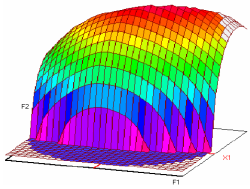
Année Universitaire : 2010-2011



Master Sciences et Techniques CAC Agiq
Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle de la qualité

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

Evaluation du rendement de la clarification de la mélasse

Présenté par:

El OUILANI SOUKAINA

Encadré par:

- Mr A. BENNANI Entreprise « LESAFFRE-MAROC »
- Mr Y. KANDRI RODI FST Fès

Soutenu Le 21 Juin 2011 devant le jury composé de:

- Mme O. SQALLI
- Mr A. LHASSANI
- Mr E. M. LAMCHARFI
- Mr A. BENNANI
- Mr Y. KANDRI RODI

Stage effectué à : LESAFFRE-MAROC

Remerciements

Je tiens à remercier tous ceux qui ont participés de près ou de loin dans le déroulement de mon stage ici à LESAFFRE-MAROC, aussi pour leurs soutiens continus qui m'a beaucoup aidé à enrichir mes connaissances sur le plan professionel.

Mes remerciements s'adressent également au corps administratif de m'avoir offert cette opportunité d'apprentissage et à M.BENNANI ***Responsable du service qualité pour son accueil, son aide, sa compréhension, ses conseils et son encouragement qui m'a aidé à s'initier à la vie active au sein de l'entreprise , je remercie aussi tous personnel du laboratoire nominativement M.BOUQADDIDA, M. EL HAJJAMI, M.MAZOUZ, M. BOUKHATEM et M. RACHID pour leur aide, soutien et le lien fraternel que nous eûmes partagé tout au long de ce stage.***

Tous mes respects et mes remerciements à M.KANDRI RODI qui m'a honoré de son encadrement de ce projet. Ainsi je suis très reconnaissante pour sa bienveillance et ses orientations

Je remercie également les membres de jury pour avoir accepter de porter jugement sur ce travail.

Ainsi que M^{r} E.M. EL HADRAMI responsable du Master CAC agiq, et tous mes professeurs à la faculté des Sciences et Techniques Fès.

Enfin, mes remerciements sont adressés à mes chers collègues pour l'agréable année universitaire qu'on a passé ensemble.

Dédicaces

Je dédis ce travail

A mes chers parents que tous mes mots, tous les mots, ne sauront décrire les nobles sacrifices consentis pour mon éducation et ma réussite. Je prie dieu de vous procurer santé, bonheur et longue vie.

A mes chers frères, adil et anass, en temoignage de fraternité, du respect et d'amour fraternel partagé.

A ma grand-mére et mon grand-père que j'aime très fort

A mes meilleures tantes leila et fatima et mes oncles hassan, brahim et mohammed

A mon oncle mohammed el ouilani et sa femme l'hajja zhour

A mes cousins ahmed, mehdi, khawla, abir, achraf, leila, younesse, moulay, nada et ismail

A tous mes amis

A toute ma promotion en CACagiq à la FST fès

A tous ceux qui me sont chers

SOMMAIRE

INTRODUCTION ---------- 6

1.PRESENTATION DE L'ENTREPRISE ---------- 7

a.Historique du groupe ---------- 7
b.Lesaffre-Maroc ---------- 7
c.Produits et marques de référence ---------- 8
d.Organigramme de l'entreprise ---------- 8
e.Présentation du service en charge du stage ---------- 8

1ERE PARTIE : LA LEVURE SACCHAROMYCES CEREVISIAE ET SA CHAINE DE PRODUCTION ---------- 10

I. LA LEVURE SACCHAROMYCES CEREVISIAE ---------- 11
1.PRINCIPALES CARACTERISTIQUES ---------- 11
2.COMPOSITION CHIMIQUE ---------- 11
3.METABOLISME ---------- 12
4.MODE DE REPRODUCTION ---------- 13
II.LA CHAINE DE PRODUCTION ---------- 13
1.PHASE LABORATOIRE ---------- 14
2.LA PREFERMENTATION ---------- 14
3.LA FERMENTATION ---------- 14
4.SEPARATION PAR CENTRIFUGATION ---------- 16
5.FILTRATION SOUS VIDE ---------- 16
6.CONDITIONNEMENT ---------- 17

2EME PARTIE : LA MELASSE, CIRCUIT GENERAL, CLARIFICATION ---------- 19

I.LA MELASSE ---------- 20
II.CIRCUIT DE LA MELASSE ET CLARIFICATION ---------- 23
1.LA CLARIFICATION ---------- 24

3EME PARTIE : MATERIELS ET METHODE D'EVALUATION DU RENDEMENT DE CLATIFICATION ET DISCUSSION ---------- 26

I. OBJECTIF DU TRAVAIL ---------- 27
II. MATERIELS ET METHODES ---------- 27

Méthodes ---------- ***27***

1ÈRE MÉTHODE ---------- 27
2ÈME MÉTHODE ---------- 34

3EME METHODE ---------- *37*

2.TEST D'HYPOTHESES : ---------- 43

CONCLUSION TECHNIQUE ---------- 48
CONCLUSION GENERALE ---------- 51
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ---------- 52
ANNEXES ---------- 53

INTRODUCTION

La qualité en production n'a d'exigence première que la maîtrise des facteurs de production. Pour ce faire une amélioration et évaluation continue de ces facteurs est recommandée afin de maintenir et d'augmenter la productivité, rechercher le gain maximal, conquérir de nouveaux parts de marché et d'assurer aux consommateurs un produit à la portée de leur bourse. Pas plus qu'en 2008 la hausse des prix et la non-maîtrise des facteurs de production ont fait baisser la production des entreprises agroalimentaires de 2,1% en moyenne annuelle par rapport à celle de 2007 [1].Face à ces défis incontournables pour les industries agroalimentaires(IAA) auxquels s'ajoutent les exigences de sécurité des aliments et environnementales, les industries levurières doivent pouvoir s'adapter. Car, aujourd'hui la levure boulangère peut, à juste titre, être considérée comme un des plus anciens produits issus de la fermentation industrielle. Encore est-elle un des plus importants produits de la biotechnologie en termes de quantité (plus de 2,5 millions de tonnes annuelles) et par sa fonction (les qualités des pains levés à la levure sont reconnues à travers le monde, dépassant les frontières nationales et culturelles) [2].

Toutefois cette importance ne saurait éclipser celle de la clarification de mélasse, principale source de carbone de la levure et étape déterminante lors de sa production industrielle, de surcroît du maintien d'une bonne productivité. Fort de cette importance et dans ce contexte assez ambivalent, le sujet : « EVALUATION DU RENDEMENT DE LA CLARIFICATION DE MELASSE » m'a été proposé. Ceci dans le but de :

- évaluer la répétabilité du mode opératoire de mesure du rendement afin de prendre une décision sur l'aptitude de ce système de mesure à assurer sa fonction d'évaluation au regard des exigences expérimentales.
- déterminer la quantité de boues (colloïdes toxiques à la multiplication de la levure) contenue dans la mélasse à l'entrée et à la sortie du clarificateur de mélasse.
- confirmer ou infirmer si le rendement du clarificateur est inférieur à 50%.
- envisager des solutions dans le cas affirmatif en vue de réduire l'effet de l'inhibition du substrat et au final améliorer la récolte des fermenteurs.

Cependant le bon sens exige de présenter avant tout développement, le lieu de travail, en d'autres termes l'entreprise. Après s'être imprégné de son domaine d'activité et son organisation nous aurons des connaissances sur la levure et le descriptif de sa chaine de production. Armés de ces convictions, il sera plus facile de prendre connaissance de l'objectif de notre étude, de son contexte et sa problématique, la méthodologie de travail et du matériel utilisé, des résultats et discussions afin d'en ressortir une conclusion.

1. Présentation de l'entreprise

Le groupe agroalimentaire Lesaffre est le leader mondial dans le domaine de la levure de panification. Fort de ses connaissances approfondies de la levure et de ses compétences pointues en biotechnologies, Lesaffre intervient également dans les domaines de la nutrition santé humaine et animale. Symbole de proximité et de fidélité, l'hirondelle est l'emblème fédérateur du groupe Lesaffre à travers le monde.

a. Historique du groupe

L'histoire raconte qu'en **1853** deux frères Louis Lesaffre-Roussel et Louis Bonduelle-Dalle créent une distillerie d'alcool de grains et de genièvre à Marquette-lez-Lille. Un premier moulin est acquis en **1863** à Marcq-en-Barœul. Mais l'industrie de la levure démarre réellement en Autriche en **1867** avec le procédé **Mautner**. Ce procédé empirique consistait à préparer un moût de grains, de telle sorte que le dégagement gazeux entraînait la levure à la surface où elle était recueillie. Lorsqu'en **1871** le baron autrichien Max de Springer, propriétaire à Maisons-Alfort près de Paris d'une très belle distillerie, rapporte de chez Mautner [2], à Vienne, l'idée d'extraire la levure des moûts de fermentation des grains et de la vendre aux boulangers ; Lesaffre & Bonduelle décident à leur tour en **1873** de développer la fabrication de levure fraîche à Marcq-en-Barœul, à la place de l'ancien moulin. Mais contre toute attente en **1901** Les familles Lesaffre et Bonduelle décident de poursuivre séparément leurs activités. L'entreprise est partagée en 3 branches : Lesaffre & Cie (alcool et levure) et Lesaffre Frères (sucrerie et distillerie).Bonduelle est aujourd'hui un acteur reconnu sur le marché du légume. Mais en **1910** L'usine de Marcq-en-Barœul subit un grand incendie qui la détruit totalement, elle est reconstruite.**1923** avec la crise de l'alcool de grains, l'Etat français décide brutalement d'abaisser le prix, rendant sa production économiquement impossible. Une nouvelle matière première pour la levure sera trouvée, la mélasse, moyennant quelques aménagements techniques. De **1939-1945** Lors de la seconde guerre mondiale, Lesaffre met au point des produits à base de levure destinés à atténuer la pénurie alimentaire : production de la première levure sèche active. L'envolée vers l'international aura lieu entre 1963 et 2000 dont une implantation au Maroc.

b.Lesaffre-Maroc

En **1993**, la société SODERS (créée en 1975) a été majoritairement détenue par le groupe Français LESAFRRE, renommée « LESAFFRE-Maroc ». Elle représente la première entreprise privatisée du Maroc bénéficiant de l'expertise du leader mondial dans la fabrication de la levure de panification.

Son siège est situé au quartier industriel SIDI BRAHIM Fès. Elle produit environ 30.000 tonnes de levures par an avec un effectif de 200 personnes et un capital de 30.800.000 DH, elle est subdivisée en un site de production à Fès et un BANKING CENTER à Casablanca.

Ce dernier site constitue une vitrine des produits **lesaffre** où les boulangers peuvent suivre des formations et des démonstrations applicables à leur métier.

c. Produits et marques de référence

LESAFFRE-MAROC est spécialisée dans la fabrication de levure fraîche "levure pressée" conditionnée en pain de 500g et dans la production de levure sèche conditionnée en sachet de 50g, 125g et 500g. Ce dernier type se subdivise en deux produits:

- La **SPI**: levure sèche instantanée.
- La **SPH**: levure sèche à réhydrater.

Il fabrique et commercialise la levure fraîche sous la marque **Jaouda**, **Rafiaa** et **Nevada** pour la sèche**.**

Les améliorants de panification sont quant à eux commercialisés sous les marques **Ibis bleu** et **Magimix**. Tout ceci est produit, conditionné, stocké, contrôlé et distribué par une organisation d'entreprise bien ficelée.

d. Organigramme de l'entreprise

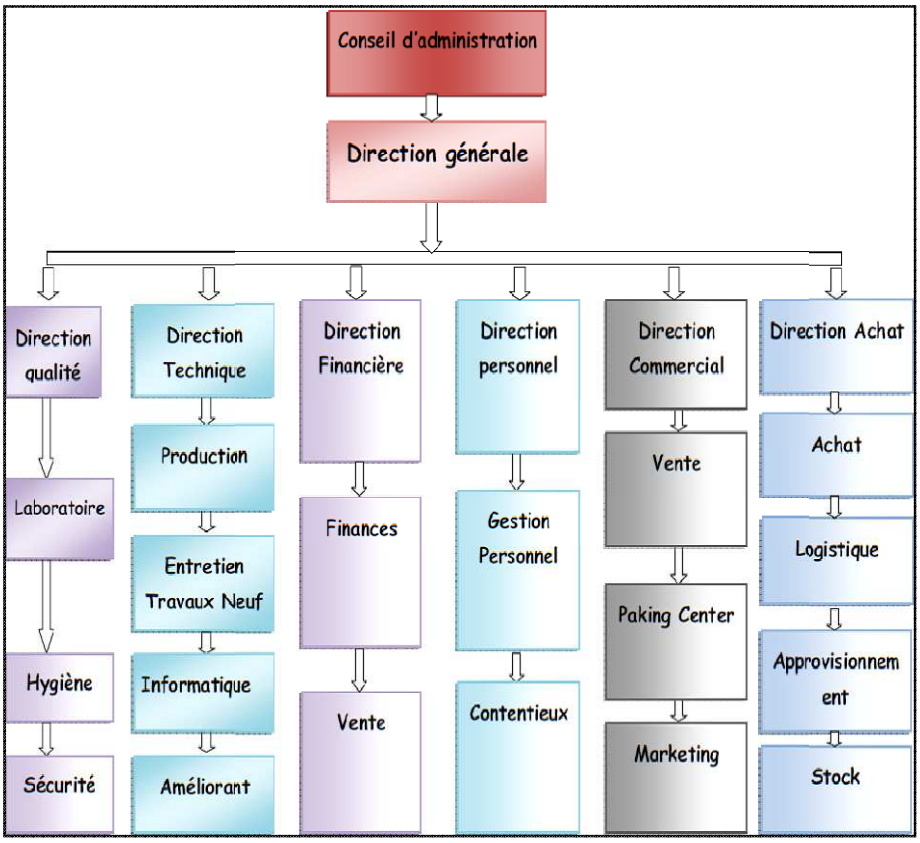


Figure.1 organigramme de l'entreprise Lesaffre-Maroc

e.Présentation du service en charge du stage

Le service qualité est l'un des départements les plus importants de la chaîne de production. Il se charge du suivi du bon déroulement de la politique « Qualité » de l'entreprise, de faire respecter les normes que doivent suivre les produits fabriqués.

Le principal moyen d'action du service Qualité est son laboratoire avec des équipements modernes qui permettent d'effectuer les analyses requises pour les produits et aussi l'analyse de l'eau. Le laboratoire est comme le « Gendarme » de toute la chaîne de production jusqu'au conditionnement car à chaque étape ou sous-étape de la production, des analyses sont effectuées pour s'assurer de la conformité des produits obtenus. Le contrôle qualité régulier concerne trois points principaux :

- ***Aspects et caractères organoleptiques :***

  La levure est de teinte claire, blanc crème ou ivoire, celle-ci est évaluée à l'aide d'un réflectomètre. Elle doit présenter une odeur *sui generis* (due au glutathion et à la vitamine B1) [2] sans odeur étrangère. Pour la levure pressée en pains, la consistance et la friabilité sont contrôlées manuellement. Pour les levures sèches, on surveillera la taille et la forme des particules.

- ***Composition biochimique :***

Le contrôle porte sur le taux de matières sèches par pesée et séchage à l'étuve, d'azote par la méthode de Kjeldhal [3] pour évaluer la teneur en protéines de la crème (voir la 1ère partie) au produit fini et du phosphore par spectrométrie

- ***Activité fermentaire***

L'aptitude à fermenter la pâte à pain est vérifiée sur chaque lot. Différentes méthodes sont utilisées permettant de mesurer la vitesse du dégagement de gaz carbonique sur des pâtons à base de farine de blé auxquels sont ajoutés les principaux ingrédients rencontrés dans les formules de panification : chlorure de sodium, sucres, sels d'acides faibles. Les plus répandues utilisent le ***fermentomètre de Burrows et Harrison,*** qui permet douze mesures simultanées sur des pâtons à base de 20 g de farine, le ***Risographe*** matériel proche du fermentomètre qui permet l'enregistrement des volumes gazeux en fonction du temps sur douze réacteurs contenant 100 g de pâte, le ***fermentographe SJA***, le **rhéofermentomètre *de Chopin*** [2]. Ces deux derniers appareils, qui permettent de travailler sur des pâtons de 250 à 400 g, sont plus proches de la panification mais plus lourds à mettre en œuvre en routine.

- ***Bonne aptitude à la conservation***

Cela concerne le maintien de l'aspect et surtout du pouvoir fermentatif après un test de vieillissement accéléré à 21 ou 26 °C pour les levures pressées, à 35 ou 43 °C pour les levures sèches, dépendamment de la chaîne de production.

1ère partie :
LA LEVURE SACCHAROMYCES CEREVISIAE ET SA CHAINE DE PRODUCTION

I. La levure Saccharomyces Cerevisiae

1. Principales caractéristiques

La levure de boulangerie est un champignon unicellulaire, de la classe des Ascomycètes (présence de sacs renferment des spores), du genre Saccharomyces (le nom réfère à son affinité pour le sucre) et de l'espèce Cerevisiae (le nom évoquant celui de cervoise, jadis donné à la bière) [4] ; le nom Saccharomyces Cerevisiae a été donné à la levure de bière en 1838 par Meyer [2]. Au microscope optique, elle a une forme ovoïde, de 4 à 10 µm de diamètre. Un gramme de levure pressée contient 8 à 10 milliards de cellules. Sur une coupe observée en microscope électronique, on distingue comme le montre la figure ci-dessous :

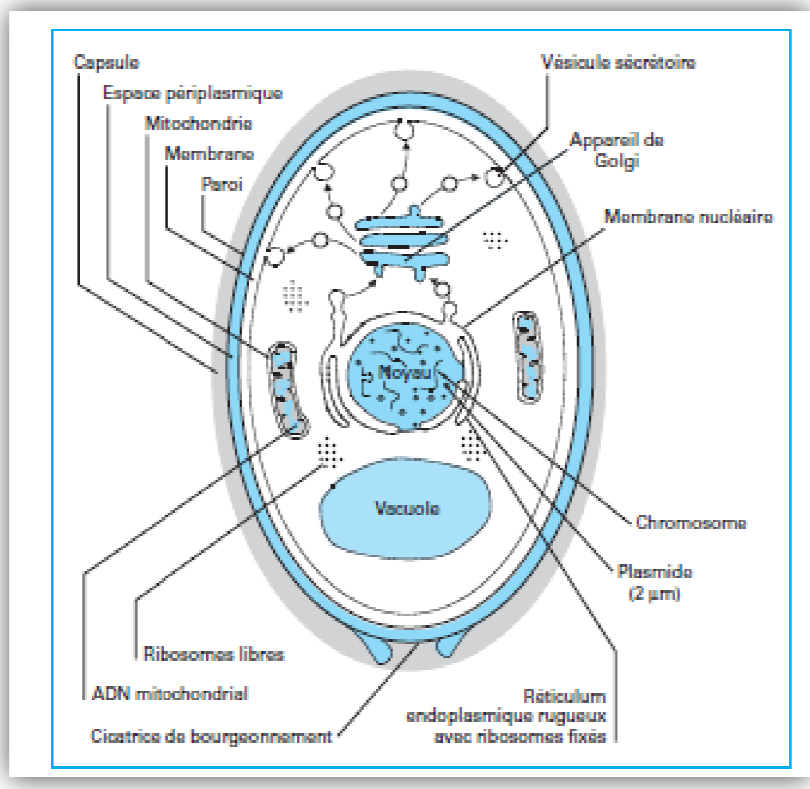


Figure 2.Schéma d'une cellule de levure de boulangerie Saccharomyces Cerevisiae

Elle est la plus utilisée en industrie et en boulangerie mais il en existe pour des applications boulangères précises.

2. Composition chimique

La composition de la levure dépend de ses caractéristiques et de ses conditions de conservation (Annexes2.). Les protéines, avec une forte proportion d'enzymes, sont l'image d'une activité métabolique potentiellement importante et d'un pouvoir fermentatif élevé. La paroi cellulaire, d'une épaisseur de 70 +/- 10 nm, représente 15 à 18 % des matières sèches cellulaires.

Les glucides sont principalement des glycanes et des mannanes constitutifs de la paroi, du glycogène (macromolécule de réserve utilisée en cas de longue carence en éléments nutritifs) et du tréhalose (disaccharide mobilisé préférentiellement en cas de carence courte). Les lipides tels que les lipoprotéines et les phospholipides qui constituent la membrane cytoplasmique sont d'une importance capitale dans le maintien de ses propriétés au cours des différents procédés de séchage pour les levures sèches actives. Le phosphore, un des nombreux minéraux, est impliqué dans la constitution des acides nucléiques, des membranes et des molécules à fort potentiel énergétique. [4]

3. Métabolisme

La levure de boulangerie appartient à un groupe relativement mineur de levures : les levures aérobies facultatives et fermentaires, capables d'utiliser le glucose en présence ou en absence d'oxygène et de fermenter le glucose même en présence d'air. La levure tire son énergie du sucre. Mais cette levure peut utiliser d'autres éléments constitués d'atomes de carbone comme l'amidon, le maltose, le saccharose, etc. Lors de l'oxydation du glucose, deux cas de figure peuvent apparaître selon que l'on est en présence ou en absence d'oxygène. Les quantités d'énergie libérées sont alors différentes.

En **anaérobiose**, le sucre est fermenté. L'oxydation du glucose est incomplète :

Glucose → CO_2 + éthanol + énergie (56 kcal soit 234 kJ)

Cette voie métabolique, appelée glycolyse, fait intervenir pas moins de 12 enzymes, qui constituent de 30 à 65 % des protéines cytosoliques selon les cas. On estime que 95 % du glucose est transformé en CO_2 + alcool et que 5 % aboutit à des produits de fermentations secondaires : glycérol, acides organiques, aldéhydes, esters, alcools supérieurs, etc. L'ensemble de ces réactions est la base de la fermentation panaire : le gaz carbonique provoque la levée de la pâte tandis que les métabolites secondaires contribuent à la création du goût et de l'arôme du pain.

En **aérobiose**, l'oxydation du glucose est complète : Glucose →□CO_2 + eau + énergie (688 kcal soit 2 880 kJ) Comme en anaérobie, le glucose suit la voie de la glycolyse jusqu'au pyruvate ; mais, en présence d'oxygène, celui-ci ne sera pas transformé en éthanol mais en acétyl-CoA qui permettra l'entrée dans le cycle de Krebs qui favorisant la synthèse de composés riches en énergie, précurseurs de lipides et de protéines. En raison de son meilleur rendement énergétique, la voie respiratoire est utilisée préférentiellement par la levure. Cependant, si la concentration en sucre du milieu augmente (> 100 mg/L), il y a inhibition de la respiration par la fermentation et production d'alcool malgré la disponibilité d'oxygène. C'est ***l'effet Crabtree***, appelé aussi effet glucose ou répression catabolique ou, dans certains documents anciens, « ***contre-effet Pasteur*** » : le glucose réprime l'expression de gènes codant pour des enzymes impliquées dans son propre métabolisme ou dans celui d'autres sources de carbone. Dans la levure, ce sont principalement les enzymes du cycle de Krebs qui sont soumises à la répression catabolique.

Ce phénomène de **répression catabolique** revêt une grande importance dans la production industrielle de levure et justifie le procédé d'alimentation continue, appelé procédé « fedbatch »

4. Mode de reproduction

Elle a deux modes : par bourgeonnement et une reproduction sexuée lorsqu'il y a carence en nutriments et en présence d'acétate. (Figure 3.)

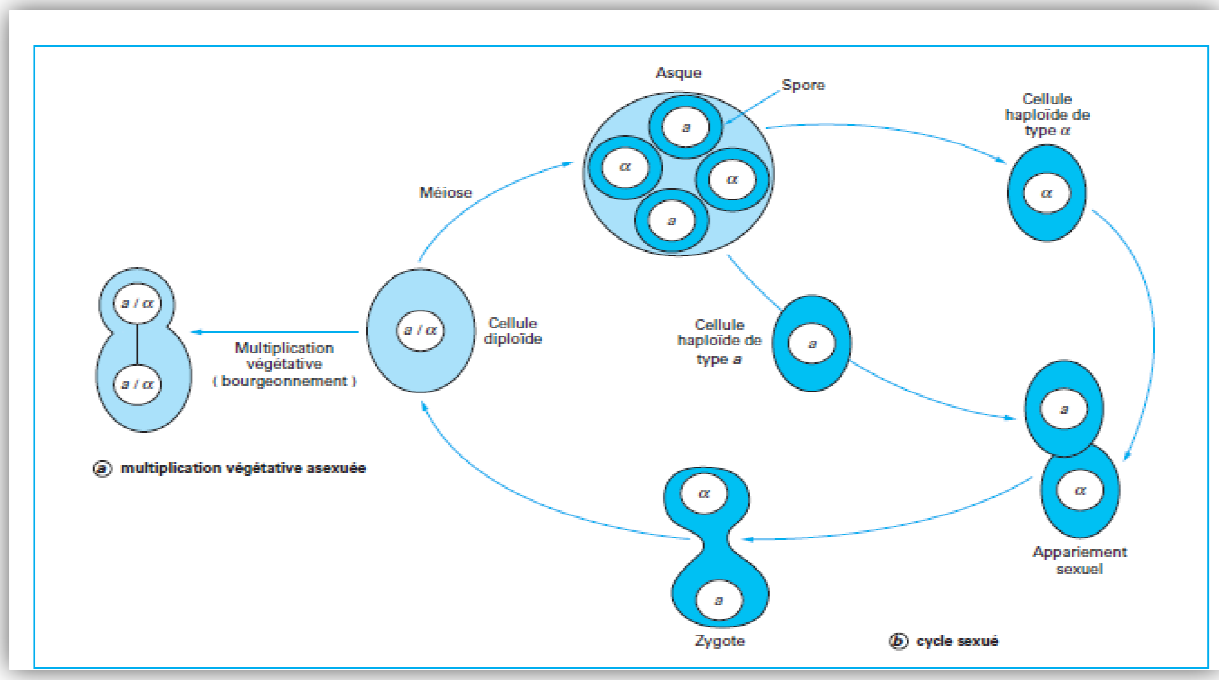


Figure 3. Les Modes de reproduction d'une levure

Chez *Saccharomyces Cerevisiae*, de nombreuses recombinaisons géniques ont lieu lors de la méiose d'où une grande diversité génétique des haploïdes et la possibilité d'établir des programmes de croisements entre haploïdes issus de souches ayant des propriétés différentes. Bien que les protocoles utilisés dans les laboratoires universitaires ne puissent être transposés aux souches industrielles, en raison de la faible fréquence d'obtention de spores viables et de l'impossibilité d'utiliser des tests simples pour la sélection, c'est ainsi pourtant que nombre de souches de levure de boulangerie utilisées actuellement en industries ont été construites.

Ces différentes souches s'adaptent donc à différentes chaînes de production dont celle de Lesaffre-Maroc.

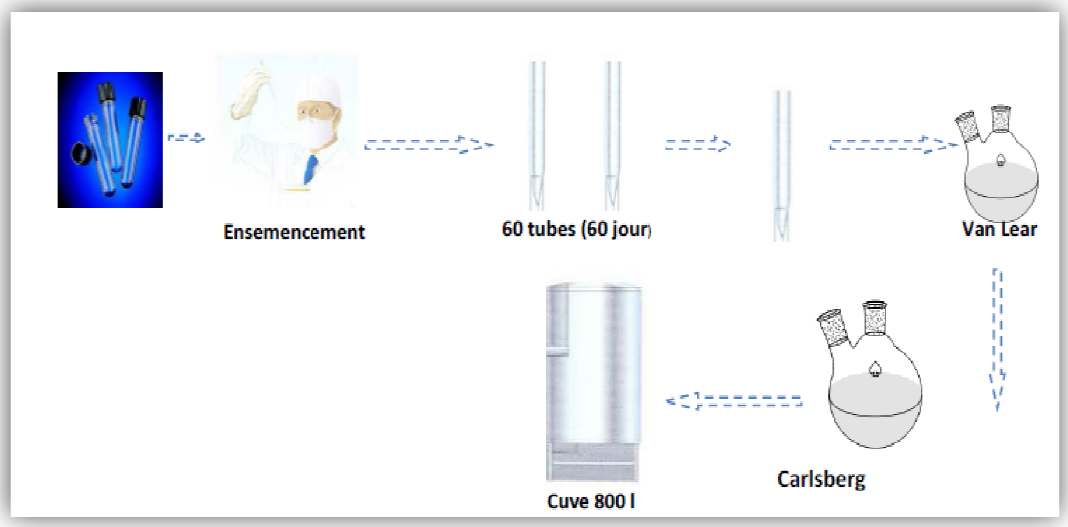
II. La chaîne de production (Annexe 1)

L'objectif des fabricants de levures est de produire un nombre important de levures capable de garder leur aptitude à fermenter pendant 4 semaines au minimum dans des conditions de stockage de 4°C.les matières premières apportées sont celles suscitées (voir tableau2. Besoins nutritifs). Les levures se multiplient par bourgeonnement, en fermentation aérobie avec un temps de dédoublement de 1H 30min dans des conditions de suralimentation avec production d'alcool. Les étapes de fabrication sont :

- Phase laboratoire
- Phase de préfermentation
- Phase de fermentation

- Phase de séparation par centrifugation
- Phase de filtration sous vide
- Phase de conditionnement

1. Phase laboratoire



Ces étapes dans des conditions stériles sont appelées cultures pures [4]. Deux souches sont réceptionnées chaque mois par lesaffre-Maroc, une pour la levure fraîche et l'autre pour la sèche dans des tubes conservés à 4 °C. Ces derniers sont régénérés dans 4 tubes (deux pour chacune) dans un milieu gélosé contenant du saccharose et incubé à 30 °C pendant 48 H puis conservés à 4 °C. De là des prises sont faites pour être cultivées dans des petits cônes de 250 ml (Van Lear) en milieu liquide et incubés à 30 °C pendant 12 à 18 H. Puis on les fait passer dans de grand cône(Carlsberg) et dans des cuves de 800 L dans des conditions semi-aérobie.

Figure.4 : étapes de cultures pures avant préfermentation

2. La préfermentation

Une récolte de 500 g environ (exprimée en levure à 30 % de matières sèches) sera suffisante pour ensemencer un premier fermenteur industriel de 8 à 10 m^3 dit préfermenteur. Conduite en batch, pH (4 - 6) avec une faible aération, la mélasse sert de substrat. Il faut une vingtaine d'heures pour obtenir environ 200 kg de levure (soit un taux d'enrichissement de 400 fois) qui serviront à l'ensemencement de la cuve de première génération industrielle(G1).

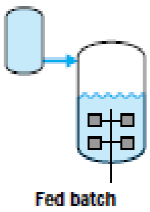
3. La fermentation

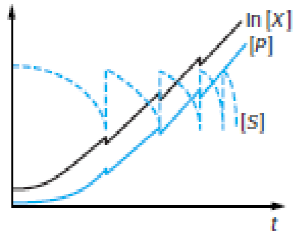
Bien que le terme fermentation soit un abus de langage, car il concerne la respiration anaérobie selon Pasteur, il est, par extension, utilisé par le monde industriel pour désigner l'opération unitaire qui va permettre de réaliser les cultures cellulaires et d'effectuer les réactions de bioconversion, qu'elles soient aérobies ou anaérobies. [5]

Dans le cadre de Lesaffre-Maroc elle se fait en Fed batch (culture en alimentation programmée) avec un apport progressif du substrat pour tenir compte de « l'effet Crabtree ».

Comme on peut le voir dans le tableau 1. Le débit d'alimentation augmente de façon exponentielle en fonction du temps, ce qui explique l'augmentation exponentielle du nombre de microorganismes.

Tableau.1: culture en Fed batch [6]





$$F = \frac{\mu [X] V e^{\mu t}}{([S_e] - [S]) Y}$$

$$\mu = \mu_m \frac{[S]}{K_S + [S]} \times \frac{K_{IS}}{K_{IS} + [S]}$$

μ	vitesse spécifique de croissance (h^{-1})
μ_m	vitesse spécifique de croissance maximale (h^{-1})
$[S]$	concentration en substrat ($g \cdot L^{-1}$)
K_S	constante d'inhibition par insuffisance de substrat ($g \cdot L^{-1}$)
K_{IP}	constante d'inhibition par le produit ($g \cdot L^{-1}$)
$[P]$	concentration en produit ($g \cdot L^{-1}$)
$[X]$	concentration en biomasse ($g \cdot L^{-1}$)
V	volume de milieu (L)
K_{IS}	constante d'inhibition par le substrat ($g \cdot L^{-1}$)
D	taux de dilution (h^{-1})
$[\mathring{S}]$	concentration en substrat à l'équilibre ($g \cdot L^{-1}$)
$[\mathring{X}]$	concentration en biomasse à l'équilibre ($g \cdot L^{-1}$)
S_e	concentration en substrat à l'entrée ($g \cdot L^{-1}$)
Y	rendement en biomasse par rapport au substrat ($g \cdot g^{-1}$)
ω	taux de recyclage
F	débit d'entrée ($L \cdot h^{-1}$)
F_c	débit de sortie de substrat utilisé et débarrassé des micro-organismes ($L \cdot h^{-1}$)
SEP	séparateur. Le milieu est séparé en biomasse concentrée et débarrassé des micro-organismes. Ce dernier sort avec le débit F_c.

L'équation du taux de croissance μ dans le tableau.1 relève la constante K_{IS} d'inhibition par le substrat. Cette constante va dépendre du pourcentage de toxiques contenus essentiellement dans la mélasse donc dans les boues de clarification. Par conséquent un bon rendement de clarification permettra de diminuer la constante partant augmenter le taux de croissance : d'où notre souci d'évaluer ce rendement au cours de notre étude subséquente. D'autres paramètres à suivre sont la température (32 - 34°C), le pH (4,5 - 5), l'anti mousse et le volume d'air soufflé (1,5 fois celui du liquide).

La première génération de levures (G1) obtenue après fermentation est séparée du moût (milieu de culture) pour obtenir la crème (biomasse+eau). Cette dernière appelée levures mères est stockée à 4°C en vue d'un nouvel ensemencement pour la production des levures commerciales (G2).

4. Séparation par centrifugation

La séparation se fait dans deux étapes de la fermentation, après l'obtention de la levure mère et la levure commerciale : le mout obtenu à la sortie des fermenteurs contient les cellules de levures et une solution liquide qui présentent les restes du milieu nutritif. Pour éliminer ces déchets on utilise un séparateur qui a comme principe la centrifugation, on obtient un liquide dense (crème) et un liquide léger (le mout déluveré). La crème obtenue a une faible teneur en matières sèches (18 à 20 %) d'où la nécessité d'aspirer son eau sur filtre (30 à 33 % de matières sèches).

5. Filtration sous vide

La filtration de la crème se fait sur tambour rotatif sous vide illustré par la figure suivante.

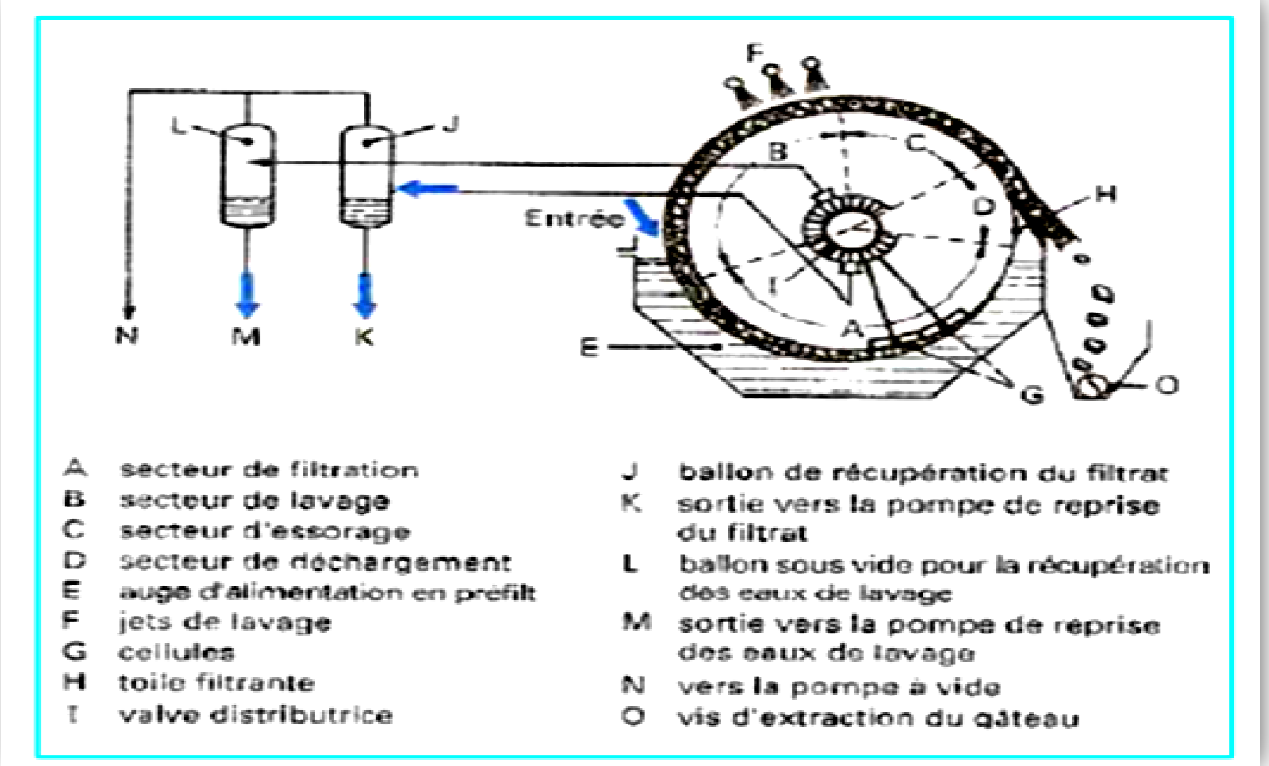


Figure 5.Filtre sous vide à tambour rotatif et à cellules Périphériques

- **Principe de fonctionnement**

Le tambour est un cylindre horizontal (80 cm de diamètre) perforé servant de support. Il est revêtu d'une précouche d'amidon (toile filtrante) qui ne laisse passer que l'eau sans la suspension solide. Pendant la rotation lente du tambour (3 tr/min) les cellules sont immergées à tour de rôle dans l'auge contenant la crème et le NaCl. Sous l'action du vide, l'eau traverse la précouche et la levure se dépose sur celle-ci sous forme de gâteau (Secteur de filtration). Un lavage est fait sur le gâteau obtenu par un liquide approprié toujours sous vide (secteur de lavage) afin d'éliminer le NaCl puis un essorage entrainant une grande partie de l'eau. Une fois devant le couteau racleur, le vide cesse, l'air comprimé est envoyé à contre-courant par la valve de distribution facilitant le décrochage du gâteau. [6]

Après raclage, le gâteau est malaxé, boudiné et extrudé à travers des filières téflonées de sections carrées, puis divisé en pains pour la levure fraîche ou séché sur lit fluidisé pour la levure sèche.

6. Conditionnement

La levure fraîche est vendue sous forme de blocs de pains de 500 g emballée de cellophane assurant sa bonne conservation.

La levure sèche active à réhydrater sous forme de granules ou sphérules et emballée sous air dans des sachets de 5 à 11 g.

La levure sèche instantanée emballée sous vide ou gaz neutre dans des sachets de 10 à 125 g pour la consommation domestique.

Ces différentes présentations du produit dépendent qualitativement des diverses souches donc de la génétique de la cellule elle-même, toutefois l'aspect quantitatif précisément la récolte des fermenteurs dépend certes de la conduite de la fermentation, du type de culture mis en œuvre mais foncièrement du milieu de culture qui repose sur la pureté de la mélasse. Cette dernière suit des étapes de traitement lui permettant une stabilité bactériologique et pureté biochimique. Ceci dans le souci de n'apporter que les sucres comme sources de carbone, les vitamines et oligoéléments comme facteurs de croissance à la levure. En effet, le mélange de la mélasse de canne et betterave passe par un circuit dont l'étape déterminante dans le cadre de notre étude reste la clarification pour laquelle nous sommes appelés à évaluer son rendement.

2ème Partie :
LA MELASSE, CIRCUIT GENERAL, CLARIFICATION

I. La Mélasse

La levure est produite à partir d'un milieu bien définie et complémenté dont la composition théorique est donnée par le brevet de Plomb [7] et reprise par le tableau.2

Tableau.2 besoins nutritifs de la levure pour 1kg de glucose dans le milieu

Matière première	Quantité	Matière première	Quantité
Sels minéraux		**Vitamines**	
K_2SO_4	24 g	B1	25 mg
$MgSO_4, 7H_2O$	12 g	B2	1,25 mg
$CaCl_2, 2H_2O$	1,6 g	B5	95 mg
		B6	12 mg
Oligoéléments		Biotine	0,5 mg
$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2, 6H_2O$	1 025 mg	Acide *p*-aminobenzoïque	5,8 mg
$ZnSO_4, 7H_2O$	192 mg	Acide nicotinique	40 mg
$CuSO_4, 7H_2O$	30 mg	Acide nicotinamide	40 mg
$MnSO_4, H_2O$	17 mg		
H_3BO_3	23 mg	Inositol	1 440 mg
$Na_2MoO_4, 2H_2O$	23 mg	Ribitol	43 mg
KI	11 mg		

Ce milieu est complexes et onéreux, c'est pourquoi les mélasses de sucrerie de betterave ou de canne sont des substrats de choix sur les plans économique et technique et sont, à ce jour, la principale matière première utilisée en levurerie.

La mélasse est un résidu visqueux, incristallisable [8] issu du troisième jet de cristallisation de la fabrication du sucre [9].

Les 77 à 82 % des matières sèches de la mélasse apportent pour l'essentiel du **saccharose** comme **source de carbone**, des **minéraux**, des **oligoéléments** et des **vitamines**.

La mélasse de betterave contient environ 1 à 1,5 % de raffinose (trisaccharide formé de galactose-glucose-fructose) dont la levure n'assimile que le résidu fructose car elle ne possède pas d'activité α-galactosidase pour hydrolyser le mélibiose (galactose-glucose).

La levure a besoin de **biotine** (vitamine H) pour sa croissance. Les mélasses de canne en sont riches (0,5 à 0,8 ppm). Dans le cas de fermentations par mélasses de betterave ou d'autres substrats carbonés comme des hydrolysats d'amidon, cette vitamine doit être ajoutée à raison de 60 à 100 µg pour 100 g de matières sèches de levure produite. Les autres vitamines sont habituellement présentes en quantités suffisantes dans les mélasses. Les vitamines B1 et B6 sont quelquefois ajoutées pour améliorer l'activité fermentative de la levure.

Leur composition est variable et dépend des procédés sucriers dont elles sont issues ainsi que de la qualité des récoltes. On trouvera, dans le tableau 3, la composition type de mélasses de betterave et de canne, extraite du livre de Reed et Nagodawithana [8].

Tableau.3 composition types des mélasses (en % des matières sèches totales)

Matière première	Mélasse de betterave	Mélasse de canne
Sucres totaux	**66,5**	**73,1**
Saccharose	63,5	45,5
Raffinose	1.5	0
Sucre inverti	0	22,1
Autres	1,5	5,5
Composés organiques totaux	**23,0**	**15,2**
AG et PY (1)	4,0	2,4
Aminoacides	3,0	0
Bétaïne	5,5	0
Autres formes d'azote	0	3,1
Acides organiques	5,5	7,0
Pectines, etc.	5	2,7
Composés minéraux totaux	**10,5**	**11,7**
K_2O	6,0	5,3
Na_2O	1,0	0,1
CaO	0,2	0,2
MgO	0,2	1,0
Al_2O_3 ; Fe_2O_3	0,1	0
SiO_2	0,1	0
Cl	1,7	1,1
$SO_2 + SO_3$	0,5	2,3
P_2O_5	0,1	0,8
N_2O_5	0,4	0
Autres	0,2	0,9

(1) Acide glutamique + acide pyrrolidine carboxylique.

Cette composition sus présentée relève des pourcentages faibles de composés non cités relevant de la rubrique autres. Ces derniers sont considérés comme des constituants indésirables (toxiques et inhibiteurs) pour la croissance, l'aspect de la levure et donc du rendement final de la fermentation. On distingue :

- L'ammonium quaternaire, sulfites, fongicides, des minéraux en excès comme le Na^+ provenant des techniques agricoles ou sucrières.
- Des acides gras à chaines courtes, les cires et les graisses.
- Selon LAFAR une concentration de 6,8 - 9,2 mg/l de dioxyde de soufre a un effet défavorable sur l'activité fermentaire des levures. [10]
- Les nitrites et le nitrates
- Les acides organiques volatiles comme l'acide acétique, formique et butyrique qui ne doivent pas dépasser 0,1 - 0,3 % en volume utile dans le fermenteur.
- Les substances colorantes comme le caramel, les mélanoïdines et les phénols de fer ne doivent pas dépasser 0,6 % en volume utile pour limiter leurs effets sur la coloration du produit fini.
- Les colloïdes et les matières en suspension faites de composés d'adsorption comme la pectine et le sucre, les substances gommeuses et la mucine.

Cet ensemble complexe de composés inhibiteurs de la croissance et production de la levure ne sauraient être conservés dans la mélasse finale, donc sont séparés au cours de l'étape de clarification essentielle à la pureté de la mélasse. Toutefois la présence de levures sauvages exige que la mélasse passe par un prétraitement élaboré en circuit.

II. Circuit de la mélasse et clarification

Il est représenté par la figure suivante :

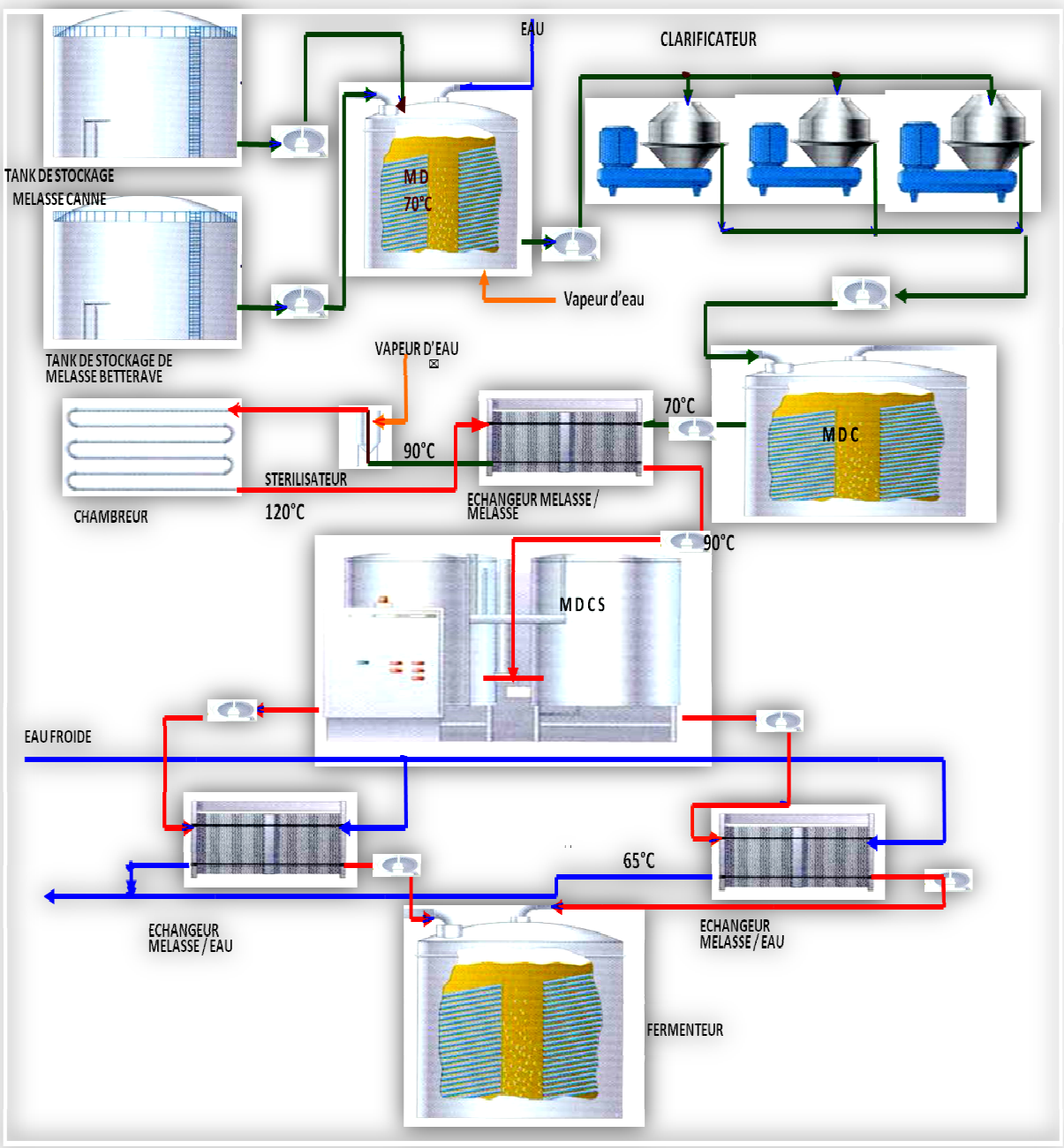


Figure.6 : Circuit de la mélasse de Lesaffre-Maroc

A Lesaffre-Maroc les deux types de mélasse, celles de canne et de betterave, sont réceptionnées dans des tanks (figure.6) puis mélangées dans les proportions de 20 % de canne pour 80 % de betterave. Le mélange est ensuite dilué à 50 %, mélasse diluée (MD) puis portée à la température de 70 °C par la vapeur d'eau en vue d'une clarification facile.

1. La clarification

C'est une centrifugation où un « bol » (rotor à parois pleines) est mis en rotation sur un axe vertical permettant une séparation liquide-solide. Une fois la clarification enclenchée sous l'effet de la force centrifuge, les particules en suspension de densité élevée sédimentent. Elles peuvent être par la suite évacuées de façon discontinue (bols tubulaires, à chambres concentriques ou à assiettes) ou continue d'une manière périodique (bols à assiettes auto débourbeurs) ou permanente (bols à assiettes et à buses). La vitesse de sédimentation dans le champ centrifuge est donnée par la formule suivante :

$$Vz = D^2\Delta\rho r\omega^2/18\eta \quad \text{avec } \omega = \pi N/30$$

Avec *D* diamètre de particule (la particule est supposée sphérique),
$\Delta\rho$: différence de masses volumiques,
η□□ : viscosité dynamique du liquide porteur,
g : accélération due à la pesanteur,
$r\omega^2$: accélération centrifuge,
N *:* vitesse de rotation (en tr/min).

$$\text{Si on note } \xi = (r\omega^2 / g) \text{ on peu écrire } Vz = Vs\,\xi \text{ avec } Vs = D^2\Delta\rho g/18\eta$$

Avec ξ est appelé le facteur de l'accélération ou nombre de g et dépend du type de bol. Le schéma d'un bol clarificateur est illustré par la figure 7. [10]

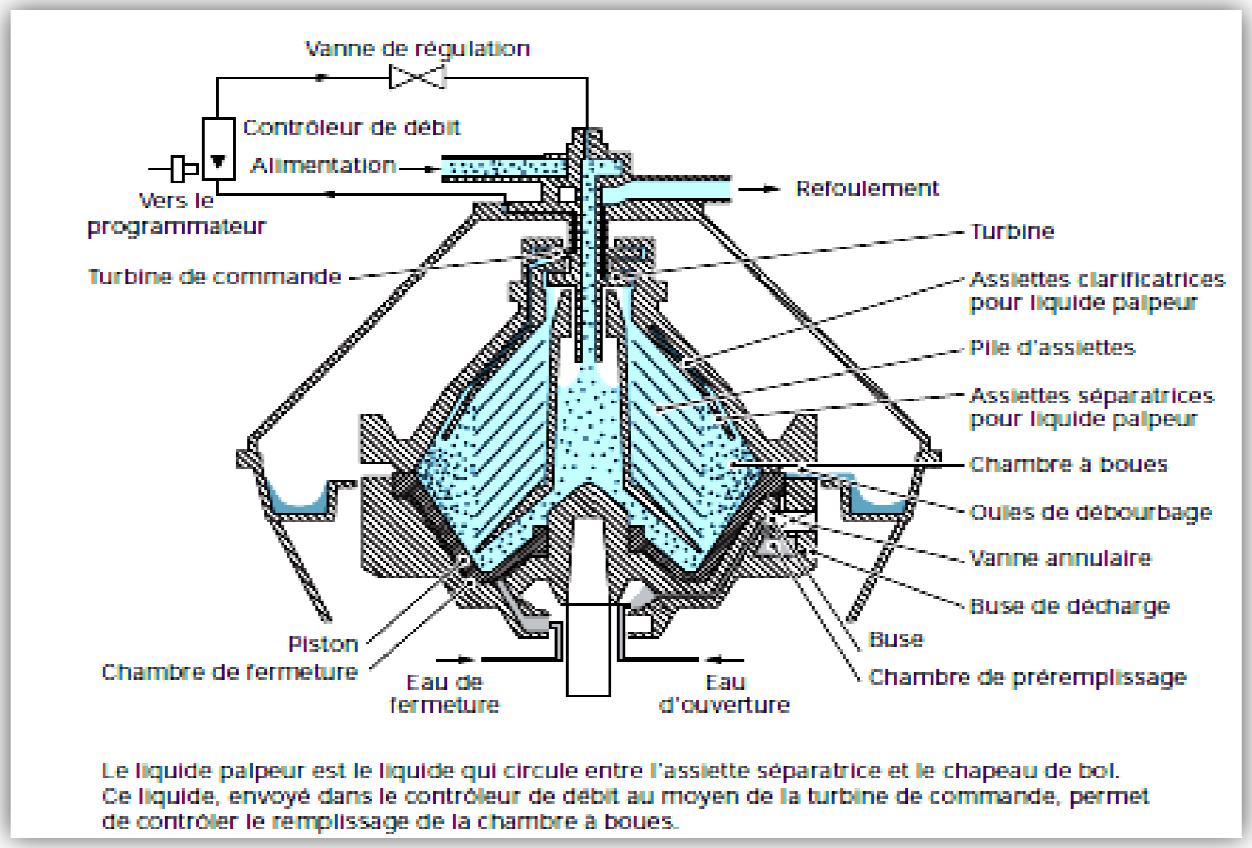


Figure7.clarificateur auto débourbeur pour mélasse

Pour parfaire l'innocuité de la mélasse diluée clarifiée (MDC), celle-ci est stérilisée après cette étape sous un barème de stérilisation de 120 °C pour un débit de 8 m^3/h. Ceci permet de détruire toute la flore microbienne y compris les spores d'où le nom de mélasse diluée clarifiée stérilisée (MDCS). Cette dernière est refroidie par un échangeur à plaques mélasse-eau afin d'abaisser la température à 34 – 36 °C adéquate pour la fermentation.

Cet objectif ultime et commun d'avoir une bonne fermentation par conséquent une bonne productivité nous amène à suivre et connaitre rigoureusement l'efficacité du clarificateur. Pour cela nous avons été amenés à adopter et développer une méthode d'évaluation et de mesure de son rendement afin de dégager une interprétation et conclusion fiable.

3ème PARTIE :
MATERIELS ET METHODE
D'EVALUATION DU RENDEMENT DE CLATIFICATION ET DISCUSSION

I. Objectif du travail

Les assiettes servent de surface de clarification tandis que les buses permettent l'évacuation des boues de la mélasse lesquelles rejetées en quantité font signe d'un bon fonctionnement du clarificateur partant d'un bon rendement. Le but de notre travail sera :

- Vérifier statistiquement et confirmer que la moitié des boues contenues dans la mélasse à l'entrée du clarificateur SB60 n'est pas évacuée, donc signe d'un rendement inférieur à 50% considéré comme assez faible pour assurer un bon rendement des fermenteurs.
- Proposer des solutions à court et long termes pour améliorer la clarification qui détient la clé de la récolte des fermenteurs.

Ce sujet est motivé par plusieurs raisons :

- La mélasse contient des toxiques qui inhiberaient la croissance des levures
- Le constat d'un rendement de 30% lors d'un contrôle qualité de routine
- L'importance de la mélasse constituant la seule source de carbone
- L'importance de la clarification sur la rentabilité financière de l'entreprise
- Cette évaluation statistique serait un point de départ fiable en vue d'une optimisation.

II. Matériels et Méthodes

Le clarificateur SB60 est un clarificateur à assiette avec évacuation périodique des boues, sa capacité maximale est de 16 m^3. Son débit était de 7 – 10 m^3/h selon les besoins de fermentations. Le fonctionnement régulier se fait de 13h à 8h du matin selon les étapes :

- La clarification dure 7 minutes (min), le temps entre l'entrée et la sortie de la mélasse est environ 18 secondes (s).
- Le déplacement tient à un rinçage du bol par un courant d'eau avec un débit de 8 m3/h pendant 30 s.
- Le débourbage qui est l'élimination des boues accumulés pendant la période de clarification dure 10 s.
- L'attente qui dure 1 min voit l'évacuation du reste de l'eau injectée avant de passer à nouveau à la clarification.

Donc le temps entre deux périodes de clarification est de 8 min 40 s.

1 .Méthodes

1ère Méthode

- **L'échantillonnage :**

L'échantillonnage représente l'ensemble des opérations qui ont pour objet de prélever un certain nombre d'individus dans une population donnée.

Dans ce cas l'échantillonnage choisi était non probabiliste à l'aveuglette qui est une méthode où le calcul des probabilités n'intervient pas car, on supposait que la distribution des caractéristiques à l'intérieur de la population est égale et que n'importe quel échantillon serait représentatif et donc les résultats par conséquent seront exacts.

L'étude est menée sur un échantillon moyen préparé à partir de trois prélèvements effectués sur les 7 minutes de clarification « après 1 min de clarification, 3 min et 5 min ». Ce choix a été basé sur un test effectué montrant que le rendement du clarificateur baisse tout au long des 7 minutes : d'où la représentativité de nos échantillons.

- **Préparation de l'échantillon moyen**

On prend 80 ml de mélasse de l'entrée et de la sortie à chaque prélèvement. Après 1min d'agitation, on prend 60 g de mélasse de chaque prélèvement selon :

E_1 et S_1 ⟹ après 1 minute de clarification

E_2 et S_2 ⟹ après 3 minutes de clarification

E_3 et S_3 ⟹ après 5minutes de clarification

On fait 3 min d'agitation de l'échantillon moyen E= 60 g de E_1+ 60 g de E_2 + 60 g de E_3 et on prend trois prises de 50 g dans des tubes de centrifugation.

Idem pour l'échantillon moyen S = 60 g de S_1+ 60 g de S_2+ 60 g de S_3. Ensuite les tubes deux par deux passent à la centrifugeuse pendent 20 min (E_1 et S_1). Le surnageant est versé et on laisse égoutter le culot pendent 10min à température ambiante. Les tubes restent à l'étuve pendant 2h à 105°C, à la sortie de l'étuve on les met au dessiccateur pendent 20 min.

- **Calcul du rendement**

On prend la tare des tubes Ti puis on pèse les tubes après refroidissement au dessiccateur Tf et le pourcentage des boues se calcule par l'équation suivante :

(Tf-Ti/50)*100

Le rendement =100-[(% des boues à la sortie /%des boues à l'entrée)*100]

Les résultats obtenus après avoir récolté 10 échantillons sont mentionnés dans le tableau.4 trois répétitions sont effectuées sur chaque échantillon moyen constitué après chaque prélèvement. On remarque une distribution assez aléatoire de chaque série de répétition d'un même échantillon moyen. Ce qui est anormal puisque les mesures sont fait sur un même échantillon qui ne devrait pas donner un écart significatif sur les trois répétitions. Il est alors plus indiqué de procéder à une étude de répétabilité afin d'évaluer l'erreur expérimentale et s'assurer de minimum de dispersion au niveau de la méthode de mesure sus évoquée.

Tableau 4. Résultats obtenus sur les échantillons moyens après la 1ère méthode

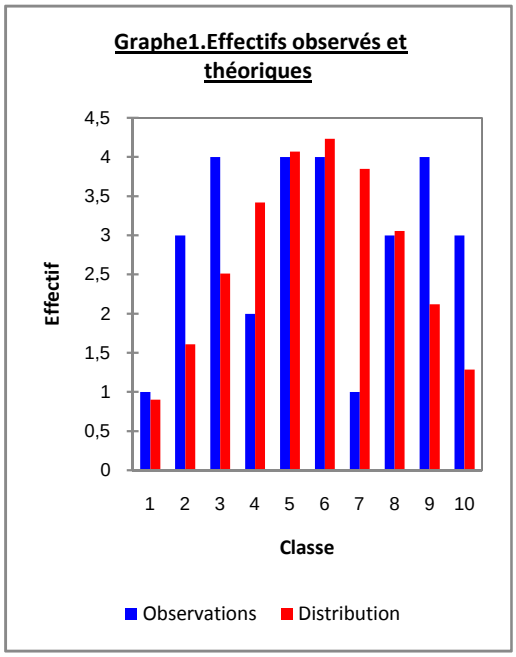
numero de série	pourcentage de boues à l'entrée en %	porcentage de boues à la sortie en %	rendement de clarification en %	moyennes de série	variances de série S_i^2	$SCEi = (n_i-1).S_i^2$
1	0,398	0,259	34,925	26,186	57,302	114,604
	0,359	0,280	22,006			
	0,356	0,279	21,629			
2	0,259	0,179	30,888	25,349	69,394	138,788
	0,260	0,219	15,769			
	0,279	0,197	29,391			
3	0,280	0,158	43,571	31,143	192,852	385,703
	0,260	0,218	16,154			
	0,359	0,238	33,705			
4	0,240	0,159	33,750	23,392	103,844	207,689
	0,299	0,259	13,378			
	0,256	0,197	23,047			
5	0,283	0,193	31,802	28,632	7,551	15,103
	0,297	0,217	26,936			
	0,313	0,228	27,157			
6	0,516	0,298	42,248	42,224	1,834	3,667
	0,536	0,317	40,858			
	0,544	0,307	43,566			
7	0,314	0,149	52,548	50,551	11,008	22,015
	0,316	0,152	51,899			
	0,358	0,189	47,207			
8	0,292	0,134	54,110	40,916	133,017	266,035
	0,342	0,230	32,749			
	0,365	0,234	35,890			
9	0,297	0,207	30,303	23,046	44,002	88,004
	0,318	0,263	17,296			
	0,325	0,255	21,538			
10	0,493	0,262	46,856	47,594	2,579	5,158
	0,527	0,282	46,490			
	0,532	0,269	49,436			

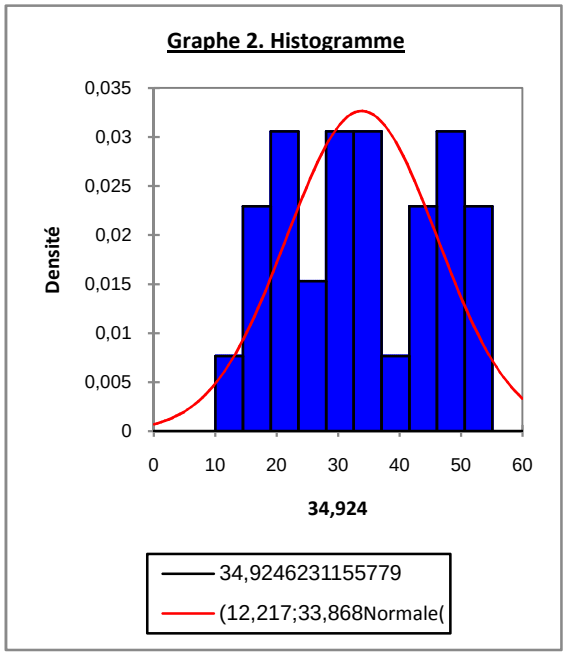
L'illustration par barres de données du rendement, de la moyenne et de la variance de chaque série dans le tableau précédent montre une variabilité du rendement pour un même échantillon et une fluctuation à priori des moyennes et variances ce qui nous amène à une étude de répétabilité pour s'assurer de la maîtrise de la méthode d'évaluation vis-à-vis effets aléatoires.

Mais l'étude de répétabilité étant liée à la distribution normale, procédons à un test de normalité du rendement. Pour cela faisons un test grossier graphique illustré par histogramme puis à un test précis de SHAPIRO et WILK portant sur nombre d'échantillons faibles $5 < n < 38$. [11].

- **Normalité par histogramme**

On obtient par le logiciel XL-STAT les graphes suivants :





La distribution des effectifs (graphe 1.) nous montre des bâtonnets rouges correspondant à la distribution théorique d'une loi normale et en bleu celle de notre effectif observé.il en ressort une sorte de similitude entre les deux types de distribution. Ce qui est confirmé sur l'histogramme (graphe 2.) par l'allure de la courbe, laquelle étant en cloche prouve que notre distribution de rendement pourrait suivre une loi normale.

- ***Test de SHAPIRO et WILK***

On formule deux hypothèses :
H0 : la série suit une loi normale.
H1 : la série est significativement différente d'une loi normale.
La démarche du test :
Ordonner les valeurs par ordre croissant

$$y_1 \leq y_2 \leq \ldots \leq y_{n-1} \leq y_n$$

Calculer la moyenne de la série :

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} y_i$$

On calcule le nombre Tn :

$$T_n = \sum_{i=1}^{i=n} (y_i - \bar{y})^2$$

Puis on calcule les différences $d_1 = y_n - y_1$; $d_2 = y_{n-1} - y_2$ ….. $d_i = y_{n-i+1} - y_i$

Remarquons que si n = 2p (n pair) on aura p différences et si n = 2p+1 on aura aussi p différences sauf que l'observation médiane n'intervient pas.

$$W = \frac{\left(\sum_{j=1}^{j=p} a_j d_j\right)^2}{T_n}$$

On calcule alors où les coefficients aj sont donnés par la table de SHAPIRO et WILK (annexe. 3). La règle du test est la suivante :

Si Wobservé (calculé sur les données) > Wcritique (lue sur la table de SHAPIRO et WILK), on accepte H0 au risque choisi (α= 5%).

Si Wobservé (Wobs) < Wcritique (Wcrit), on rejette l'hypothèse de normalité des mesures. Les calculs sont résumés dans le tableau suivant ***:***

Tableau 5. Résultats des calculs du test de SHAPIRO et WILK

rendement croissant(%)	**13,378**	**15,769**	**16,154**	**17,296**	**21,538**	**21,629**	**22,006**	**23,047**	**26,936**	**27,157**	
	29,391	**30,303**	**30,888**	**31,802**	**32,749**	**33,705**	**33,75**	**34,925**	**35,89**	**40,858**	**42,248**
moyenne	27,687	**Tn**	1357,63	**(∑ aj dj)²**	1310,25	**Wobs**	0,965	**Wcrit**	0,908	**Seuilα**	5%

Décision : Wobs > Wcrit on accepte H_0 donc l'hypothèse de normalité de nos données. Ce qui nous permet de passer à la répétabilité.

- ***Répétabilité de la Méthode***

Pour cela il nous faut tester d'abord l'homogénéité des variances de nos dix échantillons (Tableau 4.) afin de s'assurer d'une dispersion uniforme de la méthode et l'homogénéité des moyennes en vue d'une différence significative ou non entre les 10 échantillons analysés.

Homogénéité des variances (Test de Cochran)

Les valeurs testées doivent être issues d'un tirage aléatoire dans chacune des populations et de taille identique. Les variables doivent obéir à une loi normale ou unimodale.

Déroulement : on calcule la variance des 3 répétitions de chacune des 10 séries d'après la formule : $s^2 = \frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}$ et la variance maximale est notée S^2_{max}.

On fait le calcul de la somme des variances : $\sum S_i^2$ puis on calcule le rapport C_0 tel que $C_0 = S^2_{max}/\sum S_i^2$. ***La règle de décision est*** $C_0 \leq C_{table}$ lue dans la table de Cochran au risque 5% pour n répétitions et p séries ; on accepte l'homogénéité des variances sinon on rejette et on procède aux tests de DIXON ou GRUBBS des valeurs aberrantes de la série suspecte. L'application est faite dans le tableau ci-après :

Tableau 6. Test d'homogénéité des Variances

TEST DE COCHRAN			
s^2_{max}	$\sum s_i^2$	$C_{0\ calculé}$	$C_{(5\%,\ 10,3)}$
192,852	**620,869**	**0,311**	**0,445**

$C_{0\ calculé} < C_{(5\%,\ 10,3)}$ donc on accepte l'homogénéité des variances des 10 séries d'où une dispersion non hétérogène commune aux trois répétitions de toutes les séries.

Homogénéité des moyennes (Test de GRUBBS simple)

Ce test permet d'identifier si une moyenne est suspecte donc exceptionnellement forte ou faible vis-à-vis des autres séries.

On calcule $G_1 = |\bar{X}imax/min - \bar{\bar{X}}|/\sigma(\overline{Xi})$ où $\bar{X}imax/min$ est la moyenne maximale ou minimale suspectée, $\bar{\bar{X}}$ est la moyenne des moyennes des N mesures et $\sigma(\overline{Xi})$ l'écart-type des moyennes de chaque série. Si G_1 < G table on accepte l'homogénéité des moyennes. Dans notre cas on a $\bar{\bar{X}} = 33{,}903$ et $\sigma(\overline{Xi}) = 10{,}432$ d'où le tableau suivant

Tableau 7. Test de GRUBBS simple

TEST D'HOMOGENEITE DES MOYENNES			
		G_1 calculé	G_1 table $_{(5\%,10)}$
X_{imax}	50,551	1,596	2,290
X_{imin}	23,046	1,041	

Les deux G1 sont inférieures à G table donc les deux moyennes ne sont pas aberrantes. Partant pas de différences significatives entre les échantillons testés.

- **Répétabilité :**

Selon la norme ISO **5725** la limite de répétabilité ou répétabilité (notée r) qui est l'écart maximal au niveau de confiance de 95 % entre deux résultats obtenus selon des conditions de répétabilité. Les conditions de répétabilité existent lorsque « les résultats d'essai

indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps » [12]. Avec r = $ksr\sqrt{2}$ où sr est l'écart-type de répétabilité et k coefficient qui rend compte du risque d'erreur. Si les mesures suivent une loi normale, les différences se distribuent selon une loi de Student à N − p degré de liberté. Comme N est généralement grand, pour un risque de 5 %, on prend k = $t_{0,\,975} \approx 2{,}0$. Puisque, $2\sqrt{2} = 2{,}83$ on a finalement r = 2,83sr.Or $sr = \sqrt{\frac{SCEr}{N-P}}$ et $SCEr = \sum_{i=1}^{p} SCEi$ avec $SCEr$: somme des carrés des écarts de répétabilité et $SCEi$: somme des carrés des écarts pour la série i ; résumé dans le tableau 8.

Tableau 8.les calcules de répétabilité

Répétabilité					
SCEr	**N**	**p**	**ni**	**Sr**	**r**
1241,739	30	10	3	7,879	22,298

L'écart maximal entre les mesures du rendement de clarification est de 22,298 dans des conditions de répétabilité. Donc la dispersion est trop importante pour adopter cette 1ère méthode dont les effets aléatoires fluctuent de manière trop significative : d'où une deuxième méthode est nécessaire pour baisser cette limite de répétabilité.

2ème Méthode

Les changements apportés sont :

- ✓ Le temps d'agitation de l'échantillon moyen de 3 à 5 min : afin de mieux homogénéiser la solution.
- ✓ Centrifuger directement après pesage : afin d'éviter un temps de sédimentation des boues qui évolue selon l'ordre de passage à la centrifugeuse
- ✓ Changement de quantité de prise de mélasse de 50g à 30g : pour que le temps de centrifugation soit suffisant pour la totalité des boues contenues dans 30g.
- ✓ Passage de 20 à 30 min de centrifugation: car, il y a une évolution du pourcentage des boues entre la première, la deuxième et la troisième, expliquée par le fait que :

La 1ère subit 20 minutes de centrifugation normale.
La 2ème subit 20 minutes de sédimentation au repos plus 20 minutes de centrifugation.
La 3ème subit 40 minutes de sédimentation plus 20 minutes de centrifugation ; faisant augmenter proportionnellement les pourcentages des boues à l'entrée et à la sortie du clarificateur en fonction de la prise.

Donc on a conclut que les 20 minutes de centrifugation sont insuffisantes pour centrifuger la totalité des boues dans 50g de mélasse.

- ✓ Augmentation du temps d'étuvage de 2 à 3 H : pour éliminer le maximum de traces d'eau.

- **Résultats**

Les résultats sont donnés par le tableau 9. La mise en forme par barre de données du rendement, variance et moyenne de chaque série illustre à priori une répétabilité assez importante du rendement et des fluctuations qui laissent conjecturer une hétérogénéité des variances et moyennes. Cependant les tests de COCHRAN et GRUBBS donneront une idée précise.

Tableau 9. Résultats de l'évaluation du rendement après la 2ème méthode

numero de série	pourcentage de boues à l'entrée en %	pourcentage de boues à la sortie en %	rendement de clarification en %	moyennes de série	variances de série S_i^2	SCEi $(n_i-1).S_i^2$
1	0,445	0,266	40,225	40,003	0,757	1,513
	0,502	0,306	39,044			
	0,540	0,320	40,741			
2	0,451	0,220	51,220	48,533	7,777	15,555
	0,506	0,275	45,652			
	0,511	0,262	48,728			
3	0,590	0,367	37,797	38,974	1,996	3,991
	0,622	0,382	38,585			
	0,592	0,352	40,541			
4	0,573	0,331	42,234	41,236	3,626	7,253
	0,625	0,381	39,040			
	0,641	0,369	42,434			
5	0,464	0,306	34,052	33,412	0,827	1,655
	0,485	0,321	33,814			
	0,485	0,328	32,371			
6	0,337	0,264	21,662	24,420	7,293	14,586
	0,326	0,246	24,540			
	0,340	0,248	27,059			

On refait la même étude de répétabilité sur ces résultats

Homogénéité des variances (Test de Cochran)

Tableau 10. Test d'homogénéité des Variances

TEST DE COCHRAN			
s^2_{max}	$\sum S_i^2$	$C_{0\ calculé}$	$C_{(5\%,\ 6,3)}$
7,777	**22,276**	**0,349**	**0,616**

- **Décision**

La valeur $C_0 < C_{(5\%,\ 6,3)}$ valeur lue sur la table de COCHRAN avec un risque de 5% ; donc l'ensemble des variances des six niveaux sont considéré comme homogène.

Homogénéité des moyennes (Test de GRUBBS simple)

On a : $\bar{\bar{X}} = 37,763$, $\sigma(\bar{X}) = 8,143$

Tableau 11. Test de GRUBBS simple

TEST D'HOMOGENEITE DES MOYENNES			
		G_1 calculé	G_1 table (5%)
X_{imax}	48,533	1,323	1,887
X_{imin}	24,420	1,639	

Les deux G1 sont inférieures à G table donc les deux moyennes ne sont pas aberrantes. Partant pas de différences significatives entre les échantillons testés.

Répétabilité :

Tableau12.Résultats des calcules de la répétabilité

Répétabilité					
SCEr	**N**	**p**	**ni**	**Sr**	**r**
44,552	18	6	3	1,927	5,453

Même avec ces changements qu'on a effectués l'écart maximal r qui est de 5,453 restes assez importants Ce qui nous amène vers une troisième méthode.

3ème méthode

Dans cette méthode on a essayé d'augmenter le nombre de répétition pour chaque échantillon, et de prendre nos échantillons dans un très court intervalle de temps qui est de trois jours pour que nos échantillons soient presque de la même mélasse ; on a aussi changé notre méthode d'échantillonnage, on a passé d'un échantillonnage non probabiliste vers un qui est probabiliste et plus précisément un échantillonnage systématique ou un échantillonnage par intervalle afin d'avoir des prélèvements dans toute la période de fonctionnement du clarificateur, et on a augmenter le temps d'égouttage de 10 à 20 min.

L'échantillonnage systématique signifie qu'il existe un écart, ou un intervalle, entre chaque unité sélectionnée qui est incluse dans l'échantillon.

La démarche qu'on a suivie pour sélectionner un échantillon systématique est la suivante :

- ***On a déterminé la taille de notre population N ;***
  - on a considéré que chaque cycle de clarification est un échantillon p
  - on a choisi de mener notre étude sur une période de 4 heures
  - on a déterminé le nombre d'échantillons qu'on a dans cette période par l'équation suivante ; on sait que chaque cycle de clarification dure 8min 40 s = 520 s ;
  - 4 H = 14400 s **N = 14400/520**

    N = 27,69 environ 27 cycle de clarification dans une période de 4 heures
- ***On détermine l'intervalle K ;*** ***K = N/n***

n : le nombre d'échantillon qu'on veut prendre, dans notre cas on a choisi n=6

Donc **K = 27,67/6 = 4,61 environ 5**

Avec ce pas on peut construire série d'échantillons de la façon suivante :

On choisi un nombre d qui est entre 1 et K

d : est le 1er échantillons

d+K : est le deuxième

d+2K : est le troisième

……..

Remarque : tous les échantillons des séries doivent appartenir à notre population étudiée.

On a choisi la 1er série avec d = 1 ; [1 6 9 12 15 18] ; et pour chaque échantillon des six on fait des prises de la première, la troisième et la cinquième minute de clarification.

L'échantillon moyen de chaque jour est de 1080 ml de mélasse pour l'entré et la sortie, on mélange 60 ml de mélasse de chaque prise ; donc chaque échantillon des six contient 180ml de mélasse, et pour la préparation de l'échantillon moyen du jour on mélange les six.

On a obtenue les résultats suivants :

Tableau13 : Résultats obtenus sur les échantillons moyens après la 3ème méthode

Séries	n_i	Xij en %	Xi en %	S_i^2	$(n_i-1).S_i^2$
1	6	23,851 11,789 20,006 25,419 24,770 25,385	21,870	28,477	142,386
2	6	24,751 25,422 25,250 24,562 25,532 25,107	25,104	0,145	0,724
3	6	25,586 24,390 24,560 24,412 25,474 25,500	24,987	0,346	1,729
3	18	la moyenne des moyennes	écart-type des moyennes		144,839
P	N	23,987	1,834		SCEr

Etude d'homogénéité des variances (Test de cochran) :

Tableau 14 : test d'homogénéité des variances

TEST DE COCHRAN			
s^2_{max}	$\sum s_i^2$	$C_{0\ calculé}$	$C_{(5\%,\ 3,6)}$
28,477	**28,968**	**0,983**	**0,707**

Décision

La valeur C_0 calculée est supérieure à 0,707 valeur lue sur la table de Cochran avec un risque de 5% ; donc l'ensemble des variances des différents niveaux ne sont pas homogène. Donc on doit chercher s'il y a des valeurs aberrantes derrière ce non homogénéité.

Recherche des points aberrants :

Définition d'un point aberrant : C'est une valeur qui diffère d'une façon significative de la tendance globale des autres observations, pour un ensemble de données ayant des caractéristiques communes.

On va effectuer ce test sur la série qui a la variance la plus grande et avec un test de GRUBBS simple.

La série suspect est la première ; pour effectuer ce test on doit classer nos donnés par ordre croissant ; et après on va test la valeur qu'on trouve la plus éloigner des 6 valeurs qu'on a et qui sera la plus éloigné des autres valeurs « soit la plus petite ou la plus grande ».

On calcule G par l'équation suivante :

$$G=|(X_{suspect} - \overline{X})|/\sigma\ (x)$$

$X_{suspect}$: la valeur du rendement qu'on veut tester.

$\overline{X}$: la moyenne de la série suspecte.

$\sigma(x)$: l'écart-type des valeur du rendement de la série suspecte.

On compare $G_{calculé}$ avec G lue sur la table de GRUBBS simple

Décision :

Si $G_{calculé} < G_{table}$ $\Longrightarrow$ avec un risque de 5 % on peut confirmer que notre valeur suspecte n'est pas aberrante.

Si $G_{calculé} > G_{table}$ $\Longrightarrow$ avec un risque de 5 % on peut confirmer que notre valeur suspecte est aberrante.

- **Application :**

La série suspecte est la suivante :

11,789	***20,006***	***23,851***	***24,770***	***25,385***	***25,419***

On calcule la moyenne et l'écart-type de cette série suspecte :
La moyenne $\bar{x}$ = 21,87
L'écart-type = 5,336
On calcule G

$$G = |(11,789 - 21,87)| / 5,336$$
$$G = 1,889$$

- **Décision :**

$G_{calculé}$ est supérieure à G lue sur la table qui est égale à 1,887 ; donc cette valeur de 11,789 est une valeur aberrante qu'on doit éliminer et refaire le test pour la deuxième valeur qui la suit et qui devient suspecte.

20,006	**23,851**	**24,77**	**25,385**	**25,419**

Donc on recalcule les nouveaux moyenne et écart-type de notre nouvelle série;
La moyenne = 23,886
L'écart-type = 2,26

$$G = |(20,006 - 23,886)| / 2,26$$
$$G = 1,717$$

Donc on a $G_{calculé}$ est supérieur à G lue sur la table=1,715 pour un risque d'erreur de 5%. La valeur 20,006 est aberrante.

On passe à la troisième valeur suspecte qui est le 23,851.

23,851	***24,77***	***25,385***	***25,419***

La moyenne de cette série = 24,856
L'écart-type = 0,733

$$G = |(23,851 – 24,856)| / 0,733$$
$$G = 1,370$$

$\mathbf{G}_{calculé}$ est inférieur à G lue sur la table de GRUBBS simple = 1,481 donc cette valeur n'est pas aberrante. Et cette série va contenir 4 répétitions.

Pour ne pas avoir une différence entre les nombres de répétition par série on doit réduire les deux autres séries en éliminant les deux petites valeurs de chaque série.

- **Les résultats :**

Tableau 14. Résultats obtenus sur les échantillons moyens après la 3ème méthode

Séries	n_i	Xij en %	Xi en %	S_i^2	$(n_i-1).S_i^2$
1	4	23,851 25,419 24,770 25,385	24,856	0,538	1,614
2	4	25,107 25,250 25,422 25,532	25,328	0,035	0,105
3	4	24,560 25,474 25,500 25,586	25,280	0,233	0,698
3	12	la moyenne des moyennes	écart-type des moyennes		2,418
P	N	25,155	0,260		SCEr

Test d'homogénéité des variances (Test de cochran) :

Tableau 15. Test d'homogénéité des variances

TEST DE COCHRAN			
s^2_{max}	$\sum_{i=1}^{p} s_i^2$	$C_{0\ calculé}$	$C_{(5\%,\ 3,4)}$
0,538	**0,806**	**0,668**	**0,798**

- **Décision :**

$C_{0\ calculé} < C_{(5\%,\ 3,4)}$ donc On peut dire avec un risque d'erreur de 5% qu'il y a une homogénéité des variances.

Etude de l'homogénéité des moyennes (Test GRUBBS simple) :

Tableau 16.test de GRUBBS simple

TEST D'HOMOGENEITE DES MOYENNES			
		G_1 calculé	G_1 table (5%,3)
X_{imax}	25,328	0,665	1,155
X_{imin}	24,856	1,15	

- **Décision :**

Les deux G1 trouvée sont inférieure à la valeur lue sur la table de GRUBBS simple, alors les moyennes testées sont considérées comme correctes au seuil de probabilité de 5%.

Etude de répétabilité :

Pour cette troisième méthode on a r=1,466 qui est relativement faible pour une telle analyse qui ne demande pas une grande précision ; donc on a accepté cette méthode et on a passé à la détermination de son seuil de répétabilité.

- **Application :**

On a :

$t_{(95\%,\ 11)}$ =2,2010; 11= N-1 : le degré de liberté ; Sr = 0,518

$$\textbf{Seuil de répétabilité} = \sqrt{Sr^2} * \sqrt{2} * t_{(95\%,\ 11)} = 1{,}612$$

- **Décision :**

On peut conclure que cette troisième méthode est répétable avec un seuil de 1,612 avec un risque d'erreur de 5%.

Pour confirmer de plus que la troisième méthode est la meilleure on a calculé le coefficient de variation des trois méthodes et le tableau suivant nous donne les CV « coefficient de variation » qui sert à comparer les méthodes.

$$CV = 100 * \sqrt{Sr^2} / \bar{X}$$

Tableau17. Coefficients de variation de chaque méthode

Les méthodes	**Coefficient de variation**
La première méthode	23,241%
La deuxième méthode	5,102%
La troisième méthode	2,059%

D'après ce tableau qui vient confirmer ce qu'on a trouvé avec le seuil de répétabilité ; la troisième méthode et la meilleure qu'on peut utiliser dans notre étude.

2. Test d'hypothèses :

Introduction

Un test d'hypothèse est un procédé d'inférence permettant de contrôler (accepter ou rejeter) à partir de l'étude d'un ou plusieurs échantillons aléatoires, la validité d'hypothèses relatives à une ou plusieurs populations.

- **Principe des tests d'hypothèses:**

Le principe des tests d'hypothèses est de poser une hypothèse de travail et de prédire les conséquences de cette hypothèse pour la population ou l'échantillon. On compare ces prédictions avec les observations et l'on conclut en acceptant ou rejetant l'hypothèse de travail à partir de règle de décisions objectives.

Définir les hypothèses de travail, constitue un élément essentiel des tests d'hypothèses de même que vérifier les conditions d'application de ces dernières (normalité de la variable, égalité des variances etc).

Remarque :
Le mode d'échantillonnage est systématique.

Les résultats du rendement des échantillons sur lesquelles on va effectuer le test sont les suivants :

Tableau 18.Résultats obtenue pour le test d'hypothèses

Pourcentage des boues à la Sortie en %	Pourcentage des boues à l'Entrée en%	Rendement en %	pH de la mélasse à l'entrée du clarificateur	Débit de la mélasse à l'entrée en m3/h
0,300	0,379	20,844	6,460	6,800
0,349	0,441	20,862	6,4	9,700
0,288	0,367	21,526	6,420	7,400
0,299	0,385	22,338	6,42	10,30
0,270	0,349	22,636	6,42	10,40
0,248	0,321	22,741	6,450	9,400
0,298	0,389	23,393	6,52	8,900
0,253	0,334	24,251	6,3	9,400
0,353	0,468	24,573	6,310	8,900
0,245	0,331	25,982	6,35	10,10
0,344	0,466	26,180	6,330	9,500
0,232	0,321	27,726	6,420	9,200
0,278	0,397	29,975	6,510	7,000
0,294	0,422	30,332	6,45	10,00
0,306	0,442	30,769	6,44	9,500
0,330	0,480	31,250	6,370	9,100
0,221	0,322	31,366	6,370	8,600
0,403	0,590	31,695	6,330	9,900
0,316	0,465	32,043	6,300	10,00
0,239	0,352	32,102	6,43	7,300
0,217	0,337	35,608	6,42	9,200
0,586	0,376	35,836	6,23	10,4
0,324	0,506	35,968	6,3	10,20
0,180	0,299	39,799	6,4	9,300
0,133	0,245	45,714	6,55	9,500
0,175	0,350	50,000	6,44	9,200
0,143	0,288	50,347	6,48	9,400
0,156	0,326	52,147	6,34	8,700
0,131	0,296	55,743	6,45	8,700
0,118	0,308	61,688	6,48	8,900
0,145	0,414	64,976	6,43	9,300

Avant de passer au test il faut faire un test de valeurs aberrantes (test de GRUBBS simple) sur la valeur la plus petite et la plus grande.

La moyenne = 34,207
L'écart-type = 12,453

Ga = |20,844-34,207 | / 12,453 Gb = |64,976-34,207| / 12,453
Ga = 1,073 Gb = 2,471

On a Ga et Gb < à G lue dans la table de GRUBBS simple = 2 ,924 ; n = 31.
Donc ces deux valeurs suspectes ne sont pas aberrantes.

- **Déroulement du test :**

Dans les tests sur une moyenne, l'hypothèse H_0 s'énonce comme suit
H_0 : m = m0
Et la contre hypothèse H_1 peut prendre l'une ou l'autre des trois formes suivantes dépendant de la question posée par l'expérimentateur
H_1 m ≠ m0 (test bilateral)
m<m0 (test unilatéral à gauche)
m>m0 (test unilatéral à droite)
Le test se fait suivant plusieurs étapes

1. Statistique qui convient au test pour une moyenne c'est $\bar{X}$
2. On choisi un seuil de signification α
3. Selon les conditions d'application du test et la taille n de l'échantillon on définie la distribution de probabilité de $\bar{X}$
4. On calcul la valeur ou les valeurs critiques X_c du test d'après H_0 et le chois du α
5. Règle de décision :

Rejeter H0 si $\bar{X}$ se trouve à l'extérieur des valeurs critiques X_{c1} et X_{c2} dans un test bilatéral ou ($\bar{X} < X_c$ pour un test unilatéral à gauche respectivement $\bar{X} > X_c$ pour un test bilatéral à droite

6. On calcul la moyenne expérimentale $\bar{X}$ et on la compare aux valeurs (ou à la valeur) critique
7. Décision : nous prenons la décision en suivant la démarche de l'étape 1 à 5

On rejette H_0 et on retient H_1 au seuil de signification α ou le contraire en garde H_0 et on rejette H1.

- **Application:**

H0 : m = 50
H1 : m < 50 (test unilateral à gauche)
α = 5 %
Les conditions d'application du test : échantillon de grande taille n = 31 prélevé au hasard d'une population de variance inconnue ; la statistique qui convient est $\bar{X}$
Calcule de X_c

$$X_c = m_0 - Z_\alpha * \sigma_{(x)} / \sqrt{n}$$

$X_c = 50 - 1,6449*12,453 / \sqrt{31}$; $Z_\alpha = 1,6449$

$$X_c = 46,321$$

Calcule de $\bar{X}$
On a

$$\bar{X} = \sum Xi / n$$

$\bar{X} = 34,207$; n = 31

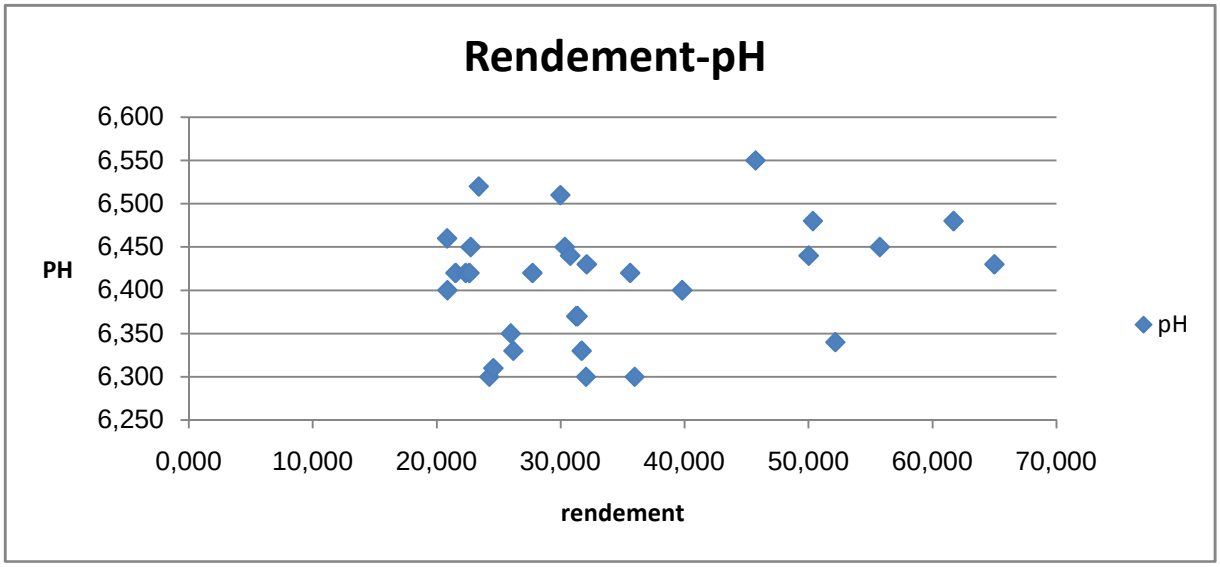
- **Décision:**

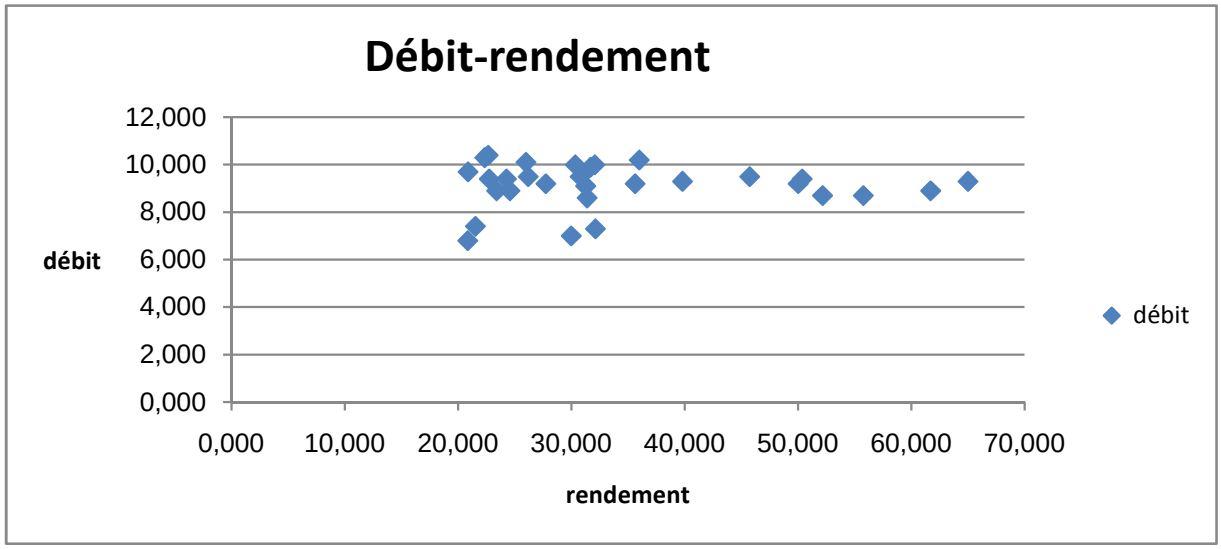
On a :

$\bar{X} < X_c$; on va rejeter l'hypothèse H0. Donc on peut confirmer avec un risque d'erreur de 5% que le rendement du clarificateur SB60 est inférieur à 50 %.
Avec ces résultats obtenus à partir de ce test on a dévoilé un problème très important qui touche directement au rendement des fermenteurs, car avec un rendement de clarificateur inférieur à 50 % la moitié des boues contenues dans la mélasse à l'entrée du clarificateur SB60 n'est pas évacuée ; alors que ces boues contiennent des inhibiteurs qui bloque la multiplication des cellules de levure.

Remarque :

On a essayé avec les facteurs qu'on a pu mesurer comprendre ce phénomène de clarification en faisant les graphes de corrélation pH-rendement et débit-rendement suivant.





D'après ces deux graphes on remarque que le nuage de point n'a pas de tendance donc il n'y a pas de corrélation entre le rendement et ces deux facteurs ce qui peut être expliqué par l'existence de d'autre facteurs qui peuvent influencer le rendement, et il faut aussi prendre en compte les interactions entre les facteurs.

Conclusion technique

La recherche d'une évaluation fiable du rendement de clarification nous a permis d'adopter une approche méthodologique concernant notre méthode de mesure du rendement. Ce qui nous a conduits à l'étude de la fidélité de notre méthode de mesure par la diminution de son seuil de répétabilité au fil des trois méthodes essayées. Il en est sorti que la troisième méthode est la plus fiable et la plus maitrisable vis-à-vis de son influence aléatoire. Fort de ce acquis le test d'hypothèse nous a permis de confirmer que le clarificateur de mélasse a un rendement inférieur à 50 % avec un risque d'erreur de 5 %.résultat non souhaitable pour l'entreprise qui court à des baisses de productivité et à un investissement à rentabilité coupée en deux: une 1ère obtenue par la production de tous les jours et une 2ème absorbée par les inhibiteurs contenus dans la mélasse.

Ceci dit pour apporter un palliatif à cette défaillance plusieurs solutions ont été envisagées.

Court termes :

- Selon les moyens de l'entreprise, pourvoir à l'achat d'un clarificateur à débourbage continu pour purger permanemment les boues au fil de la clarification afin d'éviter le colmatage et l'accumulation des boues qui limitent la fin de la clarification et partant le rendement global. Ce qui est observé dans le cas du clarificateur objet de l'étude SB60 muni d'un débourbage périodique.
- L'évaluation et la construction d'un bassin de décantation des boues rejetées car selon une autre étude le surnageant de ces boues rejetées dans les égouts contiendraient 15% de saccharose, ce qui n'est rien vis-à-vis de l'intérêt que ce sucre revêt à la fermentation des levures. Ce bassin permettra de décanter sans apport d'énergie extérieure car sous l'effet de l'accélération terrestre ou au plus ajouter quelques agents de floculation et de précipitation pour accélérer la décantation. Mais l'inquiétude qui subsiste est l'impact de ces agents sur la croissance des levures. Nous pourrons de ce fait estimer le temps de décantation du bassin à construire selon la formule suivante si on suppose que les particules à décanter sont de formes sphérique.

— vitesse de sédimentation dans le champ de la pesanteur (**sédimentation**) :

$$v_s = \frac{D^2 \Delta\rho}{18\eta} g$$

— vitesse de sédimentation dans le champ centrifuge (**centrifugation**) :

$$v_z = \frac{D^2 \Delta\rho}{18\eta} r\omega^2 \quad \text{et} \quad \omega = \frac{\pi N}{30}$$

avec D diamètre de particule (la particule est supposée sphérique).
$\Delta\rho$ différence de masses volumiques,
η viscosité dynamique du liquide porteur,
g accélération due à la pesanteur,
$r\omega^2$ accélération centrifuge,
N vitesse de rotation (en tr/min).

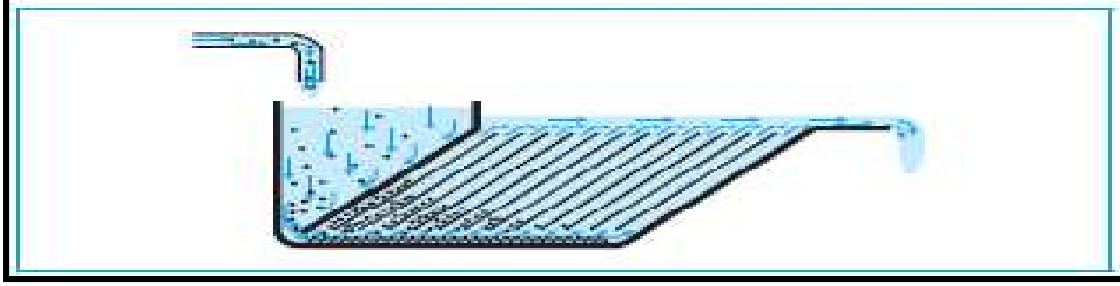


FIGURE 8.schéma optimisé d'un bassin de décantation de boues de mélasse

Connaissant la distance parcourue par une particule depuis la surface du bassin jusqu'au fon soit la hauteur h du bassin on peut estimer le temps de décantation maximum t. par équivalence de V=h/t avec la formule précédente de la vitesse de décantation

Soit ce bassin de décantation alimenté en continu ; on montre que le débit limite est défini comme suit : avec *S* surface du bassin.

$$Q_{limit} = v_s S = \frac{D^2_{limit} \Delta\rho}{18\eta} gS$$

Pour améliorer l'efficacité d'un bassin de décantation, il faut donc augmenter sa surface, ce qui est réalisable en cloisonnant le bac. On obtient ainsi un bassin composé de *n* bacs élémentaires (figure **8**).

Le débit limite devient donc alors :

$$Q_{limit} = v_s \, S \, n$$

- ***Moyen et Long terme :***

Une optimisation par plan d'expérience est nécessaire afin de devenir maitre de la clarification et dans la prédiction du rendement voulu selon les réglages possibles. Pour cela les paramètres importants sont ceux de la machine et de la mélasse

Paramètres mélasse

- différence de densité des fluides à séparer ;
- taille des particules ;
- viscosité
- température

Afin d'optimiser la réponse temps de sédimentation et paramètres machines

- force appliquée (vitesse, diamètre du bol...) ;
- durée de la décantation (nombre d'assiettes, diamètre du bol...). Leur réponse influe sur la réponse surface de clarification

Ceci accompagné d'une bonne formation des chefs de postes et du personnel en vue d'une bonne maîtrise, suivi et réglage des paramètres consignes.

Conclusion générale

Le marché sur lequel est positionné Lesaffre-Maroc est en pleine augmentation. La dynamique de la population est en perpétuel changement.

Pour satisfaire toute cette clientèle nombreuse et exigeante, la Compagnie se doit de mettre en œuvre de nouvelles stratégies allant dans le sens des attentes de la clientèle en termes de qualité et de quantité ; quantité pour éviter les ruptures commerciales et rentabiliser son investissement et qualitativement la force fermentaire et la sécurité du produit.

Dans ce sens, une bonne maîtrise de la clarification s'avère être déterminante dans la limitation des pertes (donc augmentation des profits) et dans l'image de marque de l'entreprise.

Cette vision de la limitation des pertes dues aux toxiques dans la mélasse a déterminé les objectifs de notre sujet de stage.

Au terme de ce stage, et d'après les différentes analyses effectuées sur les données collectées nous pouvons affirmer que le rendement de clarification est inférieur à 50%. Globalement les résultats obtenus ne sont pas satisfaisants.

Une analyse plus détaillée de cette faible clarification nous a permis de déterminer ses différentes origines : le manque de réglage adéquat des paramètres influençant la clarification et l'ancienneté du clarificateur

Ces solutions que nous avons proposées ne pourront être efficaces sans la ferme volonté et l'engagement sans faille de la Direction. Elle sera la garante de la mise en place effective de ces mesures, de leur suivi et elle jugera de leur efficacité. L'engagement total de la Direction sera la garantie de l'allocation des différents moyens nécessaires à l'efficacité des actions recommandées dans ce présent rapport.

Ces travaux méritent d'être poursuivis afin de vérifier l'efficacité de toutes les mesures proposées.

A la lumière des analyses faites, le bilan de ce stage s'avère extrêmement positif, car il nous a permis de perfectionner et de confronter nos connaissances théoriques, la relation humaine. Ce stage nous a permis d'améliorer nos connaissances en matière de d'évaluation statistique de procédés. Toutes ces connaissances viennent s'ajouter aux connaissances acquises durant notre formation

Références bibliographiques

[1] Ministère de l'alimentation, de l'agriculture et de la pêche française, Enjeux et défis des industries agoalimentaires, 2010

[2] Annie LOÏEZ,production de la levure de panification par biotechnologie, les Essentiels , www.techniques-ingénieur.fr, 10 mars 2003

[3] Mme TOUZANNI, Dosages des protéines, Technologie alimentaire 2, FST-FES, printemps 2009-2010

[4] Richard REVY, Les levures biologiques alimentaires et poudres levantes ; les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mars 2005

[5] Patrice COGNART, Françoise RERGOAT, Maurice NONUS, Jean-Michel LEBEAUT, Fermenteurs industriels-conception et réalisation, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mai 2008

[6] Georges MERIGUET, Filtration technologie, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 septembre 1997

[7] SMET, PETER, RENE et ANNA, Brevet de conditionnement de la levure, Brevet de plomb, 23 septembre 2003

[8] Alfa ARZATE, Extraction et raffinage du sucre de canne, Saint Norbert d'Athabaska, 25 novembre 2005.

[9] Martine DELCOUX, Procédés de transformation en sucrerie (partie2), les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mars 2003

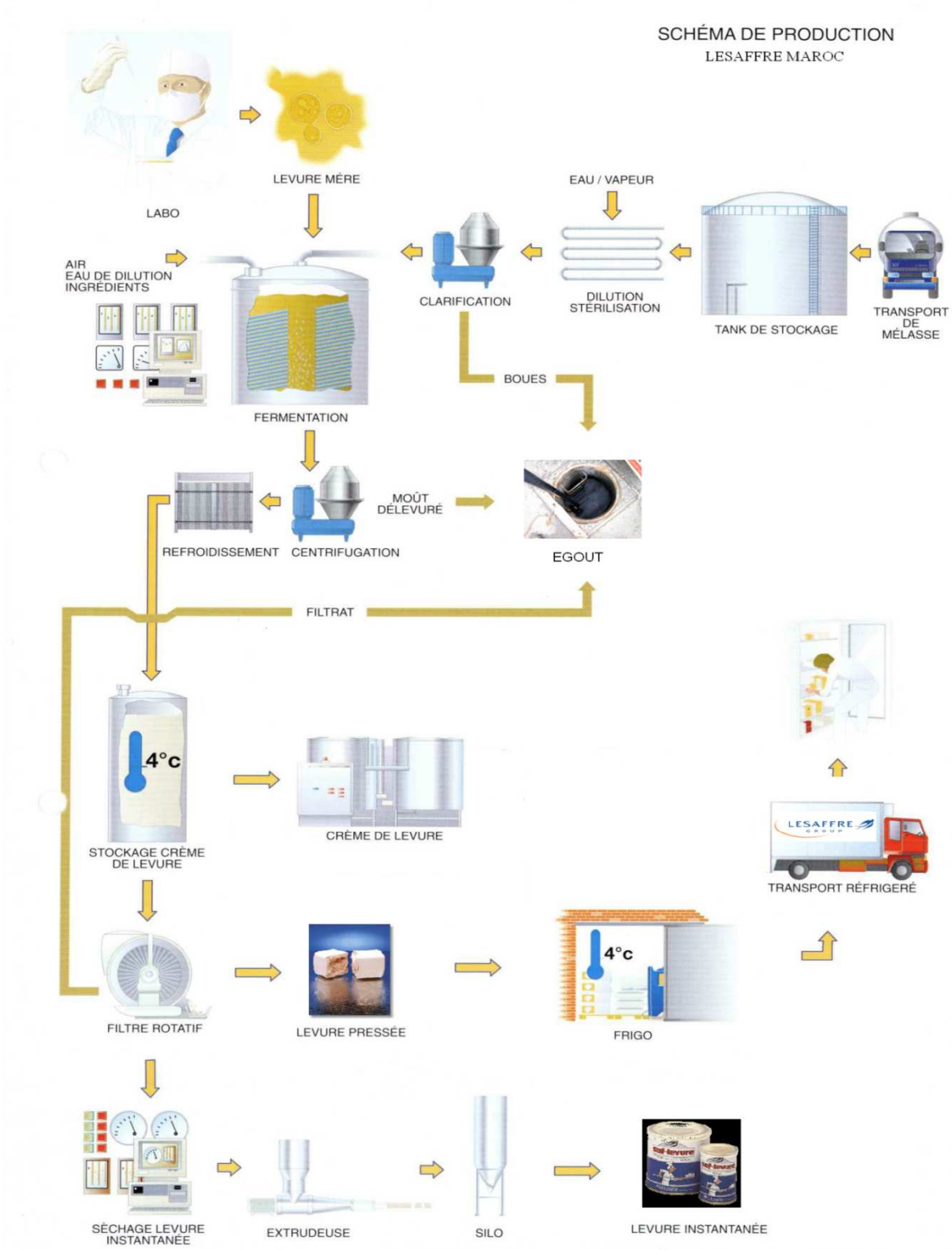
[10] Pascal POTTIER, Bernard VEYNACHTER, Centrifugation et Décantation, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mars 2007.

[11] Gerald BAILLARGEON, Statistique appliquée pour les sciences de la gestion et les sciences économiques, exemples de traitement de données avec Excel et Minitab, Université de QUEBEC à trois rivières. Juin 2003 Page 293

[12] Gerald LAMARQUE, Max FEINBERG, Validation des méthodes externe d'analyses, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 décembre 2004.

ANNEXES

ANNEXES 1 : chaine de production de la levure



ANNEXES 2 : Composition type des levures de boulangerie.

Composé (1)	Quantité	Composé (1)	Quantité
Azote (g/100 g MS)		**Vitamines** (mg/100 g)	
Total	6 à 9	Thiamine (B1)	2 à 15
Phosphore en P 205 (g/100 g MS)		Riboflavine (B2)	2 à 8
Total	1,8 à 3	Pyridoxine (B6)	0,5 à 6
Sucres (g/100 g MS)		Niacine (PP ou B3)	10 à 60
Total	35 à 45	Acide folique (B9)	1 à 6
Dont : glucanes	8 à 12	Acide pantothénique (B5)	5 à 15
mannanes	8 à 12	**Minéraux** (g/100 g MS)	
tréhalose	10 à 18	**Fe**	0,005 à 0,100
glycogène	1 à 5	**Ca**	0,02 à 0,15
Lipides (g/100 g MS)		**Mg**	0,05 à 0,25
Total	4 à 7	**K**	0,8 à 2,5
Dont : phospholipides	1,5 à 3	**Métaux lourds** (ppm/MS)	
stérols	0,4 à 0,8	**Pb**	< 0,2
Oligoéléments (ppm/MS)		**Cd**	< 0,1
Cu	< 10	**As**	< 0,5
Zn	< 150	**Hg**	< 0,05
		Se	< 0,5

(1) MS : matière sèche.

ANNEXE 3 : Table des coefficients de shapiro et wilk

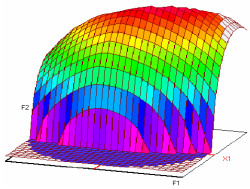
Test de Shapiro et Wilk

1/ table des coefficients

N	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
J										
1	0.7071	0.7071	0.6872	0.6646	0.6431	0.6233	0.6052	0.5888	0.5739	
2		0.0000	0.1677	0.2413	0.2806	0.3031	0.3164	0.3244	0.3291	
3				0.0000	0.0875	0.1401	0.1743	0.1976	0.2141	
4						0.0000	0.0561	0.0947	0.1224	
5								0.0000	0.0399	

n	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
J										
1	0.5601	0.5475	0.5359	0.5251	0.5150	0.5056	0.4963	0.4886	0.4808	0.4734
2	0.3315	0.3325	0.3325	0.3318	0.3306	0.3290	0.3273	0.3253	0.3232	0.3211
3	0.2260	0.2347	0.2412	0.2460	0.2495	0.2521	0.2540	0.2553	0.2561	0.2565
4	0.1429	0.1586	0.1707	0.1802	0.1878	0.1939	0.1988	0.2027	0.2059	0.2085
5	0.0695	0.0922	0.1099	0.1240	0.1353	0.1447	0.1524	0.1587	0.1641	0.1686
6	0.0000	0.0303	0.0539	0.0727	0.0880	0.1005	0.1109	0.1197	0.1271	0.1334
7			0.0000	0.0240	0.0433	0.0593	0.0725	0.0837	0.0932	0.1013
8					0.0000	0.0196	0.0359	0.0496	0.0612	0.0711
9							0.0000	0.0163	0.0303	0.0422
10									0.0000	0.0140

n	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
J										
1	0.4643	0.4590	0.4542	0.4493	0.4450	0.4407	0.4366	0.4328	0.4291	0.4254
2	0.3185	0.3156	0.3126	0.3098	0.3069	0.3043	0.3018	0.2992	0.2968	0.2944
3	0.2578	0.2571	0.2563	0.2554	0.2543	0.2533	0.2522	0.2510	0.2499	0.2487
4	0.2119	0.2131	0.2139	0.2145	0.2148	0.2151	0.2152	0.2151	0.2150	0.2148
5	0.1736	0.1764	0.1787	0.1807	0.1822	0.1836	0.1848	0.1857	0.1064	0.1870
6	0.1399	0.1443	0.1480	0.1512	0.1539	0.1563	0.1584	0.1601	0.1616	0.1630
7	0.1092	0.1150	0.1201	0.1245	0.1283	0.1316	0.1346	0.1372	0.1395	0.1415
8	0.0804	0.0878	0.0941	0.0997	0.1046	0.1089	0.1128	0.1162	0.1192	0.1219
9	0.0530	0.0618	0.0696	0.0764	0.0823	0.0876	0.0923	0.0965	0.1002	0.1036
10	0.0263	0.0368	0.0459	0.0539	0.0610	0.0672	0.0728	0.0778	0.0822	0.0862
11	0.0000	0.0122	0.0228	0.0321	0.0403	0.0476	0.0540	0.0598	0.0650	0.0697
12			0.0000	0.0107	0.0200	0.0284	0.0358	0.0424	0.0483	0.0537
13					0.0000	0.0094	0.0178	0.0253	0.0320	0.0381
14							0.0000	0.0084	0.0159	0.0227
15									0.0000	0.0076



Master ST CAC Agiq
Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: ELOUILANI SOUKAINA
Année Universitaire : 2010/2011
Titre: EVALUATION DU RENDEMENT DE LA CLARIFICATION DE LA MELASSE

Résumé

Ce projet de fin d'études effectué du 1er février au 31 Mai 2011 a été motivé par le besoin d'approfondir mes connaissances dans le domaine de la levurière, lequel séculaire certes mais en perpétuel évolution avec les biotechnologies. Ceci s'est tenue dans l'entreprise LESAFFRE-MAROC numéro 1 mondial de fabrication de levures de boulangerie et d'améliorant de panification.

Profitant de leur expertise et dans un souci d'augmentation de la productivité, j'ai soumis le sujet intitulé :* EVALUATION DU RENDEMENT DU CLARIFICATEUR DE MELASSE *au service qualité en charge de mon stage. Pendant toute la période de stage le travail a été séquencé en une quantification de la dispersion du système de mesure qui nous a été soumis par le service opérant propre à des causes aléatoires. Pour cela il a fallu étudier la répétabilité de ce mode opératoire sur trois séries de prise de mélasse contenant 6 échantillons chacune afin de s'assurer de la fiabilité du mode opératoire évaluant le rendement. Par la suite, un échantillonnage systématique a été fait dans le but de procéder à un test d'hypothèse de la moyenne des rendements calculés sur chaque échantillon. Dès lors on a été amené à vérifier les hypothèses suivantes : H_0 : $\mu=50\%$; H1 : $\mu<50\%$. L'objectif de l'entreprise étant d'avoir au moins un rendement de 50% pour le clarificateur de mélasse.

Mots clés: *rendement ; répétabilité ; échantillonnage ; systématique ; test*