'alcalinisation des produits de la réaction puis distillation, l'azote est ensuite dosé par une solution titrée d'acide sulfurique.

La détermination des protéines par la méthode Kjeldahl s'effectue en trois étapes :

Etape 1 : minéralisation de l'échantillon

Pendant l'étape de la minéralisation, l'azote protéique est transformé en azote ammoniacal par oxydation de la matière organique dans l'acide sulfurique concentré à haute température, en présence d'un catalyseur.

L'acide sulfurique concentré a pour but d'oxyder la matière organique et de transformer l'azote protéique en ammoniaque NH_3 . Il sert également à piéger l'ammoniac gazeux sous la forme de sulfate d'ammoniac, par action de la base avec l'acide :

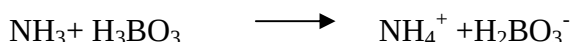


Etape 2: distillation de l'ammoniac

Avant de distiller l'ammoniac à la vapeur d'eau, on doit libérer l'ammoniac sous la forme du sel $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ par l'addition d'une solution concentré de Na OH en excès.



L'ammoniac est ensuite distillé par la vapeur d'eau et piégée dans une solution d'acide borique. L'ammoniac réagit avec l'acide borique pour former des sels borates d'ammonium :



Etape 3 : titrage de l'ammoniac

L'ammoniac sous la forme de borates d'ammonium est titré directement à l'aide d'une solution standardisée d'acide sulfurique (H_2SO_4) :



On fait un essai à blanc en mettant tous les réactifs sauf l'échantillon, pour soustraire l'ammoniac contenu dans les réactifs de l'ammoniac contenu dans l'échantillon.

Calcul du % de protéines dans l'échantillon



$$\frac{(V_a - V_b) \times N \times 0.014 \times 100 \times 6.25}{m(\text{échantillon})}$$

V a: volume du titrage en ml de l'échantillon testé selon la méthode Kjeldahl.

V b : volume du titrage en ml du test en blanc réalisé selon la méthode Kjeldahl.

N : la normalité de la solution du titrage dans la méthode Kjeldahl.

m : la masse de la prise d'essai en g.

Le facteur 6.25 est utilisé pour convertir l'azote de Kjeldahl en protéines brutes (100 g de protéines brutes égale à 16 g d'azote de Kjeldahl).

100g de protéine brutes $\xrightarrow{X}$ 16 g d'azote de Kjeldahl $\xrightarrow{X=6,25g}$ 1g d'azote de Kjeldahl

0,014 : 14 (la masse molaire d'azote) multiplié par 0,001 (pour convertir l'unité du volume en litre)

➤ Dosage de la matière grasse :

C'est la méthode de référence utilisée pour la détermination de la matière grasse dans les aliments solides déshydratés. C'est une méthode gravimétrique qui consiste à une extraction préliminaire à l'éther de pétrole de la matière grasse des échantillons.

➤ Détermination de l'activité de l'eau :

La méthode Consiste à déterminer l'eau libre dans l'échantillon à l'aide d'un activimètre.

II.2.b. Les analyses bactériologiques :

➤ Recherche des moisissures : La méthode consiste à un dénombrement de moisissures en ensemencant des échantillons sur la gélose Sabourand des différentes dilutions préparées dans l'eau péptonée.

➤ Recherche des salmonelles : On procède à la recherche de salmonelle par la méthode classique en passant par le pré-enrichissement dans l'eau péptonée tamponnée et enrichissement dans le bouillon sélénite, puis l'ensemencement sur le vert brillant.

II.2.c. Les analyses de sérologie :

➤ Recherche des mycotoxines: ce sont des métabolites secondaires hautement toxiques produits principalement par les champignons des espèces Fusarium, Aspergillus, et Penicillium. Ce sont des petites molécules de durée de vie dans l'aliment bien plus longue que celles des champignons les ayant synthétisés. Elles sont chimiquement et thermiquement stables. Le laboratoire de la société s'intéresse à la recherche de trois types de mycotoxine : L'aflatoxine Total ou AFT, Le déoxynivalénol ou DON et Fumonisine FUM.



Mycotoxine	Denrées	Champignon producteur	Conséquences de l'ingestion
Aflatoxine	Maïs, Arachides	<i>Aspergillus</i>	Potentiellement cancérigènes chez l'homme. Effets néfastes sur divers animaux et en particuliers les poulets
Déoxynivalénol	Blé, Maïs et Orge	<i>Fusarium culmorum</i>	Intoxications humaines. Toxiques pour les animaux et en particulier les porcs
Fumonisine	Maïs	<i>Fusarium moniliforme</i>	cancérigène chez l'homme. Toxique pour les porcs et les volailles. Responsable d'une maladie mortelle pour les chevaux.

Les mycotoxines dans les grains et graines de base.

Principe du test :

Le test ELISA est une technique immuno-enzymatique de détection, qui permet de visualiser une réaction antigène-anticorps grâce à une réaction colorée produite par l'action sur un substrat d'une enzyme préalablement fixée à l'anticorps.

La technique ELISA en compétition utilise une protéine à rechercher, immobilisée sur un support plastique et un anticorps spécifique conjugué à une enzyme, qui est révélé par l'addition d'un substrat qui se colore. Ce système de révélation est mis en compétition par une mise en présence préalable d'un échantillon à doser avec l'anticorps conjugué. Ce dernier est alors bloqué par la protéine recherchée et n'est donc pas révélé sur le support plastique. Ce système fonctionne à l'envers dans le sens où plus il y a de protéine présente, moins il y a de coloration.

II.3. Processus de fabrication :

Le processus de fabrication des aliments composés peut se décomposer en plusieurs étapes principales : la réception des matières premières, la fabrication et l'expédition. Elles sont précédées d'une étape de recherche et de formulation pour déterminer les besoins alimentaires des animaux et les caractéristiques des matières premières sont rigoureusement étudiés dans les laboratoires et les centres de recherche afin d'assembler les ingrédients dans des proportions adaptées.

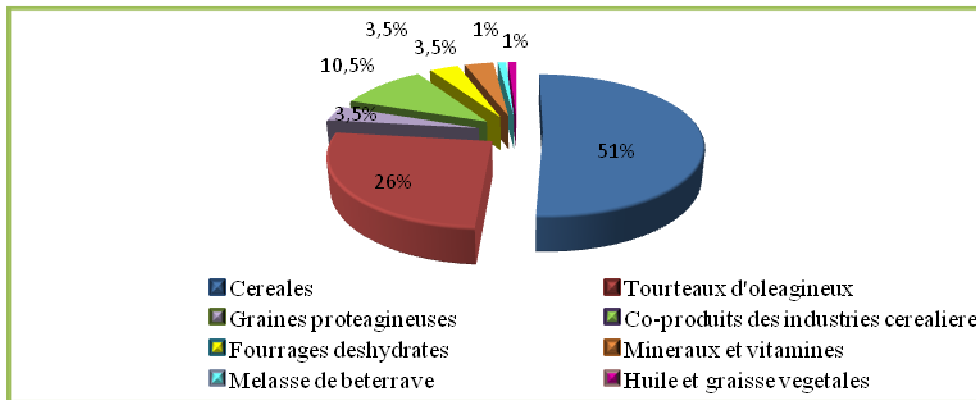
II.3.a. Formulation et recherche de la meilleure recette :

Les animaux doivent trouver dans leur alimentation des apports quotidiens en énergie, en protéines, en vitamines, en minéraux et en fibres végétales. Ils les trouvent dans les aliments composés où les différentes matières premières sont assemblées en fonction de ce qu'elles apportent dans un dosage équilibré. C'est cet assemblage, convenablement dosé et proportionné, qui constitue l'étape de la formulation, c'est à dire la détermination de la meilleure recette possible.



Pour tous les animaux d'élevage, les céréales constituent la base énergétique de la ration alimentaire. Elles représentent en moyenne près de 50% des matières premières mises en œuvre dans les aliments composés.

La



composition moyenne d'un aliment

II.3.b. réception des matières premières au sein de l'entreprise :

D'origines variées, aussi bien locales, qu'internationales, ces matières premières, à leur arrivée, sont pesées et font l'objet d'un prélèvement d'échantillon destiné au contrôle de leur qualité. Ces échantillons sont conservés pendant trois mois sur le site et permettent une traçabilité complète des produits finis.

Les matières premières livrées sont déversées dans des fosses équipées de trémies qui dirigent les matières premières au moyen d'élévateur à godets vers des silos de stockage rigoureusement identifiés, pour empêcher les mélanges de différentes matières premières entre elles.

II.3.c .Le broyage et le prémélange :

Après un passage dans l'une des deux bennes peseuses, La quantité de matière première définie selon la formule de l'aliment à fabriquer, rejoint un broyeur à marteaux permettant ainsi de réduire la taille de la matière première à une granulométrie plus petite afin de réaliser des mélanges homogènes , après passage sur des grilles qui permettent de calibrer la taille du grain, les matières premières rejoignent le mélangeur.

II.3.d .Le mélange :

Après avoir été pesées, broyées et prémélangées, les matières premières sont dirigées vers une mélangeuse qui permet, suivant la formule à réaliser, l'addition de compléments, des aditifs et des liquides nécessaires tels que : l'huile, la choline, méthionine, et vitamines.. Cette étape d'une durée



de quatre min constitue une étape essentielle permettant d'obtenir une homogénéité parfaite du produit.

Si la composition du produit nécessite l'ajout de mélasse, le mélange obtenu passe par un mélasseseur qui assure l'ajout de mélasse de betterave selon la formule. La fabrication des produits utilisés sous forme de farine se termine à cette étape. La fabrication de granulés nécessite une étape supplémentaire de pressage pour l'obtention des granulés.

II.3.e. Fabrication des granules :

La farine est dirigée, vers une presse dans laquelle est injectée de la vapeur d'eau pour obtenir une pâte à 85°C. Cette pâte est ensuite poussée vers un anneau d'acier perforé de petits trous qui permet à la pâte de sortir sous forme de bâtonnets qui sont ensuite cassés en morceaux de quelques mm et refroidis, ce sont les granulés. Le tamisage des granulés est l'ultime étape avant le stockage permettant d'éliminer les différentes poussières.

II.3.f. L'acheminement de l'aliment jusqu'en élevage :

Les aliments sont chargés dans des camions, accompagnés d'une étiquette ou d'un bon de livraison sur lesquels on retrouve obligatoirement la composition de l'aliment, ses garanties nutritionnelles, le mode d'emploi et tous les éléments de traçabilité permettant de remonter à la formule fabriquée et aux matières premières incorporées.

Chapitre II : La partie bibliographique



I .La méthodologie des plans d'expériences :

I.1.Introduction :

La modélisation statistique doit être différenciée de la modélisation physique. Dans le second cas les physiciens (c'est aussi vrai pour les chimistes, les biologistes, ou tout autre scientifique), cherchent à construire un modèle explicatif d'un phénomène, qui est soutenu par une théorie plus générale décrivant comment les phénomènes ont lieu en exploitant le principe de causalité. Dans le cas de la modélisation statistique, le modèle va être construit à partir des données disponibles, sans aucun à priori sur les mécanismes entrant en jeux. Ce type de modélisation s'appelle aussi modélisation empirique. Bien entendu, compléter une modélisation statistique par des équations physiques (souvent intégrées dans les prétraitements des données) est toujours positif.

Un modèle est avant tout un moyen de relier une réponse Y à des variables explicatives

X_i , par une relation fonctionnelle :

$$Y = F(X_i)$$

A partir de ce modèle les expérimentateurs peuvent déterminer les valeurs des facteurs influents et prédire une réponse dans le but d'optimiser les deux méthodes d'analyses.

I.2. Historique :



La méthode des plans d'expériences n'est pas une technique nouvelle. Elle date en fait du début du siècle avec les travaux de FISHER (1925). Les premiers utilisateurs de ces méthodes furent des agronomes qui ont vite compris l'intérêt des plans d'expériences et, notamment, la réduction du nombre d'essais lorsqu'on étudie de nombreux paramètres. En effet, les essais en agronomie nécessitent beaucoup de paramètres, l'étude du rendement d'un blé nécessite la prise en compte du type de terrain, des différents traitements, de l'ensoleillement.

De plus, dans ce type d'expérimentation, il faut attendre un an avant de connaître les résultats.

Il était donc indispensable de réduire le nombre d'essais sans perdre en précision et d'être capable de planifier d'une façon formelle la campagne d'essais. Mais cette technique est restée relativement confidentielle et n'a pas réussi à pénétrer de façon significative les industries occidentales avant les années soixante dix.

Une des raisons de ce manque d'intérêt des industriels pour la méthode était probablement l'aspect trop théorique de l'approche proposée. Il a fallu les travaux du Docteur TAGUCHI dans les années soixante au Japon pour que les plans d'expériences pénètrent les usines. TAGUCHI, avec le pragmatisme qui caractérise les japonais, a su simplifier et clarifier l'utilisation des plans d'expériences. Son apport est considérable et la diffusion à grande échelle de ses travaux aux Etats-Unis date de la fin des années soixante dix.

Aujourd'hui, les plans d'expériences représentent un outil indispensable à tout industriel, du plus petit au plus grand, soucieux d'améliorer la qualité de ses produits.

Au cours de ces dernières années, la méthode des plans d'expériences s'est imposée à l'ensemble des industriels. Autrefois confidentielle, elle connaît aujourd'hui un développement spectaculaire. La précision des résultats obtenus, la pertinence des informations apportées par cette méthode contribuent à son développement actuel dans tous les secteurs d'activités.

La méthode, une fois comprise, constitue une étape irréversible dans la carrière du technicien qui ne pourra plus envisager de réaliser des essais sans utiliser un plan d'expérience.

I.3. Terminologie :

Les utilisateurs de plan d'expérience pratiquent un vocabulaire propre au domaine et il convient d'explicitier les termes utilisés avant de présenter le reste du projet.

I.3.a. Notion d'expérience :

Epreuve ou essai réalisé dans le but d'étudier un phénomène.

Plan d'expériences est le plan qui résume tous les essais nécessaires pour effectuer cette étude. Il donne pour chaque expérience les conditions opératoires suivant lesquelles on l'exécute.



I.3.b. Facteurs :

On appelle facteurs, les causes supposées ou certaines qui agissent de façon significative sur le phénomène. Les facteurs peuvent être qualitatifs ou quantitatifs, continus ou discontinus, contrôlables (ou non contrôlables).

I.3.c. Réponse :

Une réponse expérimentale est une manifestation mesurable, observée lorsque l'on fait varier les facteurs étudiés.

I.3.d. Matrice d'expérience :

La matrice d'expérience est un objet mathématique qui présente, sous forme codée ou normée, l'ensemble des expériences à réaliser. C'est un tableau constitué de N lignes correspondant aux N expériences à réaliser et K colonnes, correspondant aux K facteurs à étudier. L'élément X_{ij} de la matrice ainsi formée correspond à la valeur du niveau que prend la j ème variable à la i ème expérience.

I.3.e. Domaine expérimentale :

Un domaine de variation est défini pour chaque facteur à l'intérieur duquel il peut prendre différentes valeurs ou niveaux.

On appelle « domaine expérimental » l'ensemble des niveaux que peut prendre chacun des facteurs. Il faut avant toute expérimentation, définir correctement sa taille, sa forme, ses possibilités d'extension, ses éventuelles discontinuités.

I.3.f. Effet d'un facteur :

L'effet d'un facteur X correspond à la variation de la réponse Y lorsque X passe d'une valeur $-X$ à une autre valeur $+X$ comme présenté sur la figure. Graphiquement, plus l'effet est important, ce qui peut déjà donner des indications.

I. 4. Les plans d'expériences : Un outil pour résoudre un problème :

La démarche expérimentale reste la méthode importante d'acquisition des connaissances dans le domaine industriel. De façon naturelle, l'homme fonde sa démarche d'acquisition des connaissances en avançant progressivement, puis il réoriente ses expériences en fonction des résultats obtenus. Il recherche en général à augmenter la productivité de ces essais.

Les difficultés de l'expérimentateur ne s'arrêtent pas à la planification et à la réalisation des essais. Une fois, ceux-ci réalisés, il faut interpréter les résultats et il n'est pas rare de se retrouver devant une pléthore de mesures et de ne pas aboutir à un quelconque résultat. C'est à ce moment là



qu'on se dit souvent " les essais que j'ai réalisés sont inutiles, par contre j'aurais dû faire d'autres expérimentations ".

Une bonne démarche d'acquisition des connaissances devrait aboutir à des résultats aisés à interpréter. Ils devront être également aisés à mettre en œuvre aussi bien par des spécialistes que par des non spécialistes.

Tous les industriels connaissent ces interrogations, aussi, il est courant de se poser quelques questions :

- Quelle stratégie d'essais adopter pour arriver rapidement aux résultats attendus?
- N'existe-t-il pas de meilleures stratégies que d'autres ?
- Quel est le nombre minimum d'essais qui doivent être réalisés pour arriver aux résultats ?
- Ne peut-on pas éviter de réaliser des essais inutiles ?
- Comment améliorer la précision de mes résultats ?

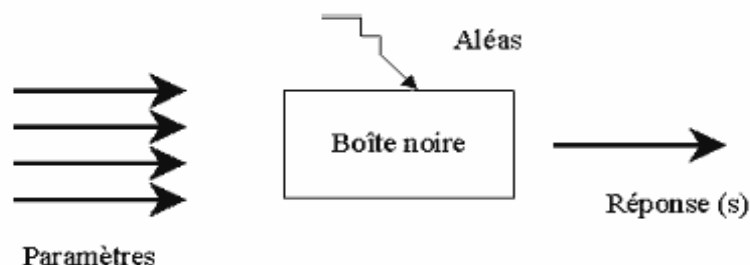
La méthode des plans d'expériences apporte une méthodologie pour répondre à ces questions. Cette méthodologie sans équivalent permet d'atteindre une meilleure connaissance du système observé par la réalisation d'un " minimum " d'essais et un maximum de précision.

I.5. les paramètres responsables des variations observées dans un système :

La méthode des plans d'expériences est un outil d'aide à l'amélioration de la qualité.

Vous êtes confrontés à un problème complexe. De multiples paramètres sont susceptibles d'influer sur le système étudié. La performance que vous cherchez à atteindre est caractérisée par une ou plusieurs réponses.

Ce type de problème peut être schématisé par une boîte noire que l'on cherche à "éclaircir" pour mieux en comprendre le fonctionnement et en optimiser les performances. La démarche est expérimentale : l'information sur le phénomène observé est acquise à partir d'essais préalablement planifiés.





Le plan d'expérience sert à mettre en évidence et à quantifier l'influence des paramètres pris en compte, lorsque vous devez mettre en œuvre une série d'essais physiques ou une série de calculs numériques.



Domaines d'application :

Les plans d'expériences s'appliquent aux cas suivants :

- Etudes techniques avec détermination des cotations et tolérances.
- Optimisation de processus.
- Etude des moyens de fabrication.
- Essais de mise au point.
- Essais d'endurance.
- Essais de laboratoires.

I.6. Avantages des plans d'expériences :

Les avantages de la méthode par rapport à une méthode d'expérimentation traditionnelle sont :

- Moins d'essais.
- Précision et optimisation des résultats.
- Stratégie d'essais : essais planifiés.
- Interprétation graphique simple.
- Révélation d'interactions entre les paramètres.
- Conclusions fiables.
- Capitalisation du savoir-faire.

I.7. Catégories des plans d'expériences :

Les plans sont répartis en différentes catégories :

➤ Plans de criblage :

Ces plans sont conçus pour déterminer les facteurs les plus importants affectant une variable de réponse. La plupart de ces plans utilisent des facteurs à deux niveaux uniquement. Ces facteurs peuvent être quantitatifs ou qualitatifs. Parmi les plans proposés : plans factoriels à 2 niveaux, plans factoriels à niveaux mixtes et plans factoriels fractionnaires.

➤ Plans en surface de réponse :

Le problème consiste à connaître en n'importe quel point du domaine expérimental la valeur d'une ou plusieurs propriétés. L'objectif est de trouver des conditions expérimentales optimales pour une propriété étudiée ou de déterminer une zone de compromis acceptable entre les objectifs sur différentes propriétés (jusqu'à 20). Cette recherche passe par l'utilisation d'un modèle mathématique



empirique pour représenter chaque réponse dans le domaine expérimental. Le modèle polynomial retenu est soit du premier degré soit du second degré.

Ces plans utilisent au minimum 3 niveaux pour les facteurs expérimentaux. Parmi les plans proposés : plans centrés composites, plans de Box- Behnken, plans factoriels à 3 niveaux...

➤ **Plans de mélanges : adaptés aux facteurs dépendants.**

L'objectif de ce plan est de choisir les combinaisons qui permettent de couvrir l'espace expérimental de façon adéquate.

➤ **Plans factoriels complets/fractionnaires :**

- Plans factoriels complets : toutes les combinaisons des niveaux de facteurs sont présentes.
- Plans factoriels fractionnaires : tous les niveaux de chaque facteur sont présents, mais pas toutes les combinaisons possibles de facteurs.

I.8. Démarche méthodologique :

La mise en œuvre d'un plan d'expérience pour étudier la surface de réponse d'un système expérimental et trouver un optimum peut se résumer selon la procédure suivante:

1. Définir le problème à étudier.
2. Sélectionner la réponse et les facteurs contrôlables.
3. Définir le domaine expérimental, en fixant les niveaux des facteurs sélectionnés.
4. Choisir un modèle.
5. Choisir un plan d'expérience tenant compte des conditions propres au problème à traiter.
6. Réaliser les essais.
7. Traiter les données par un logiciel adéquat.
8. Interpréter la validité du modèle postulé et la significativité des coefficients.
9. Sélectionner les coefficients significatifs si le modèle est validé.
10. Prédire les niveaux des facteurs à l'optimum.
11. Faire un essai complémentaire en appliquant les valeurs optimales des facteurs pour valider les conclusions.

I.9. Matrices et plans d'expériences :



De très nombreuses matrices d'expériences sont proposées en fonction :

- des caractéristiques du problème.
- du degré du polynôme.
- des objectifs préférentiels de l'expérimentateur.
- des contraintes spécifiques de l'expérimentation.

I.10. Conclusion :

La démarche des plans d'expériences est expérimentale, l'information sur le phénomène observée est acquise à partir d'essais préalablement définis. Ces plans apportent justement une solution permettant de réduire considérablement le nombre d'expériences à réaliser en gardant presque autant d'informations efficaces.

II. Les indicateurs de contrôle de la qualité de cuisson du soja :

II.1. Graine de soja, ses qualités et méthodes d'extraction :

II.1. a. Graine de soja :

Le soja, ou soya, est une plante grimpante classé dans la catégorie des légumineuses, proche du haricot, largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde. Le tourteau, issu de la trituration des graines de soja est la principale matière riche en protéines employée en alimentation animale.

Il en existe plus de 100 variétés différentes qui se distinguent par la taille, la couleur, la teneur en protéines et la consistance huileuse. La variété à graine jaune est la plus fréquemment utilisée car elle contient une combinaison optimale de protéines, lipides et goût. Le soja est cultivé à grande échelle aux États-Unis, au Brésil, en Argentine et en Chine.



Avec une production mondiale de 221 millions de tonnes en 2007/08, le soja domine et continuera à dominer le marché mondial des huiles et des protéines végétales : il représente plus de 50 % en masse de la production mondiale d'oléagineux. En tant qu'oléoprotéagineux, le soja constitue une matière première de choix pour une multitude d'industries utilisatrices de la graine entière de soja, de sa composante protéique ou de l'huile.



II.1. b. La composition nutritionnelle de la graine de soja :

En plus d'être une plante respectueuse de l'environnement, le soja, grâce à sa composition nutritionnelle unique dans le monde végétal, est un aliment de choix pour tous ceux qui souhaitent une alimentation saine et équilibrée. Les atouts nutritionnels des aliments de soja sont nombreux :

Une richesse en protéines végétales inégalée :

Le soja est particulièrement riche en protéines, sur les 20 acides aminés que contiennent les protéines dans la nature, 8 sont dits essentiels, c'est-à-dire que l'organisme n'est pas capable de les fabriquer. Il faut donc les trouver dans l'alimentation et éviter toute carence. Le soja présente la particularité de les contenir tous les 8. De plus, les protéines du soja présentent une valeur biologique supérieure aux autres protéines végétales ainsi elles sont caractérisées par leur grande digestibilité.

Des lipides de qualité :

Les graines de soja contiennent peu d'acides gras saturés (dont notre alimentation est souvent excédentaire et dont les effets négatifs sur la santé cardio-vasculaire sont reconnus) et apportent en revanche des acides gras insaturés et polyinsaturés, dont les acides gras oméga 3, que notre organisme ne sait pas fabriquer et dont notre alimentation est souvent déficiente.

Des isoflavones:

Ce sont des antioxydants faisant partie de la grande famille des polyphénols, naturellement présents dans les fruits et légumes. Les études suggèrent que les isoflavones du soja contribueraient au maintien du capital minéral osseux et auraient un effet positif sur le fonctionnement vasculaire.

II.2. Les tourteaux de soja définition et présentation :

II.2.a. Définition :

Les tourteaux sont les résidus solides obtenus après extraction de l'huile des graines ou des fruits oléagineux. Ce sont les sous-produits de la trituration, c'est-à-dire l'industrie de fabrication de l'huile.

L'huile est utilisée à 85-86% pour la consommation humaine. Elle est également utilisée dans l'industrie (savons, détergents, peintures, lubrifiants, cosmétiques, encre...).

Les tourteaux sont utilisés en alimentation animale et constituent la 2ème classe d'aliments la plus importante après les céréales. En effet, ils représentent la principale source de protéines en alimentation animale.



II.2.b. Obtention des tourteaux après extractions des huiles :

Par trituration, les graines sont transformées en huile de soja et en farine pour l'alimentation humaine ou en tourteaux pour l'alimentation animale. Plus de 130 millions de tonnes de soja par an sont triturées mondialement. Comme pour chaque procédé d'extraction d'huile à partir de graines oléagineuses, trois étapes principales sont essentielles dans la trituration des graines de soja : le broyage, la cuisson et la séparation. Il existe deux grands procédés pour extraire l'huile :

II.2.b.i. Par pression continue à chaud :

Un préchauffage des graines jusqu'à environ 90°C est réalisé. Les graines sont ensuite introduites dans une vis sans fin, souvent appelé Expeller. La température va alors s'élever jusqu'à 120°C. Le rendement est meilleur, les tourteaux ont un taux résiduel de matières grasses de l'ordre de 4 à 6%.

II.2.b. ii. Par extraction :

Les lipides sont extraits par solubilisation dans des solvants organiques (l'hexane). Les extracteurs, de type continu, sont constitués d'un long caisson dans lequel les graines broyées avancent sur un tapis roulant. L'extraction se fait par lavage par percolation à contre-courant du solvant chauffé à 50-60°C pendant 4 à 5 heures. Le miscella (mélange d'huile et de solvant) est distillé pour séparer : l'huile et l'hexane.

Les tourteaux sont désolvantisés par chauffage à 115-120°C sous aspiration puis par injection de vapeur dans un toaster. Les vapeurs du toaster sont condensées pour récupérer entraîné. Dans ce procédé, il y a donc également élévation de la température (cuisson) du tourteau. C'est le procédé qui possède le meilleur rendement, les tourteaux ont un taux résiduel de matière grasse de l'ordre de 0,5% à 2,5%. On parle alors de tourteaux déshuilés ou de tourteaux d'extraction.

II.3 .Le soja : Un aliment incontournable pour les animaux :

Grâce à sa richesse en protéines et en huile, la graine de soja constitue un bon compromis alimentaire pour fournir simultanément les acides aminés et l'énergie dont l'animal a besoin. L'extraction industrielle de l'huile laisse un produit appelé tourteau qui représente 80 % du poids des graines. Ce tourteau, qui est la principale forme utilisée par les animaux, contient jusqu'à 48% de protéines digestes et bien pourvues en lysine, ce qui en fait un produit incontournable pour les élevages intensifs.

Ces graines constituent une matière première de choix pour l'alimentation animale. Elle présente un certain nombre d'avantages, teneur élevée en protéines, en lysine, mais aussi des inconvénients : présence de facteurs antinutritionnels principalement : lectines, facteurs anti-trypsiques. A l'état cru,



le soja est très mal toléré. La cuisson permet d'inactiver en grande partie les lectines et les AT et de le rendre mieux utilisable.

II.3.a .Optimisation des qualités des protéines de soja par traitements technologiques :

Les graines de soja contiennent de nombreux facteurs antinutritionnels dont la plupart sont thermolabiles. Les graines mûres de soja sont impropres à la consommation animale. Elles ont une faible valeur nutritionnelle. Les produits à base de protéines de soja exigent un traitement thermique pour éliminer les inhibiteurs de protéases, les phytohémaglutines et autres composés antinutritionnels thermolabiles, ainsi que pour transformer les protéines brutes en des formes plus facilement digestibles.

Différents procédés industriels, basés sur l'échauffement de la graine broyée ou non, permettent d'abaisser la teneur de ces facteurs antinutritionnels. On distingue 2 principaux types de traitement du soja : cuisson simple ou toastage et extrusion :

➤ Toastage : Traitement thermique par chauffage direct et injection de vapeur d'eau entre 110-130°C pendant un temps assez long jusqu'à 30 mn.

➤ Extrusion : Traitement mécanique (compression et cisaillement à des pressions entre 30 et 80 bars) et thermique (130 à 150°C) pendant un temps très court pendant 10 à 30 secondes, obtenu par entraînement de la matière première par une ou plusieurs vis vers une filière. La chaleur peut être obtenue par friction et par chauffage du fourreau. Ce traitement, s'il est bien conduit, est supérieur au toastage : meilleure digestibilité.

D'autres traitements peuvent être utilisés tels que :

➤ La torréfaction : les graines non broyées sont chauffées durant quelques minutes à 160-180 °C par conduction dans un cylindre (cuisson sèche).

➤ Le floconnage : les graines sont cuites en milieu humide à moins de 100°C et pendant 10 à 20 minutes, puis elles sont aplaties à chaud et refroidies.

➤ La micronisation : les graines entières ou broyées passent sous une rampe à rayonnement infrarouge, chauffée au gaz ou à l'électricité (pendant 45-90 secondes, à 120-145 °C).

Bien que le traitement thermique des graines de soja soit nécessaire, un chauffage excessif provoquera une perte de qualité nutritionnelle, en réduisant le Coefficient d'Efficacité Protéique, et en diminuant les qualités fonctionnelles, notamment le profil de solubilité des protéines. Le traitement thermique du soja ne doit pas nécessairement viser la destruction complète des composés indésirables, mais l'inactivation des facteurs les plus thermorésistants, tout en maximisant la rétention de nutriments. Un compromis entre l'inactivation des facteurs antinutritionnels et la



conservation de la qualité nutritionnelle et des propriétés fonctionnelles des produits est toujours le plus important mais aussi les plus difficiles à obtenir.

II.3.b .Les substances anti-nutritionnelles préexistantes dans les graines de soja :

II.3.b. i. Définition de facteur antinutritionnel :

On appelle facteur antinutritionnel une protéine contenue dans un ingrédient alimentaire qui en diminue la digestibilité. Il peut s'agir par exemple des inhibiteurs de la trypsine, des lectines et des glucosinolates. Par exemple, à l'état brut, les graines de soja entières contiennent un inhibiteur de la trypsine, c'est-à-dire une substance qui diminue la digestibilité de la protéine. Il faut donc détruire cet inhibiteur en traitant thermiquement le soja pour éviter une baisse de la performance de l'animal.

II.3. b. ii. Les facteurs anti-nutritifs du soja :

La graine de soja contient des facteurs antinutritionnels dont les plus importants et les plus étudiés pour leur impact sur la physiologie sont:

❖ Facteurs anti-trypsiques

Les facteurs anti-trypsiques sont des protéines qui ont la propriété d'inhiber les protéases. Dans le tube digestif, elles forment des complexes très stables avec la trypsine et la chymotrypsine, ce qui inhibe l'action digestive de ces enzymes. Ces complexes riches en acides aminés soufrés, sont excrétés intacts, ce qui :

- augmente les pertes endogènes de protéines
- diminue fortement la digestibilité des protéines
- accentue la carence en acides aminés soufrés des légumineuses

La baisse de la concentration d'enzyme dans l'intestin grêle conduit, à une hypersécrétion de trypsine, ce qui provoque une hypertrophie du pancréas. Ces facteurs très sensibles à la chaleur, provoquent de forts retards de croissance et une diminution des performances zootechniques.

❖ Lectines ou phyto-hémagglutinines



Les lectines sont des glycoprotéines assez répandues dans le règne végétal. Elles sont caractérisées par leur affinité pour les sucres. C'est cette caractéristique qui est responsable de leur propriété d'agglutiner les hématies d'où leur nom de phyto-hémagglutinines.

Ces phyto-hémagglutinines ont la faculté de se fixer au niveau des cellules de la muqueuse intestinale et d'empêcher ainsi l'absorption des acides aminés, de la vitamine B12 et des polysaccharides. Elles sont thermolabiles et provoquent :

- des retards de croissance, des anémies ou des colites
- une inflammation des cellules épithéliales de l'intestin

❖ L'uréase

Cette enzyme contenue dans la graine de soja crue permet de transformer l'urée en gaz carbonique et en ammoniac. La consommation de soja cru en quantité importante dans des rations enrichies en urée pour les ruminants peut conduire à des intoxications ammoniacales, la flore microbienne ne pouvant assimiler la totalité de l'ammoniac produit.

II.3.c. Tests indicateurs de la qualité de cuisson :

Dans la plupart des aliments destinés à l'alimentation animale, le tourteau de soja constitue la principale source d'acides aminés alimentaires. Par conséquent il est primordial d'utiliser, un tourteau de très bonne qualité. Ces tourteaux doivent être traités par la chaleur afin de diminuer ou d'éliminer la présence de facteurs anti-nutritionnels. Ce processus de traitement par la chaleur est déterminant pour la qualité du produit. En effet un tourteau qui n'a pas été suffisamment chauffé comportera de grandes quantités de facteurs antinutritionnels. En revanche un tourteau soumis à une chaleur excessive peut voir sa teneur en acides aminés digestibles, plus spécifiquement en lysine, considérablement réduite. Il est donc essentiel d'utiliser des tourteaux chauffés de manières adéquates.

C'est pourquoi il est nécessaire de disposer de tests permettant de juger la qualité de la cuisson : optimale, sur-cuisson ou sous-cuisson. Les tests les plus couramment utilisés sont :

- L'indice de la solubilité des protéines dans le KOH 0.2%.
- La mesure de l'indice de dispersibilité des protéines.

La qualité des protéines de tourteau de soja est liée à la réduction des facteurs antinutritionnels, et l'optimisation de la digestibilité des protéines. L'analyse directe des deux spécifications est difficile dans les opérations de routine. Il est donc remplacé avec des tests indirects comme l'uréase, l'IDP et la solubilité des protéines dans la soude.

II.3.c. i. Indice de solubilité des protéines dans la soude :



Il a été suggéré que la solubilité dans le KOH d'une étoffe d'alimentation est bien corrélée à la digestibilité de protéines. La procédure implique l'agitation d'une prise d'essai dans une solution de KOH 0.2% pendant 20 min à température ambiante. Après cette agitation, l'échantillon est centrifugé et le surnageant est analysé pour la concentration en azote. La teneur en azote dans le surnageant est considérée comme indigeste pour l'animal et, par conséquent, la digestibilité ou la quantité de protéines digestibles peut être calculé comme la différence entre la protéine dans l'échantillon et la protéine dans le surnageant.

II.3.c.ii. Indice de dispersibilité des protéines ou IDP :

Un autre moyen d'évaluer l'adéquation du traitement des graines de soja est l'indice de dispersibilité des protéines. Cet indice a été utilisée dans l'industrie de l'alimentation depuis près d'un quart de siècle, mais a récemment attiré l'attention en tant que méthode pour distinguer la qualité du tourteau de soja pour l'alimentation animale, l'IDP permet de mesurer la quantité de protéines de tourteau dispersé dans l'eau après avoir mélangé la prise d'échantillon dans de l'eau dans un mélangeur à haute vitesse.

Tableau n°1: Les différentes spécifications concernant les tests pratiqués sur le soja

	Critères	
	% IDP	% sol. KOH
Soja cru	85	90 à 99
Soja insuffisamment cuit	30 à 70	Sup. à 85
Soja correctement cuit	15 à 30	75 à 85
Soja sur-cuit	inf. à 15	inf. à 70



Chapitre III :
Mise en place et optimisation de la méthode de détermination des
Indicateurs de cuisson du soja par la méthodologie des plans
d'expériences



I. Les indicateurs de contrôle de qualité de la cuisson des tourteaux du soja :

Parmi les méthodes d'analyse de la qualité de cuisson des tourteaux de soja :

- L'indice de dispersibilité des protéines ou IDP.
- La solubilité des protéines dans la solution de potasse à 0.2%.

Ces deux méthodes sont dans le guide AOCS officielle méthode, ou méthodes officielles et pratiques recommandées de l'AOCS (American Oil Chemists Society). Ces méthodes sont utilisées dans plusieurs laboratoires sur les six continents.

Ces méthodes officielles définissent: L'indice de dispersibilité des protéines ou IDP et la solubilité des protéines dans le KOH 0.2% comme méthode permettant de déterminer la protéine dispersibles dans les produits du soja dans les conditions de l'essai.

I.1.Solubilité des protéines dans le KOH 0.2% :

I.1.a. Champs d'application :

Méthode applicable aux graines de soja broyées, aux tourteaux et grits de soja dégraissés, ainsi qu'à la farine de soja.

I.1 .b. Appareillage :

- Un agitateur magnétique
- Une centrifugeuse tournant à 2700tr/min, garnie de tubes de 50 ml ou équivalent
- Une balance analytique
- Un équipement Kjeldahl standard

I.1. c. Réactifs :

- Solution d'hydroxyde de potassium KOH 0.2 %
- Les réactifs standards de la méthode Kjeldahl pour l'analyse des protéines

I.1.d. Mode opératoire :

- Placer environ 1,5 g d'échantillon dans un bécher de 250 ml, puis ajouter 75 ml de la solution d'hydroxyde de potassium KOH 0.2 %
- Agiter le mélange pendant 20 minutes à 75% de la vitesse maximale de l'agitateur magnétique avec un barreau de 3,6 cm de longueur



- Au bout de 20 minutes, environ 50 ml de liquide est recueilli dans des tubes de centrifugation. Puis centrifuger à 2700 tr/min pendant 10 minutes.
- Avec la pipette, prélever 15 ml du surnageant et le verser dans un matras de Kjeldahl et suivre la procédure de Kjeldahl afin de déterminer la quantité d'azote.

I.1.e. Expression de résultats :

La solubilité des protéines est calculée en pourcentage du total de l'échantillon original.

Le pourcentage de protéines soluble dans la potasse :

$$\text{La solubilité des protéines dans la potasse} = \frac{V \times N \times 0.014 \times 100 \times 6.25}{0.3}$$

Avec :

V : volume du titrage en ml de l'échantillon testé selon la méthode Kjeldahl.

N : la normalité de la solution du titrage dans la méthode Kjeldahl.

Le facteur 6.25 est utilisé pour convertir l'azote de Kjeldahl en protéines.

0,3 en gramme c'est la quantité du produit dans 15ml de KOH à 0,2 %

$$\begin{array}{lcl} 1,5g & \longrightarrow & 75ml \\ x & \longrightarrow & 15ml \end{array} \Rightarrow x = 0,3g$$

$$\text{L'indice de solubilité des protéines dans KOH à 0.2\%} = \frac{\% \text{ protéines solubles dans KOH} \times 100}{\% \text{ protéines totales}}$$

I.2. Indice de dispersibilité des protéines IDP :

I.2.a. Champs d'application :

La méthode est applicable aux graines de soja broyées, aux flocons entiers ou flocons non dégraissés moulus ou flocons obtenus par extraction, aux tourteaux et grits de soja dégraissés, ainsi qu'à la farine de soja.

I.2.b. Appareillage :

- Un malaxeur Hamilton Beach Drink master
- Un ensemble couteau dont les lames peuvent être fabriquées à partir de deux éléments d'acier inoxydables de 60 mm de long sur 12.5 à 9 mm de largeur au centre et 0.6 mm à la pointe. Les pointes d'une lame sont courbées à 90° vers le haut, les pointes de l'autre étant pliées à 30° vers le bas. Les deux lames sont positionnées perpendiculairement l'une à l'autre en formant une croix à angle droit 90°.



- Un bol malaxeur de capacité de 1 litre.
- Une centrifugeuse tournante à 2700tr/min, garnie de tubes de 50 ml ou équivalent.
- Une balance analytique.
- Une minuterie avec alarme.
- Un équipement Kjeldahl standard.

I.2.c. Réactifs :

- L'eau distillée et les réactifs standards de la méthode Kjeldahl pour l'analyse des protéines.

I.2.d. Mode opératoire :

- Peser 20 ± 0.1 g de l'échantillon

➤ Prendre le flacon mélangeur de 300 ml et le remplir d'eau distillée à $25 \pm 1^\circ\text{C}$, verser 50 ml de cette eau dans le bol malaxeur, puis transférer la quantité d'échantillon pesée dans le bol malaxeur. Bien mélanger avec une spatule de façon à obtenir une pâte, ajouter le reste de l'eau sur les parois du bol malaxeur, puis mettre le bol en position de malaxage.

- Malaxer l'échantillon pendant 10 min à 8500 tr/min.

➤ Retirer le bol du malaxeur et verser la barbotine dans un bécher de 600 ml. Après séparation de la barbotine, laisser décanter et prélever une partie de la couche supérieure à la pipette et la verser dans un tube de centrifugation de 50 ml, puis centrifuger à 2700 tr/min pendant 10 min.

➤ Avec la pipette, prélever 15 ml du liquide excédentaire et le verser dans un ballon de Kjeldahl afin de déterminer la quantité d'azote selon la méthode Kjeldahl.

I.2.e. Expression de résultats:

Le pourcentage de protéines en dispersion dans l'eau = $\frac{(V_a - V_b) \times N \times 0.014 \times 100 \times 6.25}{m/20}$

Avec :

V a : volume du titrage en ml de l'échantillon testé selon la méthode Kjeldahl.

V b : volume du titrage en ml du test en blanc réalisé selon la méthode Kjeldahl.

N : la normalité de la solution du titrage dans la méthode Kjeldahl.

m : la masse de la prise d'essai en g.

Le facteur 6.25 est utilisé pour convertir l'azote de Kjeldahl en protéines brutes.

L'indice de dispersibilité des protéines (IDP) = $\frac{\% \text{ protéines en dispersion dans l'eau} \times 100}{\% \text{ protéines totales}}$



I.2.f. validation des résultats:

✚ L'écart entre les résultats de deux analyses réalisées séparément dans un même laboratoire ne peut excéder 4.375.

✚ Accord entre laboratoire : l'écart entre les résultats de deux analyses réalisées séparément dans des laboratoires différents ne peut dépasser 9.664.

II. Optimisation de la méthode de détermination des indicateurs de cuisson des tourteaux de soja par la méthodologie des plans d'expériences.

II.1 travaux préliminaires :

Lors des analyses effectuées au laboratoire à la société ALF AL Maghreb, nous avons constaté un écart important, entre les résultats des analyses de la solubilité des protéines dans le KOH à 0,2%, de l'indice de dispersibilité des protéines et les résultats d'un laboratoire de références.

✚ Solubilité des protéines dans le KOH 0.2%

Nous avons effectué 6 essais et nous présentons dans le tableau ci-dessous la moyenne des résultats.

Tableau n°2 : Solubilité des protéines dans le KOH 0.2%

Solubilité des protéines dans le KOH 0.2% (laboratoire ALF AL Maghreb) en (%)	Solubilité des protéines dans le KOH 0.2% (laboratoire de référence) en (%)
30,82	79,2

Interprétation :

Les résultats que nous avons obtenus au laboratoire de la société ALF AL Maghreb montrent un écart à ceux du laboratoire de référence.

✚ Indice de dispersibilité des protéines IDP

Là encore nous avons effectué 6 essais et nous présentons dans le tableau ci-dessous la moyenne des résultats.

Tableau n°3 : Indice de dispersibilité des protéines (IDP)

L'IDP (laboratoire ALF AL Maghreb) en (%)	L'IDP (laboratoire de référence) en (%)
8,28	19,7



Interprétation :

De même les résultats d'Indice de dispersibilité des protéines trouvés au laboratoire de la société ALF AL Maghreb montrent un écart à ceux du laboratoire de référence.

Afin de remédier à cette problématique et chercher les réglages des paramètres de ces deux méthodes d'analyses pour minimiser l'écart entre les valeurs trouvées au laboratoire ALF AL Maghreb et celles du laboratoire de référence, nous avons choisi la méthodologie des plans d'expériences.

II.2. Objectif de l'étude :

Dans le cadre de la validation des méthodes d'analyses utilisées au laboratoire ALF AL Maghreb, il s'est avéré que les méthodes d'analyses de cuisson des tourteaux de soja nécessitent une optimisation.

En effet, ces méthodes utilisées jusqu'à présent donnent des résultats différents à ceux du laboratoire de référence.

Afin de remédier à ce problème, nous avons dans notre étude optée pour son optimisation. Cette dernière consiste à trouver les conditions opératoires qui garantissent des résultats fiables et comparables à ceux du laboratoire de référence.

A ce sujet, notre choix s'est porté sur l'utilisation de la méthodologie des plans d'expérience. Nous avons choisi de faire un criblage.

II.3. Résultats de l'étude de criblage :

II.3.a. Solubilité des protéines dans le KOH 0.2% :

II.3.a.i. Choix des facteurs et du domaine de variation :

En concertation avec le responsable du laboratoire de la société ALF AL Maghreb, nous avons choisi les facteurs susceptibles d'influencer l'écart entre les résultats trouvés par le laboratoire ALF AL Maghreb et celle du laboratoire de référence de la méthode d'analyse. Nous avons aussi déterminé les domaines de variation de chaque paramètre.

Nous regroupons dans le tableau ci-dessous les paramètres retenus ainsi que leurs domaines de variations.

Tableau n°4: Domaine expérimentale

	Facteurs	Nombre de Niveaux	Niveaux
U1	Vitesse d'agitation	2	70



			100
U2	Temps d'agitation	2	15
			25
U3	Durée de conservation des produits	2	1
			7
U4	Température	2	15
			25
U5	Volume NaOH	2	80
			114

II.3.a.ii. plan de criblage :

Le plan de criblage consiste à rechercher de façon grossière et très rapide quels sont les facteurs potentiellement influents et ceux qui le sont effectivement, dans un domaine expérimental fixé. Ainsi, le but recherché par le plan de criblage est d'estimer le <poids> de chacun des facteurs étudiés.

II.3.a.iii. Modèle mathématique :

Nous avons retenu cinq paramètres. Nous utilisons le plan de plackett et burman. Ce plan exige huit essais pour étudier cinq paramètres à deux niveaux. Le modèle mathématique postulé est un modèle de premier degré sans interactions :

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_4 * X_4 + b_5 * X_5$$

Y=% de S.P dans le KOH 0,2%

X1= Vitesse d'agitation

X2= Temps d'agitation

X3= Durée de conservation des produits

X4= Température

X5= Volume NaOH

II.3.a.iv. Matrice d'expérience :

La matrice d'expériences est représentée ci-dessous.

Tableau n°5 : matrice d'expériences

N°Exp	X1	X2	X3	X4	X5
-------	----	----	----	----	----



1	1	1	1	-1	1
2	-1	1	1	1	-1
3	-1	-1	1	1	1
4	1	-1	-1	1	1
5	-1	1	-1	-1	1
6	1	-1	1	-1	-1
7	1	1	-1	1	-1
8	-1	-1	-1	-1	-1

II.3.a.v. la réponse étudiée :

La réponse que nous allons étudier est le pourcentage de la Solubilité des protéines dans le KOH 0.2%.

II.3.a.vi. Plan d'expérimentation :

En remplaçant les variables centrées réduites par les variables réelles on obtient le plan d'expérimentation représenté dans le tableau ci-dessous :

Tableau n°6: plans d'expériences

N°Exp	Vitesse d'agitation	Temps d'agitation	Durée de conservation des produits	Température	Volume NaOH
unité	%	min	jours	°C	ml
1	100	25	7	15	114
2	70	25	7	25	80
3	70	15	7	25	114
4	100	15	1	25	114
5	70	25	1	15	114
6	100	15	7	15	80
7	100	25	1	25	80
8	70	15	1	15	80

II.3.a.vii. Matrice des résultats :

Après la réalisation des essais, nous avons obtenu les résultats dans le tableau ci-dessous :



Tableau n°7: Plan d'expérimentation avec résultats associés

N°Exp	Vitesse d'agitation	Temps d'agitation	Durée de conservation des produits	Température	Volume NaOH	Solubilité des protéines dans KOH
unité	%	min	jours	°C	ml	%
1	100	25	7	15	114	83,70
2	70	25	7	25	80	82,44
3	70	15	7	25	114	80,24
4	100	15	1	25	114	99,58
5	70	25	1	15	114	83,04
6	100	15	7	15	80	80,44
7	100	25	1	25	80	7,07
8	70	15	1	15	80	6,94

II.3.a.viii. Les résultats obtenus :

L'analyse des résultats mentionnés dans le graphe des effets (figure n°1) montre clairement que :

- La vitesse d'agitation, le temps d'agitation et la température ont des effets très faibles voire négligeables.
- La durée de conservation des produits et le volume de NaOH ont un grand effet positif.

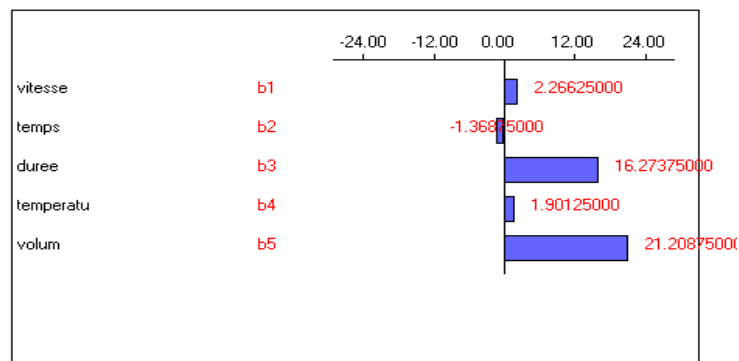
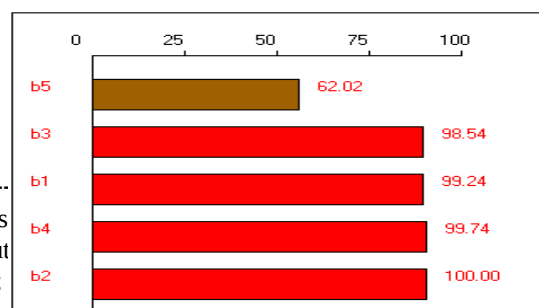


Figure n°1 : Graphe des effets moyens

L'analyse des graphes de Pareto individuel et cumulés montre que les facteurs les plus influents sur la réponse sont :

- Le volume de NaOH
- La durée des conservations des produits



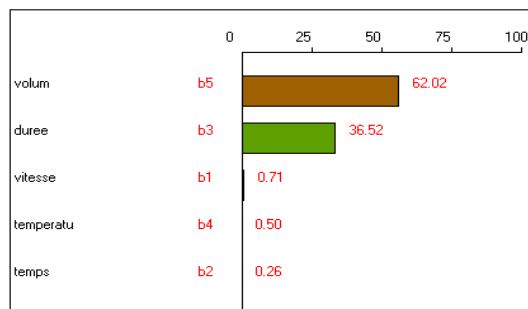


Figure n°2 : graphes de Pareto individuel et cumulé

Pour optimiser ce procédé d'analyse nous avons réglé le volume de NaOH et la durée de conservation des produits à leur niveaux haut (le volume de NaOH : 114ml, la durée de conservation des produits : 7jours). Nous avons fixé les autres paramètres aux niveaux bas. Cependant la température, n'ayant pas d'effet, le laboratoire de la société ALF AL Maghreb préfère de la régler à 25°C.

L'essai n°1 du tableau ci-dessous montre un léger écart à celui du laboratoire de référence. Ceci qui nous a poussés à diminuer le volume de NaOH à 95ml.

Les résultats trouvés (l'essai n°2) du tableau ci-dessous montrent que l'écart s'est nettement minimisé, et les résultats trouvés sont conforme à ceux du laboratoire de référence.

Tableau n°8: les expériences de vérification

N°Exp	Vitesse d'agitation	Temps d'agitation	Durée de conservation des produits.	Température	Volume de NaOH	Résultats Y
unité	%	min	jours	°C	ml	%
1	70	15	7	25	114	80.20
2	70	15	7	25	95	79,10

II.3.b. Analyse de l'indice de dispersibilité des protéines dans l'eau avec un malaxeur de type Hamilton Beach Drink master :

II.3.b.i. Choix des facteurs et du domaine de variation :

En concertation avec le responsable du laboratoire de la société ALF AL Maghreb, nous avons choisi les facteurs susceptibles d'influencer l'écart entre les résultats trouver par le laboratoire ALF AL Maghreb et celle du laboratoire de référence de la méthode d'analyse. Nous avons aussi déterminé les domaines de variation de chaque paramètre.



Nous regroupons dans le tableau ci-dessous les paramètres retenus ainsi que leurs domaines de variations.

Tableau n°9: Domaine expérimentale

	Facteurs	Nombres Niveaux	Niveaux
U1	Vitesse d'agitation	2	8500
			14000
U2	Temps d'agitation	2	5
			10
U3	Durée de conservation des produits	2	1
			7
U4	Température	2	20
			30
U5	Volume NaOH	2	80
			114

II.3.b.ii. plan de criblage :

Nous avons choisi un plan de criblage de plackett et burman

II.3.b.iii. Modèle mathématique :

Nous avons retenu cinq paramètres. Nous utilisons le plan de plackett et burman. Ce plan exige huit essais pour étudier cinq paramètres à deux niveaux. Le modèle mathématique postulé est un modèle de premier degré sans interactions :

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_4 * X_4 + b_5 * X_5$$

Y=%d'IDP

X1= Vitesse d'agitation

X2= Temps d'agitation

X3= Durée de conservation des produits

X4= Température

X5= Volume NaOH

II.3.b.iv. Matrice d'expérience :

La matrice d'expériences est représentée dans le tableau ci-dessous.

Tableau n°10 : matrice d'expériences

N°Exp	X1	X2	X3	X4	X5
-------	----	----	----	----	----



1	1	1	1	-1	1
2	-1	1	1	1	-1
3	-1	-1	1	1	1
4	1	-1	-1	1	1
5	-1	1	-1	-1	1
6	1	-1	1	-1	-1
7	1	1	-1	1	-1
8	-1	-1	-1	-1	-1

II.3.b.v. la réponse étudiée :

La réponse au quelle nous nous intéressons est le pourcentage de l'indice de dispersibilité des protéines dans l'eau

II.3.b.vi. Plan d'expérimentation :

En remplaçant les variables centrées réduites par les variables réelles on obtient le plan d'expérimentation représenté dans le tableau ci-dessous.

Tableau n°11: plan d'expériences

N°Exp	Vitesse d'agitation	Temps d'agitation	Durée de conservation des produits	Température	Volume NaOH
Unité	tours/min	min	jours	°C	ml
1	14000	10	7	20	114
2	8500	10	7	30	80
3	8500	5	7	30	114
4	14000	5	1	30	114
5	8500	10	1	20	114
6	14000	5	7	20	80
7	14000	10	1	30	80
8	8500	5	1	20	80

II.3.b.vii. Matrice des résultats :

Après la réalisation des essais, nous avons obtenu les résultats dans le tableau ci-dessous :



Tableau n°12: Plan d'expérimentation avec résultats associés

N°Exp	Vitesse d'agitation	Temps d'agitation	Durée de conservation des produits	Température	Volume NaOH	% d'IDP
Unité	tours/min	min	Jours	°C	ml	%
1	14000	10	7	20	114	11,29
2	8500	10	7	30	80	9,84
3	8500	5	7	30	114	8,74
4	14000	5	1	30	114	9,50
5	8500	10	1	20	114	8,50
6	14000	5	7	20	80	8,02
7	14000	10	1	30	80	12
8	8500	5	1	20	80	6,92

II.3.b.viii. Résultat obtenu :

L'analyse des résultats mentionnés dans le graphe des effets (figure n°3) montre clairement que :

- La vitesse d'agitation, le temps d'agitation et la température ont un grand effet positif.
- La durée de conservation des produits et le volume de NaOH ont des effets très faibles voir négligeable.

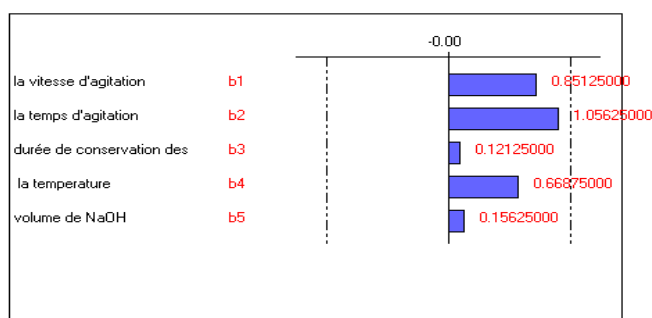


Figure n°3 : Graphe des effets moyens

L'analyse du graphe de Pareto individuel et cumulé montre que les facteurs les plus influents sur la réponse sont :

- Le temps d'agitation
- La vitesse d'agitation
- La température

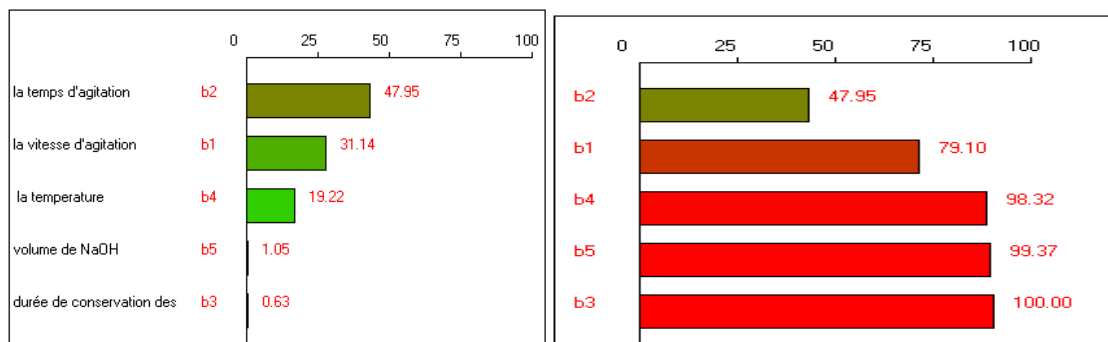


Figure n°4 : graphes de Pareto (individuel et cumulé)

Les résultats de ce plan d'expérience montrent que les deux paramètres qui influent à la limite de 80% (temps d'agitation, vitesse d'agitation) sont les causes principales de l'écart entre les résultats du laboratoire de la société ALF AL Maghreb et ceux du laboratoire de référence. Ces deux paramètres sont directement liés au malaxeur (haute et basse vitesse).

Nous avons constaté que nous ne sommes pas optimisés cette méthode par ce matériel. Nous avons proposé au responsable du laboratoire d'utiliser un autre malaxeur.

II.3.c. Analyse de l'indice de dispersibilité des protéines dans l'eau avec un malaxeur de type Waring Blender :

Nous avons choisi un autre malaxeur de type Waring Blender nous avons appliqué le même protocole expérimental pour l'indice de dispersibilité des protéines. Les résultats trouvés sont mentionnés dans le tableau ci-dessous :

Tableau n°13 : résultats des analyses de l'IDP

IDP % TS 44		IDP% (laboratoire de référence)
Agitation pendant 10 min		19,7
22000tr /min	18000tr /min	
50,29	39,58	

L'analyse des résultats montre clairement l'écart entre les résultats

ALF AL Maghreb et le laboratoire de référence. Ce qui nous a poussés à optimiser et mettre au point un nouveau réglage des paramètres de cette méthode. Notre choix s'est porté sur la méthodologie des plans d'expériences

résultats du tableau n°13 encore qu'il y ait un écart entre les résultats trouvés au laboratoire

II.3.c.i. Choix des facteurs et du domaine de variation :

Nous regroupons dans le tableau ci-dessous les paramètres retenus ainsi que leurs domaines de variations.



Tableau n°14: Domaine expérimentale

	Facteur	Nombre Niveaux	Niveaux
U1	Vitesse d'agitation	2	18000
			22000
U2	Temps d'agitation	2	3
			6.50
U3	Durée de conservation des produits	2	1
			7
U4	Température	2	20
			30
U5	Volume NaOH	2	80
			95

II.3.c.ii. Plan de criblage :

Nous avons choisi un plan de criblage de plackett et burman

II.3.c.iii. Modèle mathématique :

Nous avons postulé à priori un modèle de premier degré sans interactions.

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_4 * X_4 + b_5 * X_5$$

Y = %d'IDP

X1= Vitesse d'agitation

X2= Temps d'agitation

X3= Durée de conservation des produits

X4= Température

X5= Volume NaOH

II.3.c.iv. Matrice d'expérience :

Nous représentons dans le tableau ci-dessous la matrice d'expérience.

Tableau n°15 : matrice d'expériences

N°Exp	X1	X2	X3	X4	X5
1	1	1	1	-1	1
2	-1	1	1	1	-1
3	-1	-1	1	1	1



4	1	-1	-1	1	1
5	-1	1	-1	-1	1
6	1	-1	1	-1	-1
7	1	1	-1	1	-1
8	-1	-1	-1	-1	-1

II.3.c.v. La réponse étudiée :

La réponse que nous allons étudier est le pourcentage de l'indice de dispersibilité des protéines dans l'eau.

II.3.c.vi. Plan d'expérimentation :

En remplaçant les variables centrées réduites par les variables réelles on obtient le plan d'expérimentation représenté dans le tableau ci-dessous :

Tableau n°16: plan d'expériences

N°Exp	Vitesse d'agitation	Temps d'agitation	Durée de conservation des produits	Température	Volume NaOH
unité	tours/min	min	jours	°C	ml
1	22000	6.50	7	20	95
2	18000	6.50	7	30	80
3	18000	3	7	30	95
4	22000	3	1	30	95
5	18000	6.50	1	20	95
6	22000	3	7	20	80
7	22000	6.50	1	30	80
8	18000	3	1	20	80

II.3.c.vii. Matrice des résultats :

Après la réalisation des essais, on a obtenu les résultats suivants (tableau n°17) :

Tableau n°17 : Plan d'expérimentation avec résultats associés

N°Exp	Vitesse d'agitation	Temps d'agitation	Durée de conservation des produits	Température	Volume NaOH	% d'IDP
-------	---------------------	-------------------	------------------------------------	-------------	-------------	---------



unité	tours/min	min	jour	°C	ml	%
1	22000	6.50	7	20	95	42.66
2	18000	6.50	7	30	80	33.13
3	18000	3	7	30	95	22.81
4	22000	3	1	30	95	28.55
5	18000	6.50	1	20	95	30.47
6	22000	3	7	20	80	25.71
7	22000	6.50	1	30	80	44
8	18000	3	1	20	80	1.28

II.3.c.viii. Résultat obtenu

L'analyse des résultats mentionnés dans le graphe des effets (figure n°5) montre clairement que :

- le temps d'agitation, La vitesse d'agitation ont un grand effet positif.
- La durée de conservation des produits, la température et le volume de NaOH ont des effets très faibles voir négligeable

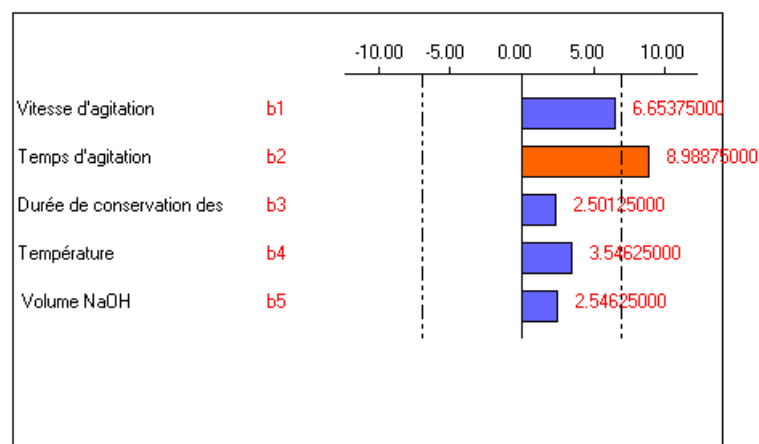


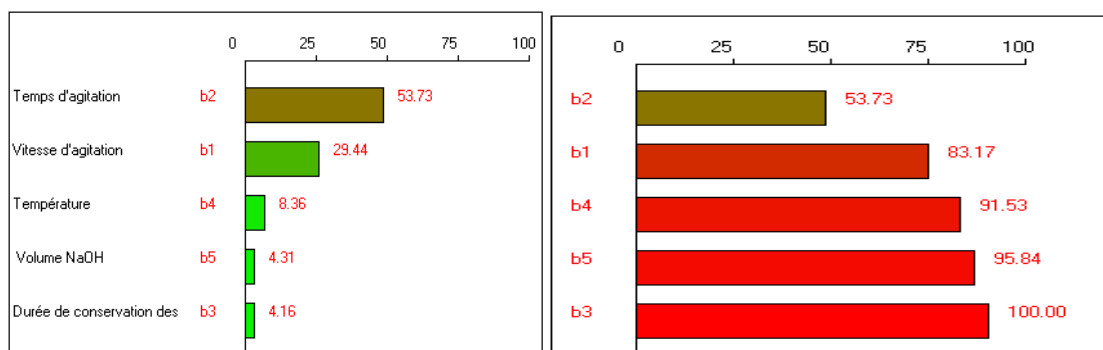
Figure n°5 : Graphe des effets moyens

Les résultats de l'analyse des graphes de Pareto individuel et cumulé montrent que seuls deux paramètres ont une influence :

- Le temps d'agitation
- La vitesse d'agitation



Ces deux paramètres influent sur les résultats à hauteur de 83%. D'après le graphe des effets ces deux paramètres augmentent la réponse, et donc augmentent l'écart entre les résultats des deux laboratoires.



Figure

n°6 : graphes de Pareto individuel et cumulé

Pour trouver le meilleur réglage il a fallu prendre ces deux paramètres à la leurs niveaux le plus faible et fixer les autres paramètres (qui influencent peu) au niveau qui arrange le laboratoire.

Ci-dessous nous regroupons les résultats des essais d'optimisation.

Tableau n°18: Essais d'optimisation

N°Exp	Vitesse d'agitation	Temps d'agitation	Durée de conservation des produits	Température	Volume NaOH	Résultats Y
unité	tours/min	min	jour	°C	ml	%
1	18000	3	7	30	95	21.50
2	18000	3	7	30	80	21.01
3	18000	2,5	7	30	95	19.80
4	18000	2,5	7	30	80	19.45

Les résultats d'optimisation mentionnés dans le tableau n°18 montrent :

Pour les essais 1et 2 ils étaient effectués selon les recommandations du plan de criblage en fixant les deux facteurs influents (le temps d'agitation, la vitesse d'agitation) au niveau le plus bas (3min, 18000tr /min). Les autres ils étaient régler au niveau qui arrange le laboratoire de la société ALF AL Maghreb.

Les résultats obtenus montrent une diminution notable de l'écart entre les résultats trouvés par le laboratoire ALF AL Maghreb et ceux du laboratoire de référence. Cependant il reste un léger écart qui sanctionne cette méthode.



Nous avons essayé d'agir sur le paramètre temps d'agitation en le diminuant. Afin de réduire l'écart. Les résultats mentionnés dans le même tableau (essai n°3 et 4) montrent que cette fois-ci l'écart est presque nulle. La méthode est maintenant conforme.

Conclusion générale

Dans le cadre du projet de fin d'études, réalisé à la société ALF AL Maghreb, nous avons travaillé sur le contrôle et l'optimisation des deux méthodes clés pour le contrôle de qualité du tourteau de soja.

- l'indice de dispersibilité des protéines L'IDP
- Indice de solubilité des protéines dans le KOH à 0,2%

En effet les méthodes utilisées jusqu'à présent à la société ALF AL Maghreb, donnent des résultats très différents de ceux trouvés par le laboratoire de référence.

Nous avons utilisé, pour ces deux méthodes, la méthodologie des plans d'expériences pour contrôler leurs paramètres. Les résultats des plans de criblage réalisés dans ce projet ont permis de minimiser l'écart entre les résultats trouvés dans les deux laboratoires.

Nous avons ainsi mis à disposition du laboratoire de la société ALF AL Maghreb deux méthodes alternatives pour le contrôle de la qualité du tourteau de soja.



Cependant, pour une utilisation réglementée il faut valider statistiquement ces deux méthodes.

Références bibliographiques

- Optimisation du chauffage et valeurs nutritionnelle et fonctionnelle des protéines de soja : Optimal heating and nutritional and functional value of soy proteins.

Auteur(s) / Author (s) : BAU H.-M. ; VILLAUME C. ; GIANNANGELI F.; NICOLAS J.-P ;
MEJEAN L.

- Revue / Journal : Cahiers de nutrition et de diététique ISSN 0007-9960 CODEN CNDQA
- APEAN : Association des Producteurs Européens d'Aliments Naturels à base de Soja.
- Syndicat national de l'industrie de la nutrition animale SNIA.
- Sciences des Aliments. An international journal of Food science and technology ARTICLE
VOL 21/2 - 2001 - pp.133-147

TITRE : Optimisation des qualités des protéines de soja

- Documents PDF du logiciel Nemrodw.
- Normes et qualité (document laboratoire).
- Modélisation par les plans d'expériences/ Jacques GOUPY/technique de l'ingénieur.
- L'encyclopédie des techniques de l'ingénieur.

