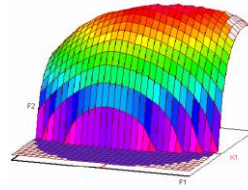


Année Universitaire : 2017-2018



**Master Sciences et Techniques CAC Ageq**  
**Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion de la qualité**

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

**Substitution du réactif d'acétate de plomb  
par les reactifs de Carrez lors du dosage des sucres invertis  
dans la mélasse de betterave sucrière**

Présenté par:

**YOUNSI Sara**

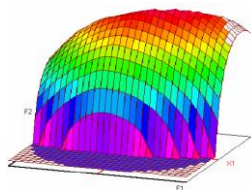
Encadré par:

- |                 |                |
|-----------------|----------------|
| - Mr A. BENNANI | LESAFFRE Maroc |
| - Pr A. BENTAMA | FST Fès        |

**Soutenu Le 13 Juin 2018 devant le jury composé de:**

- Pr A. BENTAMA
- Pr A. BOULAHNA
- Pr A. HARRACH

**Stage effectué à : LESAFFRE Maroc**



## Master ST CAC Ageq

### Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

**Nom et prénom: YOUNSI Sara**

**Année Universitaire : 2017/2018**

**Titre: Substitution du réactif d'hydroxyacétate de plomb par les réactifs de Carrez lors du dosage des sucres invertis dans la mélasse de betterave sucrière**

### Résumé

La mélasse est une substance importante pour la croissance de la levure, au cours de traitement de la mélasse par la clarification, il y a des pertes en sucres dans ce cas, le laboratoire effectue des analyses sur le taux des sucres invertis présents dans la mélasse.

Le laboratoire de la société LESAFFRE effectue un dosage des sucres invertis (Clerget) par l'ajout de l'acétate de plomb mais cette méthode présente plusieurs inconvénients liés au temps de la réaction et la toxicité de réactif, pour cela le laboratoire décide de faire une substitution par les réactifs de Carrez.

Les analyses statistiques des résultats obtenus pendant toute la période de stage ont montrées que les deux méthodes donnent des résultats équivalents, alors le laboratoire peut utiliser cette méthode alternative.

Pour compléter l'étude nous avons établi un modèle de régression linéaire, afin de prédire le volume des réactifs de Carrez qu'on doit ajouter en fonction de l'absorbance de la mélasse.

**Mots clés: Mélasse, Sucres invertis, réactifs de Carrez, statistique, ANOVA 2 Facteur**



## Remerciements

*A l'issue de ce projet de fin d'études, nous tenons à remercier en premier lieu notre **DIEU**, notre créateur pour nous avoir donné la force pour accomplir ce travail.*

*Je tiens à remercier tout d'abord le **Directeur de la société LESAFFRE**, pour m'avoir accueilli au sein de son établissement.*

**A mon encadrant pédagogique, Pr BENTAMA ;**

*« Vous m'avez fait l'honneur d'accepter la direction de mon travail. Je vous adresse mes plus sincères remerciements pour votre accueil et vos conseils lors de la réalisation de mon travail »*

**Aux membres du jury ;**

**- Pr A. BOULAHNA**

**- Pr A. HARRACH**

*« Je vous adresse mes plus sincères remerciements pour avoir accepté de juger ce mémoire, veuillez trouver ici l'expression de ma profonde reconnaissance »*

**Aussi je tiens à remercier Monsieur EL HADRAMI responsable du Master CAC agiq, et tous mes professeurs à la faculté des Sciences et Techniques Fès.**

**A mon encadrant de stage, Monsieur BENNANI Ali ;**

*« Je tiens à vous remercier d'avoir accepté m'encadrer au sein du laboratoire et aussi pour votre aide et votre soutien durant la période de stage »*

**Au chef du laboratoire, Monsieur BOUKADIDA Abdelali ;**

*« Je vous remercie pour votre orientation dans l'élaboration de ce mémoire, votre grande disponibilité, vos conseils et votre précieuse aide »*

***D'une façon générale, je remercie tout le personnel de LESAFFRE pour son aide.***



## Dédicaces

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail à:

### **A Dieu le plus puissant**

*« Qui m'a donnée: la santé, la force, le courage, la croyance, le soutien pour être là aujourd'hui entrain de vous présenter ce modeste travail »*

### **A Mes chers parents**

*« Qui m'ont aidé par leur extrême affection, leur soutien inconditionnel et leurs conseils avisés à avancer dans mes études et dans ma vie »*

### **A Ma sœur**

*« Pour sa bonne humeur contagieuse et sa présence dans les moments difficiles »*

### **A Ma grande famille**

*« En témoignage de mon respect et de mon amour »*

### **A Mes amis**

*« En souvenir des agréables moments partagés »*

# Sommaire

<b>Introduction</b> .....	1
<b>Chapitre 1 : Présentation de la société</b>	
I. Présentation de LESAFFRE groupe .....	3
II. Historique du groupe LESAFFRE .....	4
III. Les activités du groupe .....	4
IV. Gamme de produits .....	5
V. Stratégie du groupe .....	6
VI. Organigramme de l'entreprise .....	6
<b>Chapitre 2 : Partie bibliographique</b>	
I. Généralité sur la levure .....	8
1. Définition .....	8
2. Développement de la levure .....	9
3. Le rôle de la levure dans la fabrication du pain .....	9
II. Processus de fabrication de la levure .....	10
1. Ensemencement: .....	10
2. Pré-fermentation .....	11
3. Fermentation .....	11
4. Séparation .....	11
5. Stockage .....	11
6. Déshydratation et Filtration .....	12
7. Emballage de la levure fraîche .....	12
8. Séchage et conditionnement de la levure sèche .....	12

III. Traitement de la mélasse.....	13
1. Définition .....	13
2. Types de mélasse.....	13
a) Mélasse de betterave .....	13
b) Mélasse de canne .....	14
c) Mélasse de raffinerie .....	14
3. Les différentes étapes du traitement de la mélasse.....	14
a) Dilution .....	15
b) Clarification .....	15
c) Stérilisation .....	15
4. Dosage des sucres dans la mélasse.....	16
a) Saccharose .....	16
b) Sucre inverti (Clerget) .....	17
c) Sucres réducteurs .....	18

### **Chapitre 3 : Substitution du réactif d'acétate de plomb par les reactif de Carrez**

Introduction.....	20
I. Description de la nouvelle méthode.....	20
1. Les réactifs de carrez .....	20
2. Mode opératoire .....	21
3. Matériel utilisé .....	21
II. Première partie: Comparaison des deux méthodes avec un volume des réactifs de Carrez égal à 10ml .....	22
1. Vérification de la normalité des données « Shapiro et Wilk »:.....	23
2. Test des points aberrants « GRUBBS »:.....	24
3. Test de comparaison des deux méthodes « Student »: .....	25



III. Deuxième partie: Comparaison des deux méthodes avec différentes dilutions de la mélasse et variation des volumes des réactifs de Carrez .....	27
1. Vérification de la normalité des données.....	28
2. Comparaison des deux méthodes .....	29
IV. Détermination du modèle.....	30
V. Prédiction inverse .....	33
Conclusion .....	34
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>35</b>

## **Références Bibliographique**

## **Annexes**

# Liste des Figures

Figure 1 : logo de la société .....	3
Figure 2 : Historique de LESAFFRE Maroc .....	4
Figure 3 : Organigramme de l'entreprise .....	6
Figure 4 : Cellule de levure <i>Saccharomyces cerevisiae</i> .....	8
Figure 5 : Schéma des étapes d'ensemencement .....	10
Figure 6 : Filtre rotatif .....	12
Figure 7 : Mélasse brute.....	13
Figure 8 : Mélasse de betterave.....	13
Figure 9 : Mélasse de canne.....	14
Figure 10 : Schéma général de la station de traitement de la mélasse.....	16
Figure 11 : Molécule du saccharose .....	16
Figure 12 : Réaction d'hydrolyse de saccharose .....	17
Figure 13 : Molécule de l'acétate de zinc dihydraté .....	20
Figure 14 : Molécule de potassium hexacyanoferrate (II) trihydraté.....	20
Figure 15 : Polarimètre numérique .....	21
Figure 16 : Mesure du pouvoir rotatoire $\alpha$ .....	21
Figure 17 : Graphe de normalité pour l'ancienne méthode.....	28
Figure 18 : Graphe de normalité pour la nouvelle méthode .....	29
Figure 19 : Graphe des résidus.....	30
Figure 20 : Droite de régression.....	32
Figure 21 : Graphe des résidus .....	32



## Liste des Tableaux

Tableau 1 : Taux de Clerget dans la mélasse de betterave brute .....	22
Tableau 2 : Calcul des paramètres de Shapiro et Wilk pour l'ancienne méthode.....	23
Tableau 3 : Calcul des paramètres de Shapiro et Wilk pour la nouvelle méthode .....	24
Tableau 4 : Calcul des paramètres de test de Grubbs pour l'ancienne méthode .....	25
Tableau 5 : Calcul des paramètres de test de Grubbs pour la nouvelle méthode .....	25
Tableau 6 : Test de Fisher .....	26
Tableau 7 : Test de Student .....	27
Tableau 8 : Taux de Clerget dans la mélasse de betterave brute pour l'ancienne méthode .....	27
Tableau 9 : Taux de Clerget dans la mélasse de betterave brute pour la nouvelle méthode .....	28
Tableau 10 : Analyse de variance .....	29
Tableau 11 : Résultats des absorbances en fonction de volume des réactifs de Carrez .....	31
Tableau 12 : Taux de Clerget pour l'ancienne méthode .....	33
Tableau 13 : Taux de Clerget pour la nouvelle méthode .....	33

# Introduction

L'industrie de la levure est la plus ancienne dans le domaine des biotechnologies. C'est néanmoins une industrie de pointe qui a bénéficiée de tous les progrès scientifiques. Ses produits résultent d'un travail de recherche et de développement permanent.

Face à l'importance du pain et des produits de boulangerie qui occupent une grande partie du régime alimentaire de l'Homme, LESAFFRE MAROC exerce son savoir-faire et propose des produits à base de levure de panification.

Cette levure de boulangerie est considérée comme un des plus importants produits de la biotechnologie, exige une maîtrise de tous les étapes de sa production pour augmenter la productivité, maintenir la qualité de produit fini et réduire les pertes de ceci.

La croissance optimale de cette levure a besoin de substances nutritives au cours de sa fermentation, comme la mélasse qui est la source de carbone, donc un contrôle de cette substance est nécessaire.

Dans ce contexte la société LESAFFRE nous a proposé durant la période de stage d'étudier et de faire une comparaison entre la nouvelle méthode de dosage des sucres invertis dans la mélasse de betterave et l'ancienne méthode qui présente plusieurs inconvénients.

Ainsi, le présent travail est réparti en trois parties :

- La première partie : présentation de LESAFFRE Maroc.
- La deuxième partie : portera sur une étude bibliographique concernant quelques généralités sur la levure, les étapes de sa production industrielle, et une description de traitement de la mélasse.
- La troisième partie : s'intéressera sur une étude expérimentale traitant les deux méthodes de dosage de la mélasse de betterave ainsi qu'une comparaison basée sur les tests statistiques acquis pendant ma formation.

# Chapitre 1 :

## présentation de la société

## I. Présentation de LES AFFRE groupe :

Les industries de production agro-alimentaires apparentées en biotechnologie dont la fabrication de la levure boulangère en fait partie, détient une place importante.

- Trois appartenant à la SOMADIR (à Casablanca et à El-Jadida).
- Une unité de LES AFFRE (à Fès).

LES AFFRE Group, est le leader mondial dans le domaine de la levure, présent dans plus de 170 pays.

L'hirondelle Symbole de proximité et de fidélité, est l'emblème fédérateur du groupe LES AFFRE à travers le monde.

Son siège est situé au quartier industriel SIDI BRAHIM à Fès.

L'entreprise compte, en plus du site de production à Fès, un Baking Center à Casablanca. Celui-ci constitue une vitrine des produits LES AFFRE ou les boulangers peuvent suivre des formations et voir des démonstrations afin de consolider leurs connaissances et améliorer leur savoir-faire.



Figure 1 : logo de la société

La politique commerciale de la société LES AFFRE se base sur la qualité. Bénéficiant de l'expertise et du savoir-faire du groupe LES AFFRE, LES AFFRE Maroc possède un laboratoire d'analyse qui effectue chaque jour de nombreux tests physico-chimiques et bactériologiques. La qualité des levures est ainsi sans cesse évaluée afin d'optimiser leur performance : force fermentative, pureté, stabilité et résistance par rapport au contexte climatique.

L'entreprise bénéficie d'une reconnaissance à l'échelle mondiale puisqu'elle a reçu deux trophées :

- Le trophée du prestige arabe en 1984 à Barcelone.
- Le trophée international de la qualité en 1985 à Madrid.

## II. Historique du groupe LESAFFRE

Créée en 1975, la société SODERS est depuis 1993 majoritairement détenue par le groupe Français LESAFFRE. Elle est ainsi devenue la première entreprise privatisée du Maroc. Elle bénéficie de l'expérience et de la maîtrise technique du leader mondial de la fabrication de levure de panification. Basée à Fès, elle emploie 170 personnes avec une superficie de deux hectares qui bénéficie d'une politique salariale attractive et des possibilités de formation continue d'un grand groupe, qui a su conserver les valeurs humaines d'une entreprise familiale.

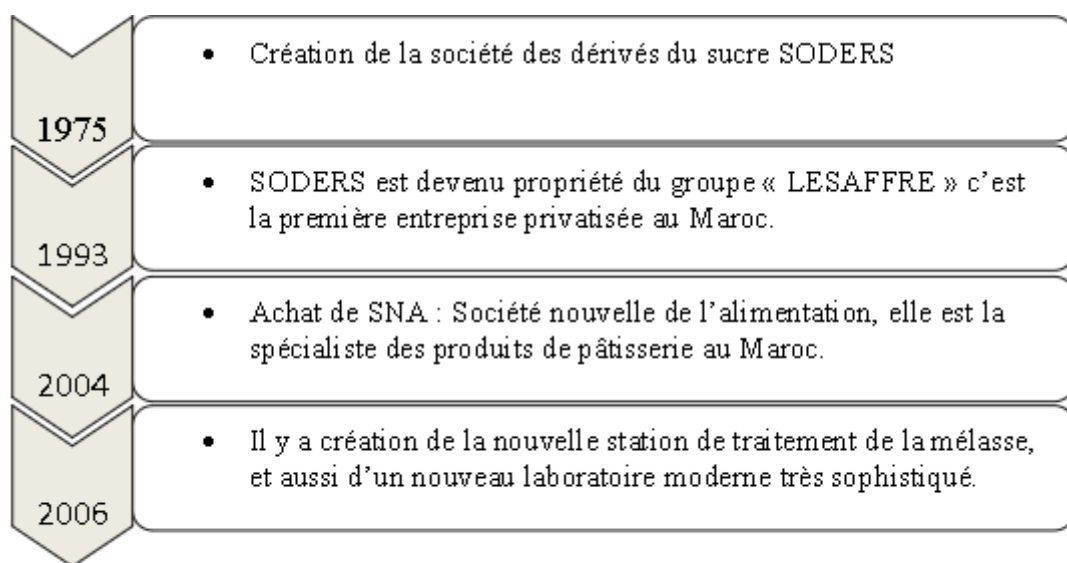


Figure 2 : Historique de LESAFFRE

## III. Les activités du groupe

LES AFFRE conçoit et propose des solutions de panification, ainsi qu'une large gamme de levures et d'améliorants. L'entreprise répond également à des demandes spécifiques de l'industrie agroalimentaire, proposant ainsi des produits obtenus par fermentation et bioconversion utilisés pour leurs propriétés aromatisants et nutritionnelles. Bien que la mission majeure soit la production industrielle, LES AFFRE veille depuis toujours à respecter l'environnement, et d'assurer le bien-être des hommes, des animaux et des végétaux.

#### IV. Gamme de produits

LESAFFRE fabrique et commercialise au Maroc de la levure et des améliorants de panification des marques suivantes :

- *Jaouda* pour la levure fraîche



- *Rafaa* pour la levure sèche



- *Ibis* et *Magimix* pour les améliorants ,qui sont des produits qui améliorent les qualités organoleptiques : apportent au consommateur le pain qu'il apprécie que ce soit en terme de volume ,de texture ,d'aspect et couleur de croûte, de conservation et bien sûr le goût .



## V. Stratégie du groupe

La société LESAFFRE a su concilier entre plusieurs points- clés, lui permettant d’adopter le statut du leader mondial dans l’industrie de levure de panification et ses extraits, en répondant aux besoins de ses clients et respectant le contexte culturel et environnemental du pays de chacune de ses implantations. Parmi ces points:

- Innovation technique.
- Investir dans le domaine de la recherche et développement.
- Fournir des produits de qualité.
- Réseau international.

## VI. Organigramme de l’entreprise

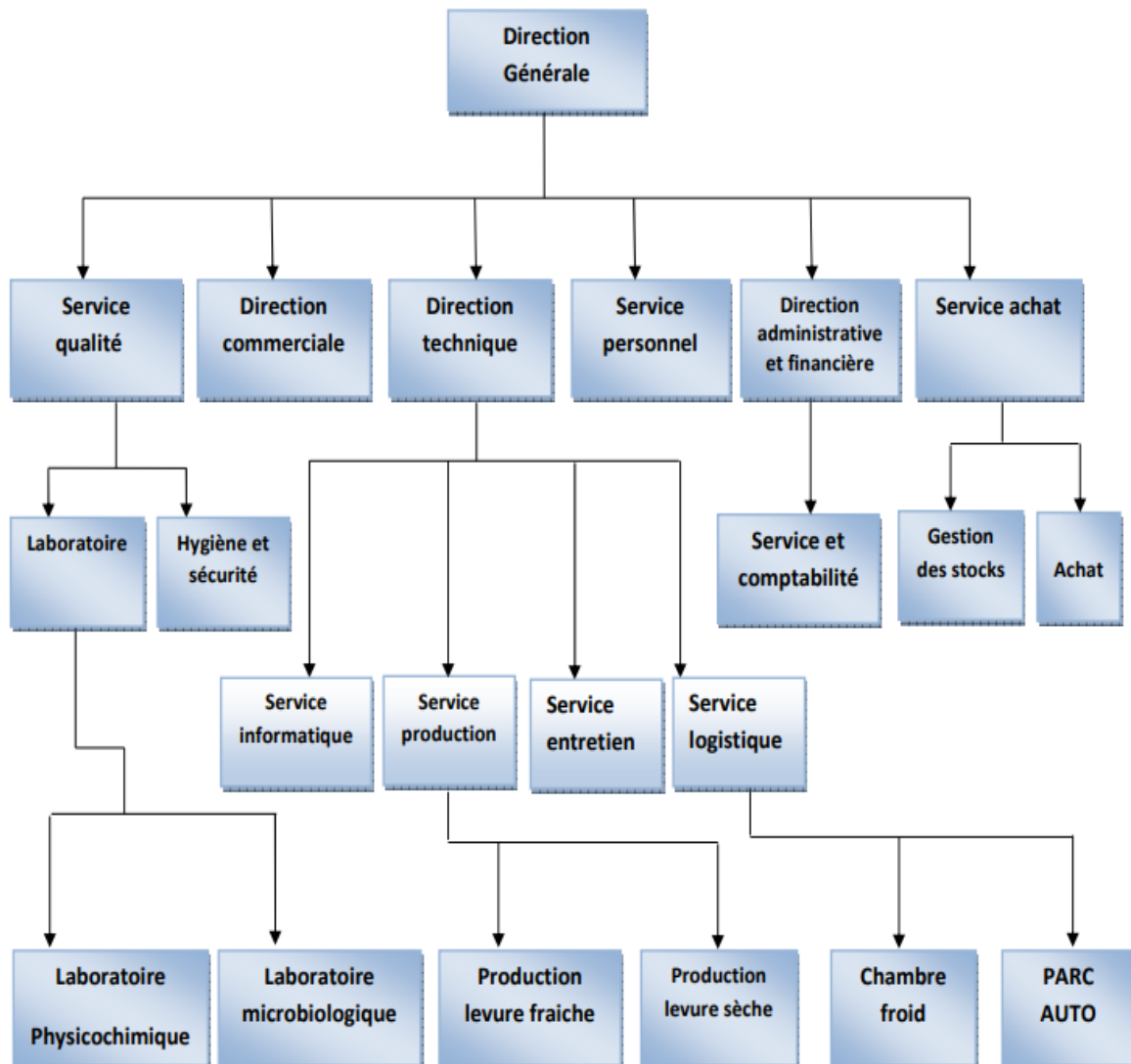


Figure 3 : organigramme de l’entreprise

# Chapitre 2 :

## Partie bibliographique



## I. Généralité sur la levure

### 1. Définition

La levure est un champignon unicellulaire vivant. Quand on le nourrit avec du sucre en présence d'air il se multiplie. A partir de quelque gramme de cellules mères, on récolte par multiplication successives plusieurs tonnes de levures.

Il existe plusieurs espèces de levures, mais seulement une petite partie de celles-ci est considérée comme ayant une importance commerciale, principalement celle utilisée dans la fabrication de la levure boulangère, connue sous le nom scientifique «*saccharomyces cerevisiae*» : «*saccharo*» vient de sucre, «*Myces*» de champignon (moisissure) et «*cerevisiae*» signifie «*brasserie*» en latin.

C'est cette levure qui est utilisée lors la fabrication du pain. En effet, elle a la particularité de transformer les sucres naturellement présents dans la farine en alcool (é vaporé à la cuisson) et en gaz carbonique (CO<sub>2</sub>). C'est ce dernier qui donne du volume au pain.

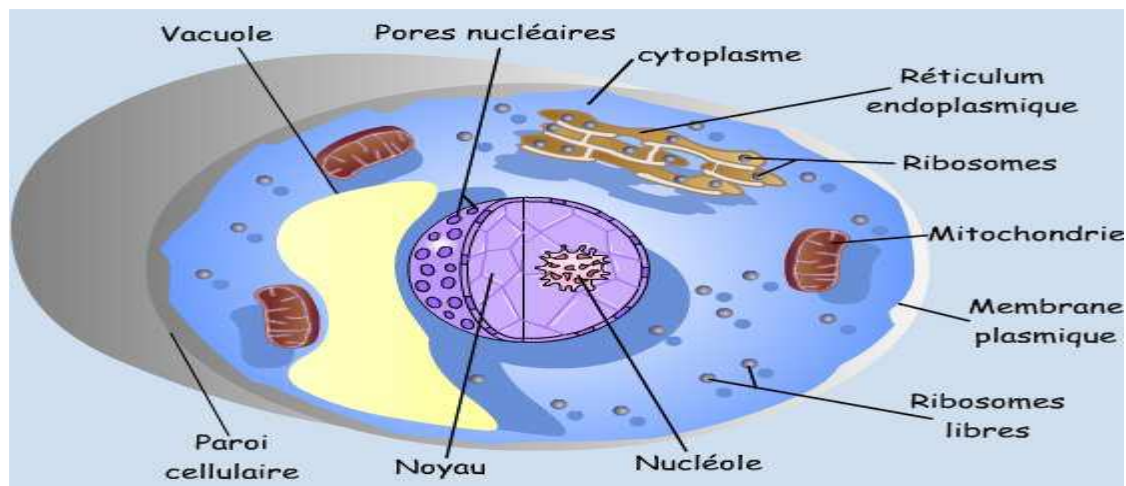


Figure 4 : Cellule de levure *Saccharomyces Cerevisiae*

Les enzymes présentes dans la cellule de levure au niveau du cytoplasme jouent un rôle capital dans les pâtes levées:

**La maltase**, qui agit sur la transformation du maltose en glucose

**L'invertase**, qui agit sur la transformation du saccharose en glucose et fructose

**La zymase**, qui agit sur la transformation du glucose et fructose en dioxyde de carbone et éthanol (gaz de rejet de la fermentation alcoolique).

## 2. Développement de la levure

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

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

### ➤ En présence d'air (aérobiose) ou milieu aérobique :

La levure respire : elle dégrade les sucres simples présents dans son milieu de vie, par un métabolisme oxydatif qui conduit à la formation d'eau, de gaz carbonique et une grande quantité d'énergie (vie, croissance et multiplication), selon la réaction :



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

### ➤ En absence d'air (anaérobiose) ou milieu anaérobique :

Grâce aux enzymes (les zymases), la levure fermente. Les enzymes dégradent les sucres simples présents dans son milieu de vie, par un métabolisme fermentatif qui conduit à la formation de gaz carbonique, d'alcool et un peu moins d'énergie. Ce métabolisme fermentatif moins énergétique que le métabolisme oxydatif, affecte la multiplication cellulaire mais à l'avantage de permettre à la levure de survivre même en anaérobiose.



## 3. Le rôle de la levure dans la fabrication du pain

Le gaz carbonique fait gonfler la pâte et il donne à la mie une structure poreuse et légère. La levure joue un rôle important dans la coloration de la croûte. Elle est l'ingrédient le plus important pour avoir un bon pain.

## II. Processus de fabrication de la levure

### 1. Ensemencement:

Chaque mois la société LESAFFRE Maroc reçoit de la France 2 souches de *Saccharomyces cerevisiae*. La première est destinée à la levure fraîche et l'autre à la levure sèche. Ces souches sontensemencées dans des tubes dans un milieu nutritif spécifique à la croissance des levures pour préparer 60 tubes par mois (30 tubes pour chaque souche).

Cette étape exige un travail dans des conditions strictement aseptiques pour écarter tout risque de contamination, Chaque jour deux tubes sontensemencées dans des petits cônes appelé « Van Lear » de 0.5L, laissera possible une première multiplication cellulaires pendant 2h puis, le contenu du « Van Lear » est versé dans un ballon plus grand (7L) appelé « Carlsberg » où elles se multiplient à nouveau pendant 24h, puis on fait passer le contenu dans une cuve de 800L, avec l'ajout de mélasse, phosphate, sulfate, urée, vitamine, eau et l'air (figure 5).

Pendant le processus de culture, LESSAFFRE contrôle précisément la température, le pH et le substrat sur lequel la levure se développe de façon à optimiser les conditions de croissance. La levure se développe en condition aérobie.

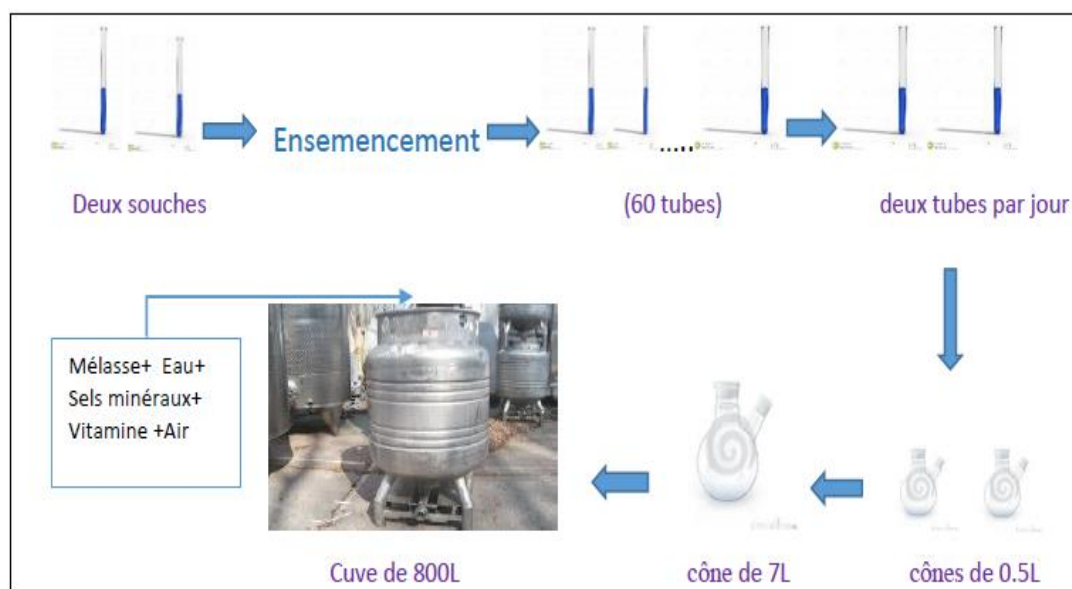


Figure 5: schéma des étapes d'ensemencement

## 2. Pré-fermentation

Après incubation dans la cuve de 800L, le mout obtenu passe à la cuve de la pré-fermentation où on ajoute de la mélasse et les autres éléments comme l'urée qui contient l'azote, le phosphate, le sulfate, le chlorure de magnésium, les vitamines que la levure nécessite pour sa multiplication et l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) car les levures vivent dans les milieux acides. On contrôle aussi le pH qui doit être entre 3,4 et 4,5 avec l'agitation. Les levures sont aérées grâce à l'oxygène de l'air.

## 3. Fermentation

Après la pré-fermentation. La phase de la fermentation se fait dans des grandes cuves, elle consiste l'alimentation continue en mélasse et en autres ingrédients. Après certain temps (17 heures), on a une grande population de levure sous forme liquide qu'on appelle le mout. On ajoute aussi une anti-mousse pour éviter les mousses qui se produisent lors de la fermentation.

La fermentation se fait en présence de l'oxygène pour minimiser la formation d'alcool car celui-ci donne une couleur désagréable à la levure et réduit la période de conservation.

## 4. Séparation

Le mout, qui est un mélange de levure, d'eau et de la mélasse, nécessite une séparation pour obtenir à la fin de l'opération une crème qui contient de la levure pure. Après la crème est refroidie à une température de  $4^{\circ}C$ , placée dans une cuve d'acidification pour lutter contre le développement des bactéries puis on fait une deuxième fermentation dans une cuve qui contient de l'eau et des éléments nutritifs (mélasse, urée, phosphate) et l'oxygène qui provient de l'air. Ainsi qu'une deuxième séparation est effectuée par centrifugation, qui permet d'obtenir un liquide dense (crème) et un liquide léger, c'est le mout délevuré qui est rejeté vers les égouts.

## 5. Stockage

La crème obtenue après la séparation est acidifiée par l'acide sulfurique à  $pH = 2$  pour éviter la contamination et stockée à  $4^{\circ}C$  pour ralentir le métabolisme cellulaire.

## 6. Déshydratation et Filtration

Cette étape sert à éliminer le maximum d'eau présenté dans la levure pour la préserver d'une contamination puisque l'eau facilite l'altération par les microorganismes.

La crème arrive au niveau d'un filtre rotatif qui contient une couche filtrante d'amidon qui ne laisse pénétrer que de l'eau et piège la levure grâce à sa petite porosité. A la surface du cylindre du filtre il y a création continue et uniforme du vide nécessaire à l'aspiration de l'eau à travers la couche d'amidon.

En traversant la couche filtrante de l'extérieur vers l'intérieur: la levure est fixée à la surface de la couche et récupérée sous forme de levure râpée.



**Figure 6: Filtre rotatif**

## 7. Emballage de la levure fraîche

La levure fraîche est emballée grâce à une machine spéciale appelée : «Boudineuse » constituée à la fois, d'un malaxeur, et d'une enveloppeuse. Le gâteau obtenu après filtration est envoyé à la boudineuse pour obtenir un produit fini sous forme de boudins de 500g qui seront emballés, puis encartonnés par des ouvriers (cartons de 20 unités), ensuite passent par une balance pour vérifier le poids, et à la fin de ce processus les paquets de levure sont envoyés vers une chambre froide pour la conserver à 4°C avant sa sortie au marché.

## 8. Séchage et conditionnement de la levure sèche

Le gâteau obtenu est transformé en vermicelle à l'aide d'une grille de porosité connue, ensuite elle est transférée au sécheur qui sert à éliminer le maximum d'eau restant dans la cellule sans l'endommager.

Ensuite la levure sèche est emballée sous vide ou sous azote et stocké à température ambiante car son activité en eau est faible.

### III. Traitement de la mélasse

#### 1. Définition

La mélasse est un mélange résultant du raffinage du sucre extrait de la betterave sucrière ou de la canne à sucre. Elle contient 40 à 50% de sucre, très riche en minéraux « potassium, calcium, magnésium, phosphore » ce qui n'est pas le cas du saccharose.

C'est une substance très nutritive pour les levures et les bactéries dans les fermenteurs. Sa richesse en composés nutritifs pour les levures nécessite son utilisation comme substrat essentiel dans l'industrie de la fermentation contrairement au saccharose qui est très calorifique.



Figure 7 : Mélasse brute

#### 2. Types de mélasse

##### a) *Mélasse de betterave :*

Elle provient de la fabrication du sucre extrait de la betterave. Elle se présente sous la forme d'un liquide visqueux et homogène de couleur marron.

Le sucre, essentiellement le saccharose, est le composant le plus important de la mélasse de betterave (de 45 à 50%). Elle contient aussi 10 à 12 % de protéine brute dont 5 à 7% de bétanine.



Figure 8 : Mélasse de betterave

### *b) Mélasse de canne :*

Elle provient de la fabrication du sucre extrait de la canne à sucre. Elle se présente sous la forme d'un liquide visqueux et homogène de couleur marron foncé à noir, d'odeur et de saveur caractéristiques de la réglisse. La teneur en sucres (environ 45%) est constituée de saccharose (1/3) et de sucres réducteurs comme le glucose et le fructose (2/3).



**Figure 9 : Mélasse de canne**

### *c) Mélasse de raffinerie :*

Elle provient du raffinage des sucres roux de canne. Sa teneur en sucre particulièrement élevée (50 à 60 %) et ses caractéristiques organoleptiques la rendent susceptible (dans certaines conditions) d'être utilisée dans la fabrication de produits alimentaires (confiserie, biscuiterie,...).

## 3. Les différentes étapes du traitement de la mélasse

Le service de préparation de la mélasse respecte des étapes nécessaires pour réussir un bon traitement de la mélasse à savoir :

- Réduire la viscosité de la mélasse par dilution et chauffage.
- Eliminer les fibres et les colloïdes par clarification.
- Eliminer les formes végétatives des contaminants microbiens par stérilisation.
- Produire de l'eau chaude par refroidissement de la mélasse clarifiée et stérilisée à travers des échangeurs.

La préparation de la mélasse se fait selon les étapes suivantes :

*a) Dilution :*

Après la réception et le stockage de la mélasse. Elle passe à la dilution afin d'obtenir une mélasse de concentration bien déterminée, en ajoutant de l'eau et de la vapeur d'eau.

La mélasse brute à diluer contient environ 60% de betterave, 20% de la canne, et 20% des sucres raffinés dilué ce mélange est ensuite dilué par l'intermédiaire d'une eau chaude à 66°C et une vapeur d'eau à une pression de 3,5 bars.

*b) Clarification :*

La mélasse diluée passe ensuite dans un clarificateur centrifuger. Cette étape consiste à éliminer les colloïdes et les boues par la centrifugation qui sépare les éléments de densités différentes par une rotation très rapide.

A la fin, la mélasse diluée et clarifiée est stockée dans des cuves MDC à une température de 70°C.  
Nb : les résidus de la mélasse peuvent être utilisés dans le domaine d'Agriculture pour donner une bonne production des plantes, car ils sont riches en éléments nutritifs tels que l'azote, le phosphore et le potassium.

*c) Stérilisation :*

La mélasse diluée clarifiée (MDC) est stérilisée par injection de vapeur sous pression de 3.5 bars. Le contact de la vapeur avec la mélasse MDC permet l'augmentation de la température de ce dernier de 90°C à 120°C.

La température de 120 °C pendant 2 minutes permet de détruire toute la flore microbienne sous barème de stérilisation : est un couple temps- température qui doit être appliqué pour atteindre la stérilité commerciale.

On obtient finalement, une mélasse diluée clarifiée stérilisée (MDCS), Cette dernière est refroidie par un échangeur à plaques mélasse-eau afin d'abaisser sa température à 36C adéquate pour la fermentation.



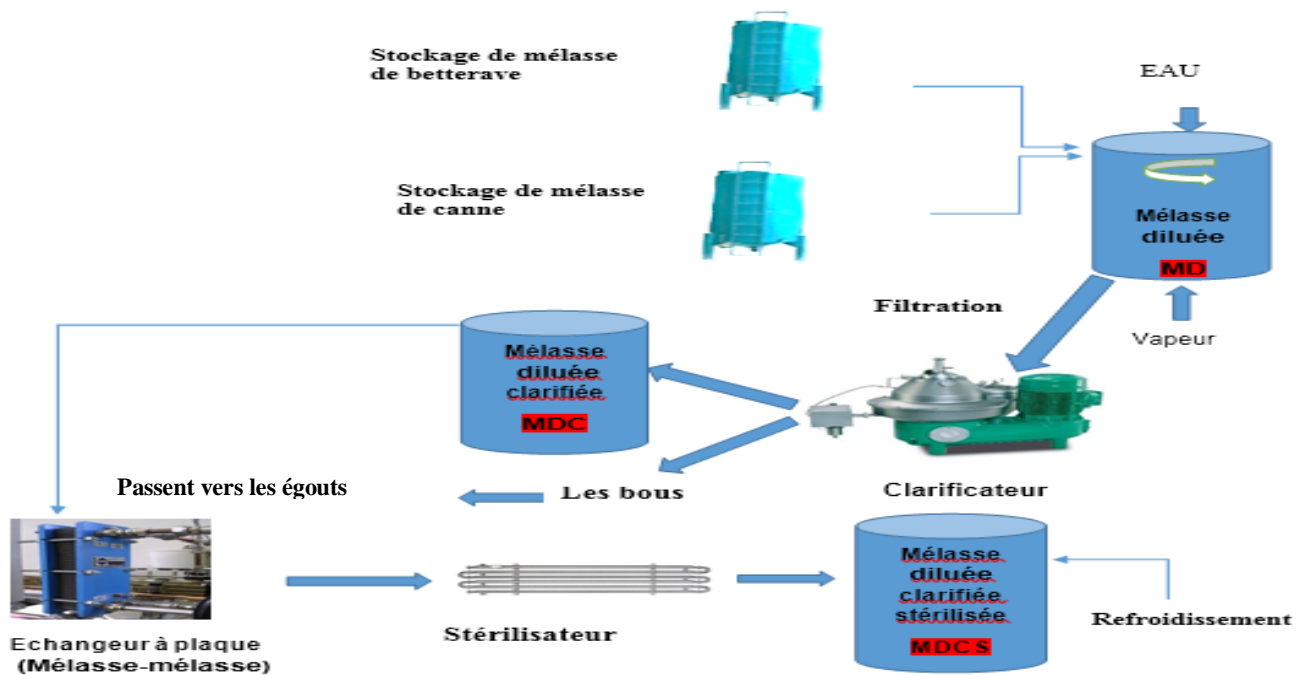


Figure 10 : Schéma général de la station de traitement de la mélasse

#### 4. Dosage des sucres dans la mélasse

Au cours de traitement de mélasse par la clarification, il y a des pertes en sucres dans la mélasse dans ce cas, nous avons été amenés à effectuer les analyses suivantes à la fois sur le saccharose, les sucres invertis (Clerget) et les sucres réducteurs (glucose, fructose).

##### a) Saccharose :

Le saccharose est un glucide courant dans le monde végétal, il est composé d'une molécule de glucose associée à une molécule de fructose par une liaison glycosidique .C'est donc un diholoside (ou disaccharide dans l'ancienne nomenclature) et sa formule est  $C_{12}H_{22}O_{12}$ .

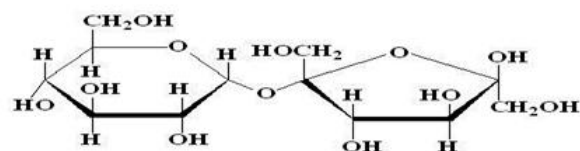


Figure 11 : Molécule du Saccharose

Le saccharose constitue le sucre de table. Il est produit par la betterave et la canne à sucre, il est soluble dans l'eau. Il est souvent utilisé comme additif par l'industrie agro-alimentaire. Pour l'homme, le saccharose constitue une source importante de glucose.

➤ **Mode opératoire du Dosage du saccharose:**

- Dans une fiole de 200 ml : peser 16 g de mélasse brute
- Ajouter 15 ml d'acétate de plomb basique (éliminer tout ce qui est non sucres comme les protéines les vitamines) et compléter par de l'eau distillée au trait de jauge tout en éliminant la mousse avec l'éther
- Après Agitation et filtration, la polarisation du filtrat est mesurée à l'aide d'un polarimètre numérique l'angle obtenu permet de calculer le taux de saccharose par la relation suivante :

$$\% \text{Saccharose} = \frac{\alpha \times 0,75 \times 100}{\frac{PE}{2}}$$

Avec :  $\alpha$  : l'angle de rotation

0,75 : constante de l'appareil

PE : prise d'essai

*b) Sucre inverti (Clerget) :*

Le sucre inverti est un mélange équimolaire de glucose et de fructose obtenu par hydrolyse du saccharose. Il est facilement hydrolysable soit par les acides (hydrolyse chimique), soit par une enzyme intestinale : l'invertase.



**Figure 12 : Réaction d'hydrolyse de saccharose**

➤ **Mode opératoire du Dosage de sucre inverti:**

- Le mode opératoire étant identique à celui du saccharose, après filtration, on prend 50ml de filtrat, on y ajoute 5ml d'acide chlorhydrique (37 %) (pour précipiter le  $\text{PbCl}_2$ ) tout en agitant.
- Ensuite on chauffe notre solution au bain marie à  $70^\circ\text{C}$  pendant 10 minutes. Après refroidissement ( $20^\circ\text{C}$ ) on ajoute à notre solution 0.30 g du charbon actif (pour éliminer les impuretés) en agitant.
- Après quelques minutes on fait une double filtration du mélange et on récupère le filtrat.
- A l'aide d'un polarimètre on mesure la polarisation du filtrat c'est-à-dire l'angle de rotation  $\alpha_2$  (négative).

Le taux de Clerget se calcule par la relation suivante :

$$\%Clerget = \frac{(\alpha_1 - 1,1\alpha_2) \times 7500}{\left(144 - \frac{T}{2}\right) \times \left(\frac{PE}{2}\right)}$$

Avec : T°C: la température = 20°C

$\alpha_1$  : L'angle de rotation du saccharose

$\alpha_2$  : L'angle de rotation du saccharose inversé

1,1 : Facteur de dilution

PE : Prise d'essai

### c) Sucres réducteurs :

Les sucres réducteurs sont des sucres simples réactifs donneurs d'électrons dans une réaction d'oxydoréduction. On peut citer le glucose, le fructose et le maltose.

C'est un test spécifique pour la mélasse de canne, car elle est plus riche en sucres réducteurs qu'en saccharose.

#### ➤ Mode opératoire du Dosage des sucres réducteurs:

- On prend 10ml de filtrat qu'on a utilisé dans le saccharose dans un erlenmeyer on ajoute 10 ml de double tartrate de sodium et de potassium (pour complexer les ions  $\text{Cu}^{2+}$ ) et 10 ml de sulfate de cuivre (agent oxydant) et on porte le mélange à ébullition pendant 8 minutes à 95°C.
- Après le refroidissement de la solution, on ajoute 5ml d'acide acétique (N/30) (pour neutraliser le milieu) et 20ml d'une solution d'iode (N/30) on agite ensuite, on titre l'excès d'iode dans notre solution par les thiosulfates de sodium (N/30) en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.
- Le taux des sucres réducteurs est calculé par l'équation suivante :

$$\% \text{ sucres réducteurs} = \frac{(V(\text{blanc}) - V(\text{échantillon})) \times 0,1}{PE}$$

V (échantillon) = volume de la tombée de la burette du dosage de l'échantillon.

V (blanc) = volume de la tombée de la burette du dosage sans échantillon

## Chapitre 3 :

# Substitution du réactif d'acétate de plomb par les réactifs de Carrez

## Introduction

Au sein du laboratoire de la société LESAFFRE Maroc, et pour le dosage des sucres invertis dans la mélasse de betterave sucrière ils utilisent l'acétate de plomb ( $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ). Alors vu la toxicité de ce réactif ainsi qu'il est une substance classée cancérigène et reprotoxique, aussi cette méthode prend du temps, et il ne donne pas directement les résultats du Clerget, le laboratoire décide de faire une substitution par les réactifs de Carrez mais avant de mettre en place cette nouvelle méthode toute une étude doit être réalisée pour s'assurer qu'il donne des résultats équivalente à l'ancienne méthode.

Cette étude a été réalisée en deux parties :

**1ère partie :** comparaison entre les deux méthodes tout en fixant le volume des deux réactifs égal à 10 ml pour une même mélasse de betterave brute.

**2ème partie :** la coloration de la mélasse agit sur le volume des réactifs ajoutés donc on procède à des différentes dilutions, et pour chaque dilution on mesure l'absorbance, ainsi que des volumes des réactifs de carrez variés mais toujours sur le même échantillon.

### I. Description de la nouvelle méthode

#### 1. Les réactifs de carrez

- **Solution Carrez 1 : Zinc Acétate dihydraté :  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$**

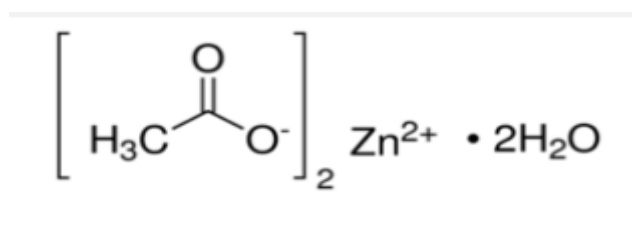


Figure 13 : Molécule de l'acétate de zinc dihydraté

- **Solution Carrez 2 : Potassium Hexacyanoferrate (II) trihydraté :  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$**



Figure 14 : Molécule de Potassium hexacyanoferrate (II) trihydraté

Quand on mélange les deux solutions de Carrez, il se forme de l'hexacyanoferrate de zinc insoluble, et ce produit précipite en entraînant les protéines présent dans la solution, et notre but c'est d'éliminer tous les facteurs qui pourraient gêner l'analyse comme les éléments non sucré.

Le précipité peut alors être facilement séparé par filtration ou centrifugation de la solution d'échantillon clarifiée.

## 2. Mode opératoire

- Dans une fiole de 200ml, on pèse 13g de betterave
- On ajoute V (ml) de chaque réactif de carrez
- On complète jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillé
- Après agitation et filtration, on mesure la polarisation du filtrat à l'aide d'un polarimètre numérique.

## 3. Matériel utilisé

Un polarimètre est un instrument de laboratoire utilisé pour déterminer l'angle d'activité optique d'une lumière polarisée passant à travers un échantillon liquide.

Les polarimètres numériques et automatiques fonctionnent rapidement avec une haute résolution et une plus grande précision que les polarimètres classiques. Ils sont simples à utiliser et efficace du point de vue du temps passé. Ils réduisent la durée de mesure à 1 seconde indépendamment de l'angle de l'échantillon.



Figure 15 : Polarimètre numérique

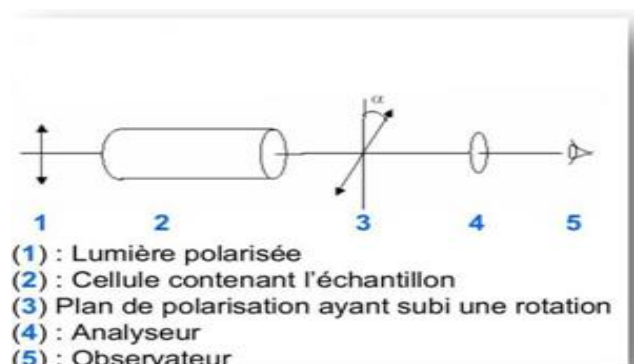


Figure 16 : Mesure du pouvoir rotatoire  $\alpha$

Le pouvoir rotatoire, également appelé activité optique est la propriété que certains milieux peuvent dévier le vecteur d'un faisceau lumineux les traversant. Les composés induisant une déviation du vecteur vers la droite sont qualifiés de dextrogyres (ex: saccharose). Les composés induisant une déviation du vecteur vers la gauche sont qualifiés de lévogyres (ex: fructose).

## II. Première partie: Comparaison des deux méthodes avec un volume des réactifs de Carrez égal à 10ml

Dans cette première partie on fixe le volume des deux réactifs de Carrez à 10 ml pour la même mélasse de betterave brute pour faire une comparaison entre les deux méthodes.

### ❖ Résultats et interprétations

L'analyse du taux de Clerget a été effectuée sur le même échantillon de mélasse de betterave pendant différents jours. Le calcul du Clerget pour l'ancienne méthode se fait par la relation suivante :

$$\% \text{Clerget} = \frac{((\alpha_1 + (-1.1) \cdot \alpha_2) \cdot 0.75 \cdot 10^4)}{\left(144 - \frac{T^{\circ}\text{C}}{2}\right) \cdot 6.5}$$

Et pour la nouvelle méthode :

$$\% \text{Clerget} = \frac{0.75 \cdot \alpha}{6.5} \cdot 100$$

Les résultats de ces analyses sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau 1 : Taux de Clerget dans la mélasse de betterave**

Mesure	Ancienne méthode			Nouvelle méthode	
	$\alpha_1$	$\alpha_2$	%Clerget	$\alpha$	%Clerget
1	4,69	-1,43	43,8176	3,77	43,5000
2	4,82	-1,55	45,6507	3,88	44,7692
3	4,69	-1,82	46,8190	3,93	45,3462
4	4,9	-1,49	45,7486	3,92	45,2308
5	4,96	-1,48	46,0914	3,93	45,3462
6	4,96	-1,56	46,7071	3,99	46,0385
7	4,91	-1,55	46,2803	4,01	46,2692
8	4,94	-1,61	46,9520	4,04	46,6154
9	4,86	-1,41	44,8531	4	46,1538
10	4,85	-1,5	45,4757	4,06	46,8462

## 1. Vérification de la normalité des données « Shapiro et Wilk »:

Afin d'étudier la normalité des résultats de notre population, on établit les paramètres du test sur le tableau ci-dessous.

En statistique, le test de Shapiro–Wilk teste l'hypothèse nulle selon laquelle un échantillon  $x_1, x_2, \dots, x_n$  est issu d'une population normalement distribuée.

La relation de Shapiro et Wilk se calcule par l'équation suivante :

$$W_{cal} = \frac{\sum(a*d)^2}{SCE_x}$$

Avec :  $d_i = X_{n-i+1} - X_i$

a : des coefficients lus sur la table des coefficients, pour n donnée.

$H_0$  :  $X_i$  forment une distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale

$H_1$  : la distribution est significativement différente d'une loi normale

### ➤ L'ancienne méthode :

Tableau 2 : calcul des paramètres de Shapiro et Wilk pour l'ancienne méthode

Mesure	Ancienne méthode			Test de Shapiro et Wilk			
	$\alpha_1$	$\alpha_2$	% Clerget	d	a	$(X_i - \bar{X})^2$	a*d
1	4,69	-1,43	43,8176	3,1343	0,5739	4,088167	1,798791
2	4,82	-1,55	45,6507	1,9660	0,3291	0,973131	0,646995
3	4,69	-1,82	46,8190	1,2313	0,2141	0,132355	0,263631
4	4,9	-1,49	45,7486	0,6297	0,1224	0,035683	0,077071
5	4,96	-1,48	46,0914	0,3428	0,0399	0,008272	0,013678
6	4,96	-1,56	46,7071			0,063436	
7	4,91	-1,55	46,2803			0,194274	
8	4,94	-1,61	46,9520			0,752621	
9	4,86	-1,41	44,8531			0,959376	
10	4,85	-1,5	45,4757			1,237449	

Test de shapiro et wilk				
$\bar{X}$	SCE <sub>x</sub>	$\sum(a*d)$	W <sub>cal</sub>	W <sub>crit(5%,10)</sub>
45,8396	8,4448	2,8002	0,9285	0,842



**Décision :**

$W_{cal} > W_{crit} (5\%,10) \implies$  On accepte l'hypothèse  $H_0$  de normalité : Donc les données suivent une loi normale.

➤ **La nouvelle méthode :**

**Tableau 3 : calcul des paramètres de Shapiro et Wilk pour la nouvelle méthode**

Mesure	Nouvelle méthode		Test de Shapiro et Wilk			
	A	%Clerget	d	a	$(X_i - \bar{X})^2$	a*d
1	3,77	43,5000	3,3462	0,5739	4,4586	1,9204
2	3,88	44,7692	1,8462	0,3291	0,7095	0,6076
3	3,93	45,3462	1,0385	0,2141	0,1450	0,2223
4	3,92	45,2308	0,8077	0,1224	0,0704	0,0989
5	3,93	45,3462	0,6923	0,0399	0,0704	0,0276
6	3,99	46,0385			0,1823	
7	4,01	46,2692			0,2941	
8	4,04	46,6154			0,4326	
9	4	46,1538			1,0077	
10	4,06	46,8462			1,5243	

Test de Shapiro et Wilk				
$\bar{X}$	SCEx	$\Sigma(a*d)$	$W_{cal}$	$W_{crit}(5\%,10)$
45,6115	8,8948	2,8767	0,9304	0,842

**Décision :**

$W_{cal} > W_{crit} (5\%,10) \implies$  On accepte l'hypothèse  $H_0$  de normalité : Donc les données suivent une loi normale.

**2. Test des points aberrants « GRUBBS » :**

On détermine les paramètres du test de GRUBBS, pour déterminer les valeurs aberrantes, il se calcule par les relations suivantes :

$$G_a = \frac{(\bar{X} - X_{min})}{\sigma} \qquad G_b = \frac{(X_{max} - \bar{X})}{\sigma}$$

**Règle de décision :** - si le plus grand des deux rapports est supérieur à la valeur lue dans la table (Grubbs simple) au risque d'erreur 5%, la donnée est considéré comme aberrante

➤ **L'ancienne méthode :**

Dans notre cas,  $\bar{X}_1 = 45.8396$  et  $\sigma_1 = 0.9687$  ; Le tableau suivant illustre les résultats :

**Tableau 4 : Calcul des paramètres de test de Grubbs pour l'ancienne méthode**

Test de GRUBSS				
			$G_{cal}$	$G_{crit} (5\%,10)$
<b>Ga</b>	<b>Xi min</b>	43,8176	2,0873	2,176
<b>Gb</b>	<b>Xi max</b>	46,9520	1,1484	

**Décision :**

$G_a < G_{crit} \implies$  donc les valeurs ne sont pas considérées comme aberrantes

➤ **La nouvelle méthode :**

Dans notre cas,  $\bar{X}_2 = 45.6115$  et  $\sigma_2 = 0.9941$  ; Le tableau suivant illustre les résultats :

**Tableau 5 : Calcul des paramètres de test de Grubbs pour la nouvelle méthode**

Test de GRUBSS				
			$G_{cal}$	$G_{crit} (5\%,10)$
<b>Ga</b>	<b>Xi min</b>	43,5000	2,1240	2,176
<b>Gb</b>	<b>Xi max</b>	46,8462	1,2419	

**Décision :**

$G_a < G_{crit} \implies$  donc les valeurs ne sont pas considérées comme aberrantes

**3. Test de comparaison des deux méthodes « Student » :**

Avant de faire le test de Student, il faut vérifier si les deux écarts types sont fusionnables ou non par le test de Fisher.

Selon la relation suivante :  $F_{cal} = \frac{S_1^2}{S_2^2} \quad S_1 > S_2$

- $F_{obs} < F_{crit}$  : les écarts types sont du même ordre de grandeur
- $F_{obs} > F_{crit}$  : les écarts types ne sont pas du même ordre de grandeur

Le tableau suivant illustre les résultats :

**Tableau 6 : test de Fisher**

Paramètres	N	ddl	Moyenne	Ecart-type	Variance	Fcal	Ftab(5%,9,9)
Ancienne Méthode	10	9	45,8396	0,9687	0,9383	1,0533	3,179
Nouvelle Méthode	10	9	45,6115	0,9941	0,9883		

**Décision :**

$F_{obs} < F_{crit} \rightarrow$  les écarts types sont du même ordre de grandeur, donc on peut les fusionnés.

L'écart-type fusionné, que l'on note  $S_p$  est alors :

$$S_p = \sqrt{\frac{ddl1 \cdot s_1^2 + ddl2 \cdot s_2^2}{ddl1 + ddl2}}$$

$S_p = 0,9815$

Maintenant on passe au test de Student pour la comparaison des deux moyennes : deux méthodes, le calcul s'effectue par la relation suivante :

$$T_{obs} = \frac{abs(\bar{X}_1 - \bar{X}_2)}{S_p \sqrt{\frac{2}{n}}}$$

$H_0 : \bar{X}_1 = \bar{X}_2 : T_{obs} < T_{crit} : \text{les deux moyennes ne sont pas significativement différentes.}$

$H_1 : \bar{X}_1 \neq \bar{X}_2 : T_{obs} > T_{crit} : \text{les deux moyennes sont significativement différentes.}$

Le tableau suivant illustre les résultats trouvés :

**Tableau 7 : test de Student**

Paramètres	N	Moyenne	Sp	T <sub>obs</sub>	T <sub>crit(0,025 ;18)</sub>
Ancienne Méthode	10	45,8396	0,9815	<b>0,5195</b>	<b>2,101</b>
Nouvelle Méthode	10	45,6115			

**Décision :**

$T_{obs} < T_{crit}$  : on accepte  $H_0$  → Donc les deux moyennes sont équivalentes

On peut conclure qu'il n'y a pas une différence significative entre les deux méthodes, sa veux dire que la nouvelle méthode donne des résultats équivalents a l'ancienne méthode.

**III. Deuxième partie: Comparaison des deux méthodes avec différentes dilutions de la mélasse et variation des volumes des réactifs de Carrez**

Dans cette partie on fait une comparaison entre les deux méthodes mais cette fois ci on procède à des différentes dilutions, et pour chaque dilution on mesure l'absorbance, ainsi que des volumes des réactifs de Carrez variés mais toujours sur le même échantillon.

**❖ Résultats et interprétations**

Les résultats de ces analyses sont présentés dans le tableau suivant :

➤ **L'ancienne méthode :**

**Tableau 8 : Taux de Clerget dans la mélasse de betterave brute pour l'ancienne méthode**

Mesure	Dilution	Ancienne méthode		
		α1	α2	%Clerget
1	120%	5,89	-1,85	55,4454
2	100%	4,96	-1,48	46,0914
3	80%	3,74	-1,13	34,8624
4	60%	2,89	-0,89	27,0686
5	50%	2,47	-0,75	23,0527
6	40%	1,96	-0,64	18,6381
7	30%	1,36	-0,54	13,6707
8	20%	0,91	-0,3	8,6754

➤ La nouvelle méthode :

Tableau 9 : Taux de Clerget dans la mélasse de betterave brute pour la nouvelle méthode

mesure	Dilution	Nouvelle méthode			
		volume (ml)	$\alpha$	%Clerget	moyenne de %Clerget
1	120%	12	4,80	55,348	55,020
			4,74	54,692	
2	100%	10	3,97	45,808	45,808
			3,97	45,808	
3	80%	9	3,13	36,093	35,978
			3,11	35,862	
4	60%	7	2,35	27,115	27,081
			2,34	27,047	
5	50%	6	1,99	22,957	23,104
			2,02	23,250	
6	40%	5	1,59	18,346	18,346
			1,59	18,346	
7	30%	4	1,21	13,996	13,754
			1,17	13,511	
8	20%	4	0,76	8,792	8,792
			0,76	8,792	

1. Vérification de la normalité des données

L'étude sera réalisée à l'aide du logiciel Minitab par un test de normalité similaire au test de Shapiro et Wilk

➤ L'ancienne méthode :

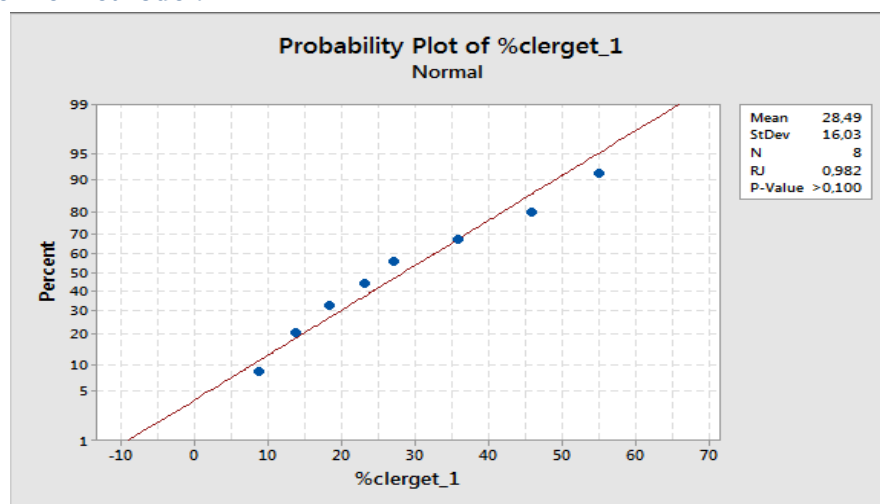


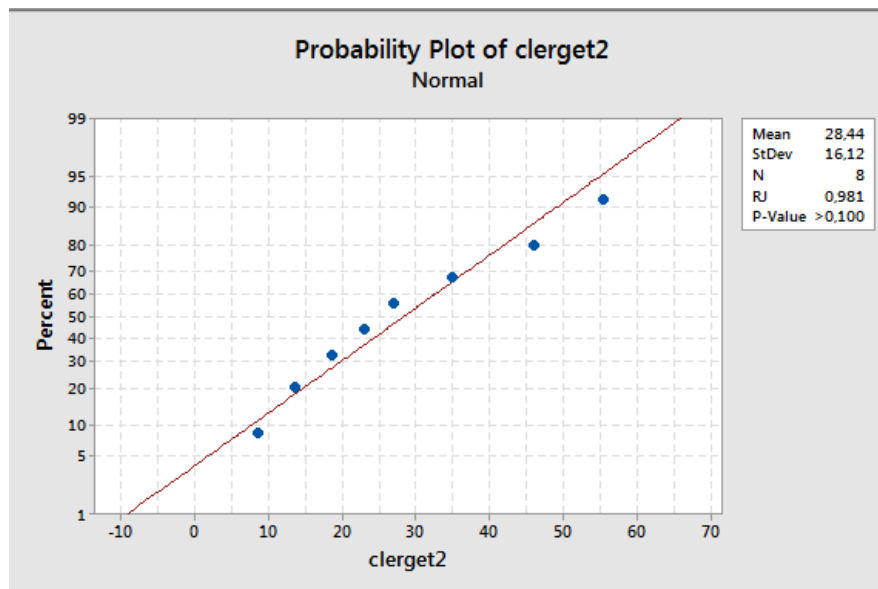
Figure 17 : Graphe de normalité pour l'ancienne méthode

**Décision :**

D'après le graphe ci-dessus on remarque que les points sont plus au moins alignés et proche de la droite

Ainsi que :  $P\text{-value} = 0.1 > P\text{-critique} = 0.05 \rightarrow$  Donc les données suivent une loi normale.

➤ **La nouvelle méthode :**



**Figure 18 : Graphe de normalité pour la nouvelle méthode**

**Décision :**

On remarque d'après le graphe que les points sont presque alignés et proche de la droite

Ainsi que :  $P\text{-value} = 0.1 > P\text{-critique} = 0.05 \rightarrow$  Donc les données suivent une loi normale.

**2. Comparaison des deux méthodes**

Pour comparer les deux méthodes on effectue le test 'ANOVA à deux facteur' à l'aide du logiciel Minitab.

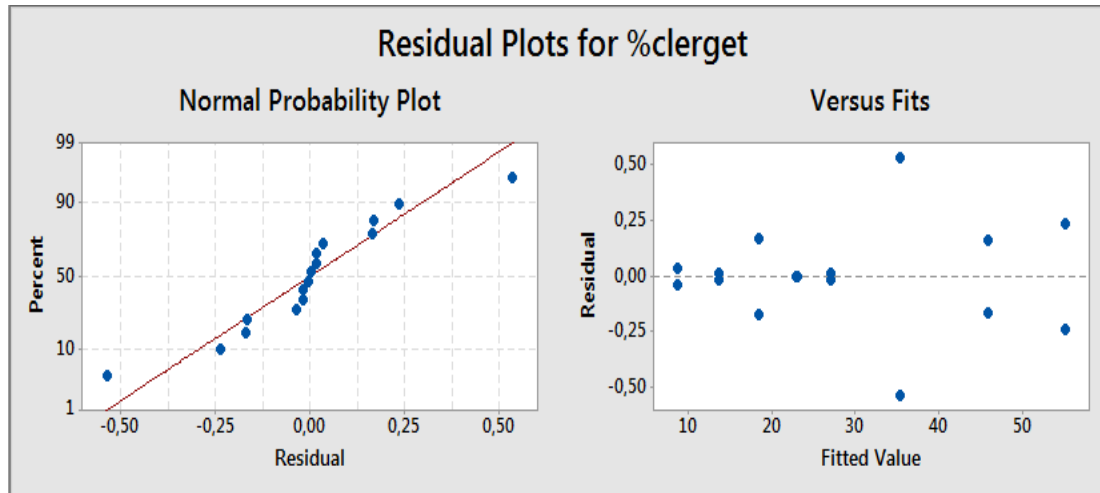
On obtient les résultats suivants :

**Tableau 10 : Analyse de variance**

Source	DF	SCE	CM	F	P-value
Méthode	1	0,01	0,01	0,08	0,788
Dilution	7	3615,92	516,56	4531,96	0.000
Erreur	7	0,8	0,11		
Total	15	3616,73			

D'après ce tableau on a P-value pour les deux méthodes égales à 0.788, alors  $P\text{-value} > P\text{-critique} = 0.05$   
 → donc les deux méthodes sont équivalentes.

❖ Examen des résidus :



**Figure 19 : Graphe des résidus**

D'après le graphe ci-dessus les points sont proches de la droite. Il n'existe aucun signe de non-normalité, ou de valeurs aberrantes, ainsi que dans le graphique des valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées, les données semblent être distribuées aléatoirement autour de zéro.

On peut conclure que :

- il n'y a pas une différence significative entre les deux méthodes, ça veut dire que la nouvelle méthode donne des résultats équivalents à l'ancienne méthode.
- les valeurs résiduelles suivent une loi normale et ont une variance constante.

#### **IV. Détermination du modèle**

La mélasse reçue à la société LESAFFRE n'est pas une mélasse standard, donc avant de faire l'analyse il faut d'abord mesurer l'absorbance parce que le volume des réactifs de carrez ajoutés dépend de la couleur de mélasse.

Alors pour faciliter la tâche au technicien du laboratoire ; on a fait une régression linéaire simple afin d'obtenir un bon modèle pour calculer directement le volume des réactifs nécessaire.

Les données sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 11 : Résultats des absorbances en fonction de volume des réactifs de Carrez**

Mesure	Dilution	Volume des réactifs (ml)	Absorbance ( $\lambda=420$ nm)
1	120%	12	0,840
2	100%	10	0,710
3	80%	9	0,503
4	60%	7	0,409
5	50%	6	0,340
6	40%	5	0,297
7	30%	4	0,204
8	20%	4	0,160

Sur Excel on obtient les résultats suivants :

<i>Statistiques de la régression</i>	
R <sup>2</sup>	0,972067387
Erreur-type	0,04325899

**ANALYSE DE VARIANCE**

	<i>Ddl</i>	<i>SCE</i>	<i>CM</i>	<i>Fcal</i>	<i>Pvalue</i>
Régression	1	0,390740834	0,39074083	208,802674	6,88315E-06
Résidus	6	0,011228041	0,00187134		
Total	7	0,401968875			

	<i>Coefficients</i>	<i>Erreur-type</i>	<i>Statistique t</i>	<i>Probabilité</i>
a0	-0,137958932	0,042361403	3,25671304	0,01731998
a1	0,080117043	0,00554443	14,450006	6,8831E-06

➤ Vérification de l'existence d'une pente significative (validité de la régression) :

On a  $P\text{-value} = 6.88 \cdot 10^{-6}$  et  $P\text{-critique} = 0.05$

$P\text{-value} < P\text{-critique}$  : On conclut à l'existence d'une pente significative pour un risque de 5%.



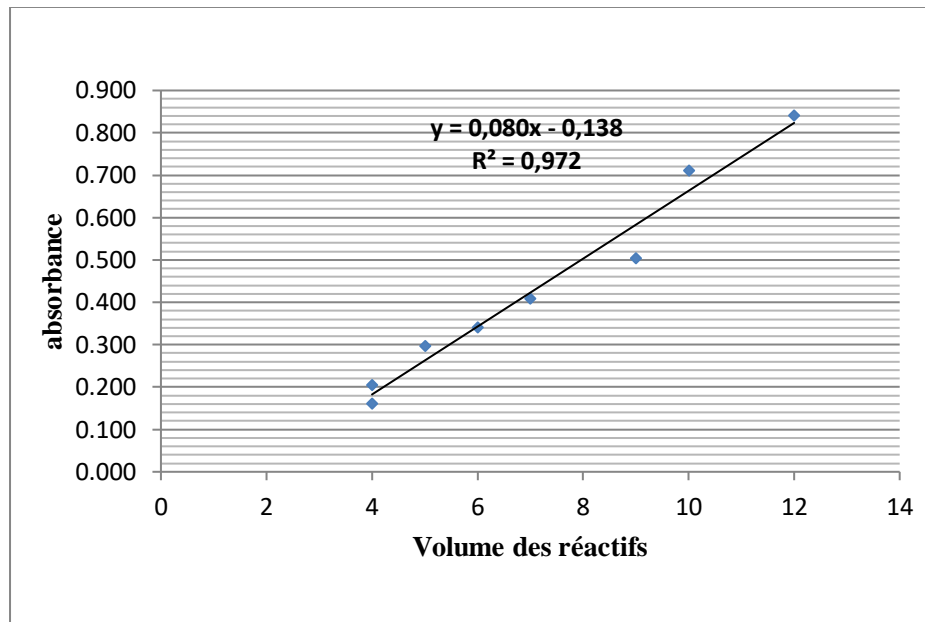


Figure 20 : Droite de régression

**Le coefficient de détermination**, noté  $R^2$ , est une mesure de la qualité de la prédiction d'une régression linéaire, dans notre cas on a  $R^2 = 0,972$ .

❖ Examen des résidus :

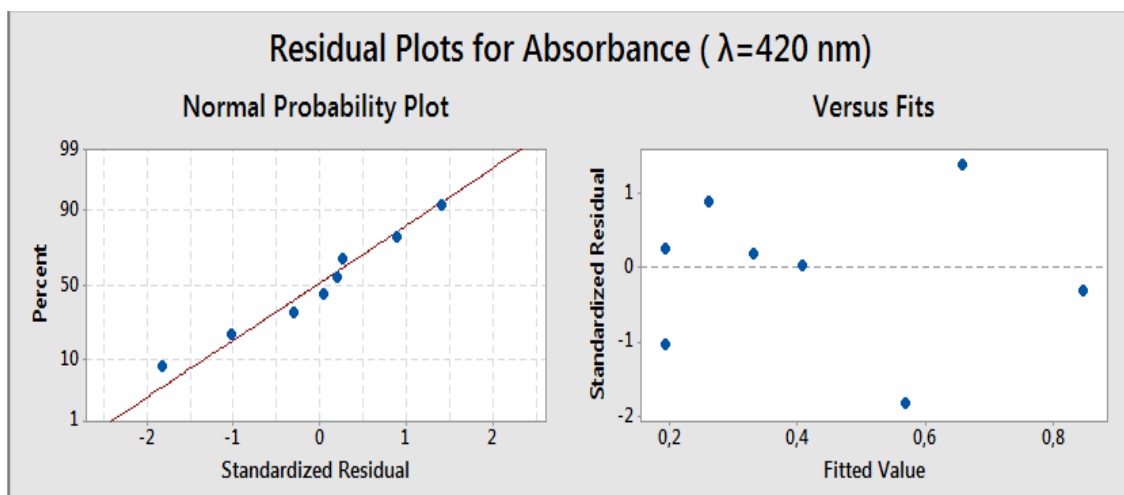


Figure 21 : Graphe des résidus

Le graphe ci-dessus montre que les points suivent approximativement une ligne droite, et les données semblent être distribuées aléatoirement autour de zéro.

→ Donc les valeurs résiduelles suivent une loi normale et ont une variance constante.

D'après les résultats trouvés on peut conclure que :

**Le modèle est validé**

L'équation du modèle :  **$A = 0.08V - 0.138$**

### V. Prédiction inverse

Dans cette partie, on a reçu une mélasse inconnue alors il faut déterminer le volume ajouté des réactifs, pour cela on doit tout d'abord mesurer l'absorbance puis faire une prédiction inverse pour calculer le volume nécessaire.

Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous :

#### ➤ L'ancienne méthode :

**Tableau 12 : taux de Clerget pour l'ancienne méthode**

Absorbance	ancienne méthode		
	$\alpha_1$	$\alpha_2$	%Clerget
0,555	5	-1,57	47,06389925
0,701	4,91	-1,49	45,81856343

#### ➤ La nouvelle méthode :

Pour faire la prédiction on utilise la relation suivante :  $V = \frac{A - (-0.138)}{0.08}$

**Tableau 13 : taux de Clerget pour la nouvelle méthode**

Absorbance	volume prédit	volume pris	Nouvelle méthode	
			$\alpha_1$	%Clerget
0,555	8,649332342	8	4,02	46,3846
0,701	10,4716662	10	3,96	45,6923

Les résultats de Clerget trouvés par les deux méthodes sont proches.

→ Donc on confirme que les deux méthodes donnent les mêmes résultats

## Conclusion

D'après les études statistiques réalisées sur les deux méthodes de détermination du taux des sucres invertis dans la mélasse de betterave et les résultats obtenus on peut déclarer qu'elles sont équivalentes, alors on peut faire une substitution de l'acétate de plomb par les réactifs de Carrez.

Pour compléter l'étude nous avons établi un modèle de régression linéaire, afin de prédire le volume des réactifs de Carrez qu'on doit ajouter en fonction de l'absorbance de la mélasse.

# Conclusion générale

Étant étudiante en deuxième années Master Chimométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion de la qualité et pour mettre en valeur cette formation, ainsi de confronter à des situations réelles, et de renforcer mes connaissances théoriques dans le domaine pratique il est nécessaire d'effectuer un stage fin d'étude au sein d'une entreprise, pour cela j'ai visé l'une des grandes sociétés de production de la levure LESAFFRE MAROC à FES.

Le marché sur lequel est positionné LESAFFRE 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.

Dans ce sens, le suivi de taux des sucres présent dans la mélasse s'avère être important pour le contrôle de cette dernière, pour cela le laboratoire de la société LESAFFRE procède un dosage des sucres invertis par l'ajout de l'acétate de plomb mais cette méthode présente plusieurs inconvénients liés au temps de la réaction et la toxicité de réactif.

Alors l'objectif de mon sujet de stage c'était de substituer ce réactif par des réactifs de Carrez qui ont le même principe et faire une comparaison entre ces deux méthodes.

Au terme de ce stage, et d'après les différentes analyses effectuées sur les données collectées nous pouvons affirmer que les deux méthodes donnent des résultats équivalents, mais face au problème de la coloration de la mélasse brute qui agit sur le volume des réactifs ajoutés on a effectué une régression linéaire afin d'obtenir un modèle qui permet de prédire le volume des réactifs de Carrez en fonction de l'absorbance mesurer.

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.

# Bibliographie

- [1] [https://fr.wikipedia.org/wiki/Ac%C3%A9tate\\_de\\_plomb\(II\)](https://fr.wikipedia.org/wiki/Ac%C3%A9tate_de_plomb(II))
- [2] <sup>[PDF]</sup>Clarification de Carrez - Merck Millipore
- [3] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Polarim%C3%A8tre>
- [4] [https://fr.wikipedia.org/wiki/Pouvoir\\_rotatoire](https://fr.wikipedia.org/wiki/Pouvoir_rotatoire)
- [5] <http://www.memoirepfe.fst-usmba.ac.ma>
- [6] [https://fr.wikipedia.org/wiki/Saccharomyces\\_cerevisiae](https://fr.wikipedia.org/wiki/Saccharomyces_cerevisiae)
- [7] [https://support.minitab.com/fr-fr/minitab/18/help-and-how-to/modeling-statistics / regression /how-to/nonlinear-regression/interpret-the-results/key-results/](https://support.minitab.com/fr-fr/minitab/18/help-and-how-to/modeling-statistics/regression/how-to/nonlinear-regression/interpret-the-results/key-results/)

## ANNEXES

### Annexe 1

*Table des valeurs critiques du test de Shapiro-Wilk*

	Risque 5%	Risque 1%
N	$W_{0,95}$	$W_{0,99}$
5	0,7 62	0,686
6	0,988	0,713
7	0,803	0,730
8	0,818	0,749
9	0,829	0,764
10	<b>0,842</b>	0,781
11	0,850	0,792
12	0,859	0,805
13	0,866	0,814
14	0,874	0,825
15	0,881	0,835
16	0,887	0,844
17	0,892	0,851
18	0,897	0,858
19	0,901	0,863
20	0,905	0,868

*Table des coefficients de shapiro et wilk*

$i \backslash n$	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0,7071	0,7071	0,6872	0,6646	0,6431	0,6233	0,6052	0,5888	0,5739
2			0,1677	0,2413	0,2806	0,3031	0,3164	0,3244	0,3291
3					0,0875	0,1401	0,1743	0,1976	0,2141
4							0,0561	0,0947	0,1224
5									0,0399

*Annexe 2 : Table de la loi de Fisher-Snedecor,  $\alpha = 5\%$*

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40
3	10.13	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.786
4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964
5	6.608	5.786	5.409	5.192	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735
6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060
7	5.591	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637
8	5.318	4.459	4.066	3.838	3.687	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347
9	5.117	4.256	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137
10	4.965	4.103	3.708	3.478	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978
11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854
12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753
13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671
14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602
15	4.543	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544
16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494
17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	2.614	2.548	2.494	2.450
18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412
19	4.381	3.522	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378
20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348
21	4.325	3.467	3.072	2.840	2.685	2.573	2.488	2.420	2.366	2.321
22	4.301	3.443	3.049	2.817	2.661	2.549	2.464	2.397	2.342	2.297
23	4.279	3.422	3.028	2.796	2.640	2.528	2.442	2.375	2.320	2.275
24	4.260	3.403	3.009	2.776	2.621	2.508	2.423	2.355	2.300	2.255
25	4.242	3.385	2.991	2.759	2.603	2.490	2.405	2.337	2.282	2.236
26	4.225	3.369	2.975	2.743	2.587	2.474	2.388	2.321	2.265	2.220
27	4.210	3.354	2.960	2.728	2.572	2.459	2.373	2.305	2.250	2.204
28	4.196	3.340	2.947	2.714	2.558	2.445	2.359	2.291	2.236	2.190
29	4.183	3.328	2.934	2.701	2.545	2.432	2.346	2.278	2.223	2.177
30	4.171	3.316	2.922	2.690	2.534	2.421	2.334	2.266	2.211	2.165

*Annexe 3 : Table de la loi de Student*

Degrés de liberté	Aire dans la queue supérieure de la distribution					
	0,20	0,10	0,05	0,025	0,01	0,005
1	1,376	3,078	6,314	12,706	31,821	63,656
2	1,061	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925
3	0,978	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841
4	0,941	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604
5	0,920	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032
6	0,906	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707
7	0,896	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499
8	0,889	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355
9	0,883	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250
10	0,879	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169
11	0,876	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106
12	0,873	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055
13	0,870	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012
14	0,868	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977
15	0,866	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947
16	0,865	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921
17	0,863	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898
18	0,862	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878
19	0,861	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861
20	0,860	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845
21	0,859	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831
22	0,858	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819
23	0,858	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807
24	0,857	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797



*Annexe 4 : Table des Valeurs critique du test de Grubbs*

n	Level of Significance $\alpha$	
	0.01	0.05
3	1.155	1.153
4	1.492	1.463
5	1.749	1.672
6	1.944	1.822
7	2.097	1.938
8	2.221	2.032
9	2.323	2.110
10	2.410	2.176
11	2.485	2.234
12	2.550	2.285
13	2.607	2.331
14	2.659	2.371
15	2.705	2.409
16	2.747	2.443
17	2.785	2.475
18	2.821	2.504
19	2.854	2.532
20	2.884	2.557
21	2.912	2.580
22	2.939	2.603
23	2.963	2.624
24	2.987	2.644
25	3.009	2.663
26	3.029	2.681
27	3.049	2.698
28	3.068	2.714
29	3.085	2.730
30	3.103	2.745
31	3.119	2.759
32	3.135	2.773

n	Level of Significance $\alpha$	
	0.01	0.05
33	3.150	2.786
34	3.164	2.799
35	3.178	2.811
36	3.191	2.823
37	3.204	2.835
38	3.216	2.846
39	3.228	2.857
40	3.240	2.866
41	3.251	2.877
42	3.261	2.887
43	3.271	2.896
44	3.282	2.905
45	3.292	2.914
46	3.302	2.923
47	3.310	2.931
48	3.319	2.940
49	3.329	2.948
50	3.336	2.956