

## Licence Sciences et Techniques (LST)

# GENIE CHIMIQUE

## PROJET DE FIN D'ETUDES

### Suivi des paramètres physicochimiques de la mélasse canne

#### Présenté par :

- ◆ DARGHAL Salma

#### Encadré par :

- ◆ Mr OUKESSOU Mohamed (LESAFFRE)
- ◆ Pr CHAOUKI Mohammed (FST)

#### **Soutenu Le 4 Juillet 2022 devant le jury composé de :**

- Pr CHAOUQI Mohammed
- Pr FARAH Abdellah
- Pr SKALLI Mohammed Khalid

#### **Stage effectué au sien de la société LESAFFRE MAROC**

**Année Universitaire 2021 / 2022**

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☒ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

Site web : <http://www.fst-usmba.ac.ma>

## *Dédicaces*

Je dédie ce travail marquant de ma vie avec amour et respect

### *A ma chère mère*

*La lumière de mes jours, la source de mes efforts qui m'a donnée beaucoup de soutien,  
d'encouragement pour que je puisse réussir*

### *A mon cher père*

*Mon exemple éternel celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, ma source  
d'inspiration pour le travail sérieux*

### *A mes frères*

*Les personnes qui m'ont épaulée et motivée durant ses années d'études, pour sons amours  
qu'ils m'a toujours accordé*

### *A ma sœur et son mari*

*Je suis infiniment reconnaissante envers vous pour votre soutien moral et matériel*

### *A ma chère cousine Noura*

*Pour le soutien et les encouragements qui m'accordée durant la réalisation de ce travail*

### *A toute ma famille*

### *A tous mes enseignants*

*Qui m'ont Forni les outils nécessaires pour réussir mes études*

### *A mes amis et mes collègues*

*Pour votre positive Energie de la béatitude, de la joie, du bonheur pour les moments  
inoubliables que nous avons passés ensemble*

*Qu'Allah le tout puissant vous protège*

## **Remerciements**

*Au premier lieu je tiens à remercier mon **Dieu**, tout puissant, pour son amour infini et pour la force qui m'a donnée pour réaliser ce travail.*

*Avec le plus grand honneur je tiens à m'adresser mes gratitudes à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

*Je voulais adresser toute ma reconnaissance à mon encadrent universitaire **Mr CHAOUQI Mohammed** qui m'accordée de son temps précieux, pour ces enseignements, sa disponibilité et surtout pour son judicieux conseils.*

*Mes sincères remerciements à la responsable du laboratoire **Mme ISMAILI ALAOUI Hasnae** Pour m'accueillir au sien de leur équipe.*

*Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à mon encadrent industriel **Mr OUKESSOU Mohammed** pour son suivi tout au long de notre travail, pour ces explications et surtout pour son admirable esprit d'organisation.*

*Je tiens à adresser mes profondes gratitudes aux membres du jury **Mr FARAH Abdellah** et **Mr SKALLI Mohammed Khalid** pour l'honneur qu'ils me font en sacrifiant toutes leurs occupations pour juger ce travail.*

*Je tiens à exprimer mes remerciements à **Mr BENKRIOU Wahib** pour sa générosité ses conciles et ses profondes explications.*

*Je tenais également à remercier chaleureusement le directeur général de la société **LESAFFRE MAROC Mr ALASRI Anouar** pour m'avoir donnée l'opportunité d'effectuer mon stage au sien de l'entreprise pour enrichir mes connaissances.*

## *Liste des abréviations*

SPI	:	Levure sèche instantanée
SPH	:	Levure sèche active
MD	:	Mélasses déliées
MDC	:	Mélasses déliées clarifiées
MDCS	:	Mélasses déliées clarifiées stérilisées
MS	:	Matière sèche
TSACC	:	Taux du saccharose
TSR	:	Taux du sucre réducteur
ST	:	Taux du sucre total
TC	:	Taux de coloration
pH	:	Potentiel hydrogène
RH	:	Ressours humaine

## *Liste des figures*

Figure n° 1 : L'organigramme de la société LESAFFRE MAROC.....	5
Figure n°2 : structure de la levure .....	6
Figure n°3 : procédé de fabrication de la levure.....	8
Figure n° 4 : Distillateur buchi.....	9
Figure n° 5 : Mélasse brute.....	10
Figure n° 6 : Canne à sucre.....	10
Figure n° 7 : Betterave sucrière.....	10
Figure n°8 : procédé du traitement de la mélasse.....	11
Figure n°9 : Balance de précision.....	14
Figure n°10 : Balance analytique.....	14
Figure n°11 : Etuve .....	14
Figure n°12 : Dessiccateur.....	14
Figure n°13 : spectrophotomètre.....	15
Figure n°14 : Polarimètre ADP 410.....	16
Figure n°15 : Bain marie.....	18
Figure n°16 : pH mètre .....	20
Figure n°17 : Saccharimètre.....	20
Figure n°18 : Comparaison entre les analyses moyennes effectuées sur Surac et Sunacas.....	23
Figure n°19 : Comparaison du SACC% pour Surac et Sunacas.....	24
Figure n°20 : Comparaison du SR% pour Surac et Sunacas.....	25
Figure n°21 : Comparaison du SACC% selon le temps de précipitation.....	26
Figure n°22 : Comparaison du SR% selon le temps de précipitation.....	27
Figure n°23 : Comparaison du SR% à 70C° et à 95°C.....	28
Figure n°24 : Comparaison du SR% selon le temps d'incubation.....	29

## *Liste des tableaux*

Tableau n° 1 : Fiche technique de la société LESAFFRE.....	3
Tableau n°2 : Produits fabriqués par LESAFFRE MAROC.....	4
Tableau n° 3 : Valeur nutritionnelle moyenne pour 100g de mélasse.....	11
Tableau n°4 : Résultats des analyses effectuées sur Sunacas.....	22
Tableau n°5 : Résultats des analyses effectuées sur Surac.....	22
Tableau n°6 : Résultats des analyses moyennes .....	23
Tableau n°7 : Résultats de la modification du volume de l'acétate de plomb.....	24
Tableau n°8 : Résultats du temps de précipitation.....	26
Tableau n°9 : Résultats du SR% effectués à 70°C et à 95°C.....	27
Tableau n°10 : Résultats du SACC% .....	28
Tableau n°11 : Résultats du SR% effectués à 8 min et à 15min.....	20
Tableau n°12 : Résultats du SACC% .....	30

## *Sommaire*

Introduction.....	1
Chapitre I : Présentation de la société et généralités sur la levure et la mélasse...2	
1- Présentation de la société.....	3
1-1- Historique de la société.....	3
1-2- Fiche technique.....	3
1-3- Produits fabriqués par la société .....	4
1-4- Organigramme.....	5
1-5- Description du laboratoire d'analyse .....	5
2- Procédé de fabrication de levure.....	6
2-1- Définition de la levure.....	6
2-2- Etape de fabrication.....	6
3- Analyse du taux d'azote (méthode de Kjeldahl).....	8
4 - Généralité sur la mélasse.....	10
4-1 Définition et types de la mélasse.....	10
4-2 Composition de la mélasse.....	11
4-3 Procédé du traitement de la mélasse.....	11
Chapitre II : Les analyses physicochimiques effectuées sur la mélasse.....13	
1- Analyse de matière sèche.....	14
2- Analyse du taux de coloration.....	15
3- Analyse du taux du saccharose.....	16
4- Analyse du taux du sucre réducteur.....	17
5- Analyse du potentiel hydrogène et le Brix.....	20
Chapitre III : Résultats des analyses effectuées sur Sunacas et Surac.....21	
1- Résultats des paramètres physicochimiques.....	22
2- Résultats du volume de l'acétate de plomb.....	23
3- Résultats du temps de précipitation.....	25
4- Résultats des analyses effectuées à 70°C et à 95°C.....	27
5- Résultats des analyses effectuées sur le temps d'incubation.....	29
Conclusion.....	31
Référence bibliographique.....	32

## *Introduction*

La société LESAFFRE MAROC est l'une des industries les plus importantes dans le secteur agroalimentaire du fait qu'elle a un statut d'expert dans le domaine de la levure ainsi que sa volonté d'adaptation aux exigences des marchés internationaux, en ont fait une référence mondiale sur les marchés de levure, panification et nutrition.

LESAFFRE traite une grande masse des matières premières de faible coût initiale pour aboutir à un produit également à un faible prix mais dans des installations d'un coût élevé en termes d'énergie, elle dispose aujourd'hui d'une réelle expertise en matière d'innovations dont la démarche vise à anticiper l'évolution des attentes de ses clients et ainsi répondre au mieux à leurs exigences.

La mélasse représente un élément principal dans l'étape de la fermentation lors du processus de la fabrication de la levure.

L'objectif poursuivi dans le cadre de notre étude est de contrôler certains paramètres physicochimiques tel que le potentiel hydrogène, le Brix, la matière sèche et le taux de coloration, et mettre en évidence l'effet du temps de précipitation, temps d'incubation et la température sur le taux du saccharose et le taux du sucre réducteur, l'analyse de ces paramètres est effectuée par la méthode chimique.

Pour atteindre ces objectifs, ce travail est structuré en trois chapitres :

Le premier chapitre donne une présentation de la société LESAFFRE MAROC et une étude bibliographique sur la levure et la mélasse, le deuxième Chapitre portera sur les différentes analyses physicochimiques effectuées sur la mélasse et le matériel utilisé ainsi que les produits chimiques et les réactifs que nécessite notre étude et le dernier chapitre s'intéressera aux résultats des analyses effectués sur les deux fournisseurs de mélasse Surac et Sunacas et les interprétations.

*Chapitre I : Présentation de la société  
LESAFFRE MAROC et généralités sur la  
levure et la mélasse*

## 1- Présentation de la société

### 1-1- Historique de la société

De nos jours le groupe alimentaire LESAFFRE est le leader mondial dans le domaine de la levure et de la panification grâce à ces vigoureuses connaissances approfondies sur la levure et ces compétences pointues en biotechnologie.

La société SODERSE créée en 1975 est devenue propriété du groupe LESAFFRE en 1993 sous le nom LESAFFRE MAROC elle est ainsi devenue la première entreprise privatisée du MAROC, en 2004 l'achat de la nouvelle société de l'alimentation qui est spécialiste des produits de la pâtisserie, en 2006 la création de la nouvelle station de traitement de la mélasse ainsi d'un laboratoire moderne très sophistiqué et dernièrement LESAFFRE a prévu une station de traitement de ses effluents.

Elle basée à Fès, produit environ 30.000 tonnes par année de la levure avec un effectif de 200 personnes et 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.

### 1-2- Fiche technique

Le tableau n°1 présente les différentes informations de la société, ainsi que le détail de l'état actuel de celle-ci.

Dénomination	LESAFFRE MAROC
Directeur générale	ALASRI Anouar
Logo	
Domaine d'activité	Agroalimentaire
Capitale	30 989 300 DHS
Fax	05 35 73 75 38
E-mail	<a href="mailto:phm@lesaffre.com">phm@lesaffre.com</a>
Forme juridique	Société anonyme
Gamme des produits	Levure de panification et améliorant
Siège sociale	Rue Ibn Al Banaa , quartier industriel Sidi Ibrahim

Tableau n° 1 : fiche technique de la société LESAFFRE

### 1-3- Produits fabriqués par la société

LESAFFRE MAROC est spécialisé dans la fabrication et la commercialisation des plusieurs types de la levure et d'améliorants présentes dans le tableau ci dessous :

<i>Type du produit</i>	<i>Nom du produit</i>	<i>Aspet</i>
<i>Levure fraiche</i>	Jaouda	
	L'hirondelle	
<i>Levure sèche</i>	Rafiaa	
	Nevada	
<i>Améliorant</i>	Ibis bleu	
	Magimix	

Tableau n°2 : produits fabriqués par LESAFFRE MAROC

### 1-4- Organigramme

Le réseau organisationnel se répartit selon la figure n°1 comme suit :

En haut on trouve la direction générale qui est chargée de définir la stratégie commerciale de l'entreprise et d'anticiper les mouvements de son marché. En deuxième lieu on trouve la direction technique qui est chargée principalement de gérer les processus de développement et de déploiement des produits ou bien des services de l'entreprise.

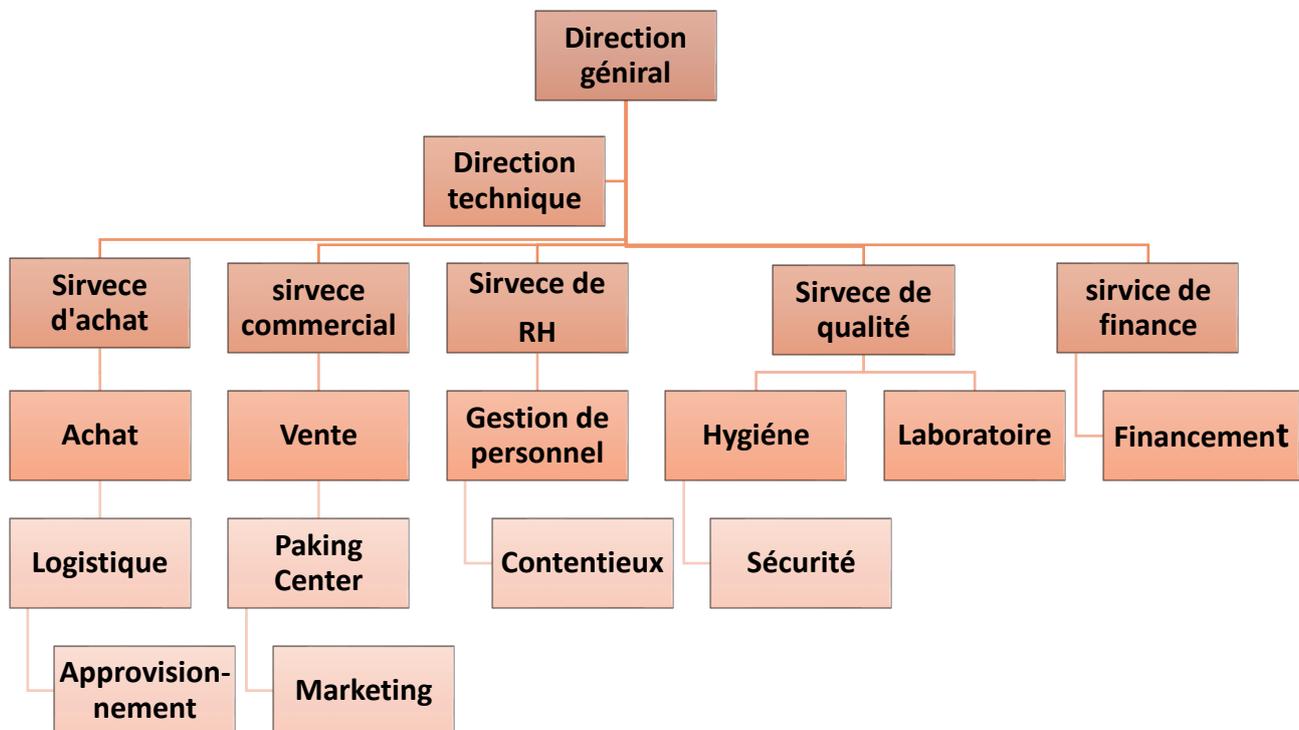
**Service de Ressource humaine** : embarrasse plusieurs volets, notamment la coordination des personnes et les hiérarchies, les congés, les mutations etc.

**Service commercial** : a pour mission chercher les besoins des clients et établir les plans pour améliorer les ventes de la société.

**Service de qualité** : responsable de la conformité des produits et des équipements.

**Service de finance** : donne des informations sur la situation financière de l'entreprise vis-à-vis des partenaires extérieurs.

**Service d'achat** : chargé de procurer les matières premières et les composants nécessaires à la production.



*Figure n° 1 : L'organigramme de la société LESAFFRE MAROC*

### *1-5- Description du laboratoire d'analyse*

Le laboratoire de la société LESAFFRE MAROC procède une large gamme des analyses physicochimique et microbiologique durant le long de la chaîne de production, depuis la réception de la matière première jusqu'à l'obtention du produit fini.

**Laboratoire physicochimique** divisé en deux salles :

- ❖ Salle de panification ou de fermentation ou s'évolue la force panitaire
- ❖ Salle des analyses physicochimiques qui est répartie en quatre zones :
  - Zone de la matière sèche
  - Zone d'analyse de la mélasse
  - Zone d'analyses d'eau et améliorant
  - Zone d'analyse d'azote et du phosphate (méthode de Kjeldahl)

**Laboratoire microbiologique** est divisé en trois salles :

- ❖ Salle de préparation des milieux de cultures, stérilisation
- ❖ Salle des pathogènes, analyse des germes
- ❖ Salle d'analyse bactériologique

## 2- Procédé de fabrication de levure

### 2-1- Définition de la levure

La levure est un champignon microscopique, unicellulaire, eucaryote, de forme ovoïde, de genre *Saccharomyces Cerevisiae* sa grande particularité qu'il s'agit d'un organisme vivant apte à la fermentation alcoolique des solutions sucrés et nombreux produits alimentaires.

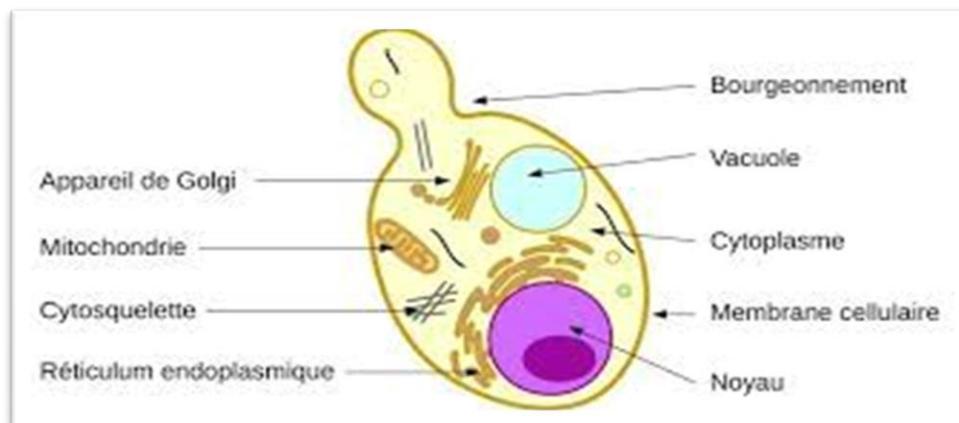


Figure n°2 : structure de la levure

### 2-2- Etapes de la fabrication

La société LESAFFRE MAROC reçoit chaque mois deux souches L13 pour la levure sèche et L20 pour la levure fraîche incubés à 30C° pendant 48h puis conservés à 4C°.

#### Ensemencement :

Ces deux souches sontensemencées dans des tubes dans un milieu nutritif favorable pour préparer 30 tubes pour chaque souche. On transvide le contenu des tubes dans des petits cônes de 250ml appelés Van Lear dont le milieu nutritif est très riche ce qui génère une première

multiplication cellulaire ensuite on les déplace dans un cône de 7L appelé Carlsberg et on les laisse pendant 17h ensuite on les verse dans une cuve de 800L ou on les laisse se multiplier.

### **Pré fermentation :**

Après l'incubation le mout obtenu passe à la cuve de pré fermentation, on ajoute la mélasse l'eau et les autres éléments nutritifs que la levure nécessite pour sa multiplication et l'acide sulfurique pour acidifier le milieu et l'oxygène de l'aire.

### **Fermentation :**

Dans cette étape on a obtenu une biomasse de la levure sous forme d'un liquide qu'on appelle le mout, avec un contrôle permanent de la température à l'aide d'un régulateur lié à un échangeur de la chaleur qui refroidit le mout pour éviter la destruction de la levure, la fermentation se fait en présence de l'oxygène pour minimiser le taux d'alcool car celui-ci génère une diminution de la qualité organoleptique (couleur désagréable).

### **Séparation :**

Cette étape se divise en deux parties :

Le mout lévuré est envoyé vers un séparateur centrifuge afin de séparer la phase solide (la crème) et la phase liquide (le mout délévuré).

Puisque le mout délévuré est riche en matière première (azote, phosphate, vitamine, sel...) on aura une deuxième séparation pour l'utiliser comme un fertilisant.

### **Stockage :**

La crème obtenue est acidifiée par l'acide sulfurique pour éviter le risque de contamination et stockée à 4C° pour ralentir la vitesse des réactions de détériorations.

### **Filtration :**

Le but de cette étape est l'élimination d'eau présent dans la levure à l'aide d'un filtre rotatif, la crème arrive à un niveau du filtre rotatif qui contient une couche filtrante d'amidon qui piège la levure grâce à sa faible porosité, la création continue et uniforme du vide à la surface du cylindre est nécessaire pour l'aspiration de l'eau à travers la couche d'amidon, la levure se fixe à la surface et enlevée à l'aide d'un couteau racleur et l'eau refoulée à l'extérieur par une pompe.

### **Séchage :**

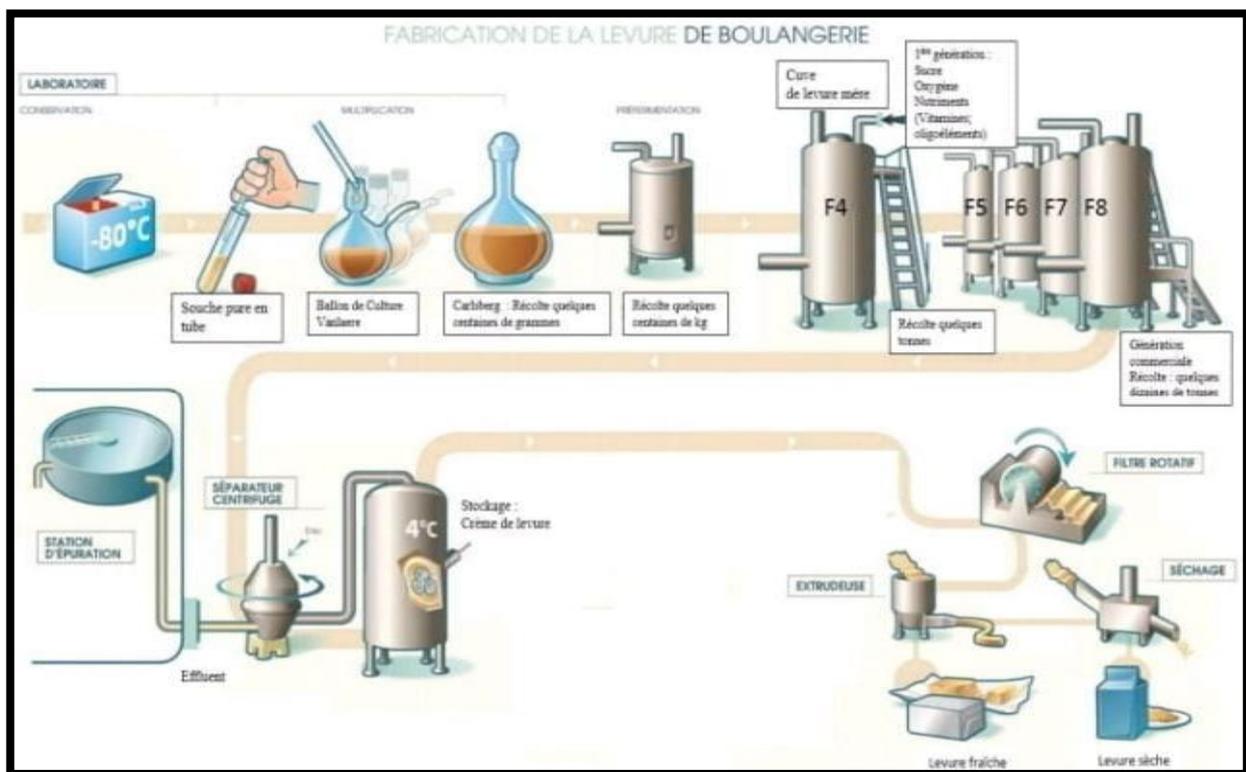
La levure sort à l'état pâteux et passe dans un mélangeur puis une grille percée de trous pour avoir une granulométrie bien déterminée. La levure granulée est récupérée dans des boules pour passer dans des sécheurs qui fonctionnent par l'envoi d'un courant d'air sec et chaud sur la levure granulée. On désigne de type de la levure sèche :

**Levure sèche active ou SPH** : sous forme des petits grains sphérique sa durée de séchage et environ de 4h pour une quantité de 500Kg.

**Levure sèche instantanée ou SPI** : sous forme de bâtonné sa durée de séchage est 20min pour une quantité 1000Kg.

### Emballage :

La levure Frêche est emballée gras à une machine spéciale appelée Boudineuse sous forme des boudins de 500g qui seront emballée par un papier paraffiné en suite en cartonnée par des ouvriers puis ils se conserve à 4C°. La levure sèche passe par une appareille d'emballage qui aspire l'air des paquettes et ils se conserve à une température ambiante grâce à sa faible activité de l'eau.



*Figure n°3 : procédé de fabrication de la levure*

### 3 - Analyse du taux d'azote présent dans la levure

La méthode de Kjeldahl est une technique utilisée pour la détermination du taux d'azote, elle est divisée en trois étapes :

**Minéralisation** : Cette étape consiste à transformer l'azote organique en ion d'ammonium  $NH_4^+$  en présence d'acide sulfurique et les tablette de Kjeldahl qui jouent le rôle d'un catalyseur sous une haute température environ de 370C° dans un digesteur.



**Distillation :** Cette étape est réalisée à l'aide d'un distillateur Buchi qui nous alimente par la soude et l'acide borique. La soude ajoutée en excès afin de transformer l'ammonium sous sa forme volatile l'ammoniac et changée le pH acide en pH basique, les vapeurs de l'ammoniac sont condensées et recueillies dans la solution d'acide borique qui sert à piéger l'ammoniac.



*Figure n° 4 : Distillateur buchi*

**Titration :** Le dosage effectué est un dosage potentiométrique par l'acide sulfurique, puisque le Bohr a une case coin tique vide et l'azote a un doublet libre vont former une liaison de coordination mais elle est facilement rompue par l'action de l'acide ce qui génère une disparation de l'azote et l'acide borique reste excès.

## 4- Génialité sur la mélasse

### 4-1- Définition et types de la mélasse

La mélasse est un sous-produit à l'état liquide de la fabrication des sucres de canne ou de betterave, elle se présente sous forme d'un résidu sirupeux visqueux de couleur brun noirâtre et incristallisable.[2]



Figure n° 5 : Mélasse brute

**Mélasse de la canne** : C'est le sous-produit de raffinage du sucre à partir de la canne à sucre sa teneur en sucre totaux est supérieure à 46%, elle présente une humidité de 27% et son pH varie entre 5 et 6.[3]



Figure n° 6 : Canne à sucre

**Mélasse de la betterave** : C'est le sous-produit de fabrication du sucre de la betterave sucrière, sa teneur en sucre totaux est supérieure à 48%, son pH varie entre 6 et 8.[4]



Figure n° 7 : Betterave sucrière

**Mélasse de la raffinerie** : C'est le sous-produit constitué par le résidu sirupeux obtenu lors de raffinage de sucre roux provenant de la betterave ou de la canne à sucre, sa teneur en sucre totaux est comprise entre 50 et 58%, son pH varie entre 5 et 6.[5]

#### 4-2- Composition de la mélasse

La mélasse est moins calorique que le saccharose 290 Kcal pour 100g, elle contient de la vitamines B et des minéraux ce qui, n'est pas le cas pour le sucre blanc cristallisé.

<i>Apport énergétique</i>		<i>Vitamines</i>	
Calories	290 Kcal	Vitamine B3	0,030 mg
Joules	1213 KJ	Vitamine B6	0,670 mg
<i>Principaux composants</i>		<i>Minéraux et oligo-éléments</i>	
Sucre totaux	74,73g	Calcium	205 mg
Amidon	0,01g	Fer	4,72 mg
Fibres alimentaires	0g	Magnésium	242 mg
Protéines	0g	Phosphore	31 mg
Lipides	0,1g	Potassium	1464 mg
Eau	21,87g	Sodium	37 mg

Tableau n° 3 : valeur nutritionnelle moyenne pour 100g de mélasse [1]

#### 4-3- Procédé de traitement de la mélasse

Le service de production suit des étapes successives pour réaliser le traitement de la mélasse.

##### Dilution :

Cette étape consiste à ajuster la concentration et réduire la viscosité de la mélasse, dans une cuve de la dilution, la mélasse brute est diluée par l'intermédiaire de la vapeur d'eau à pression de 2,5 bars et une eau chaude à 60C°.

##### Clarification :

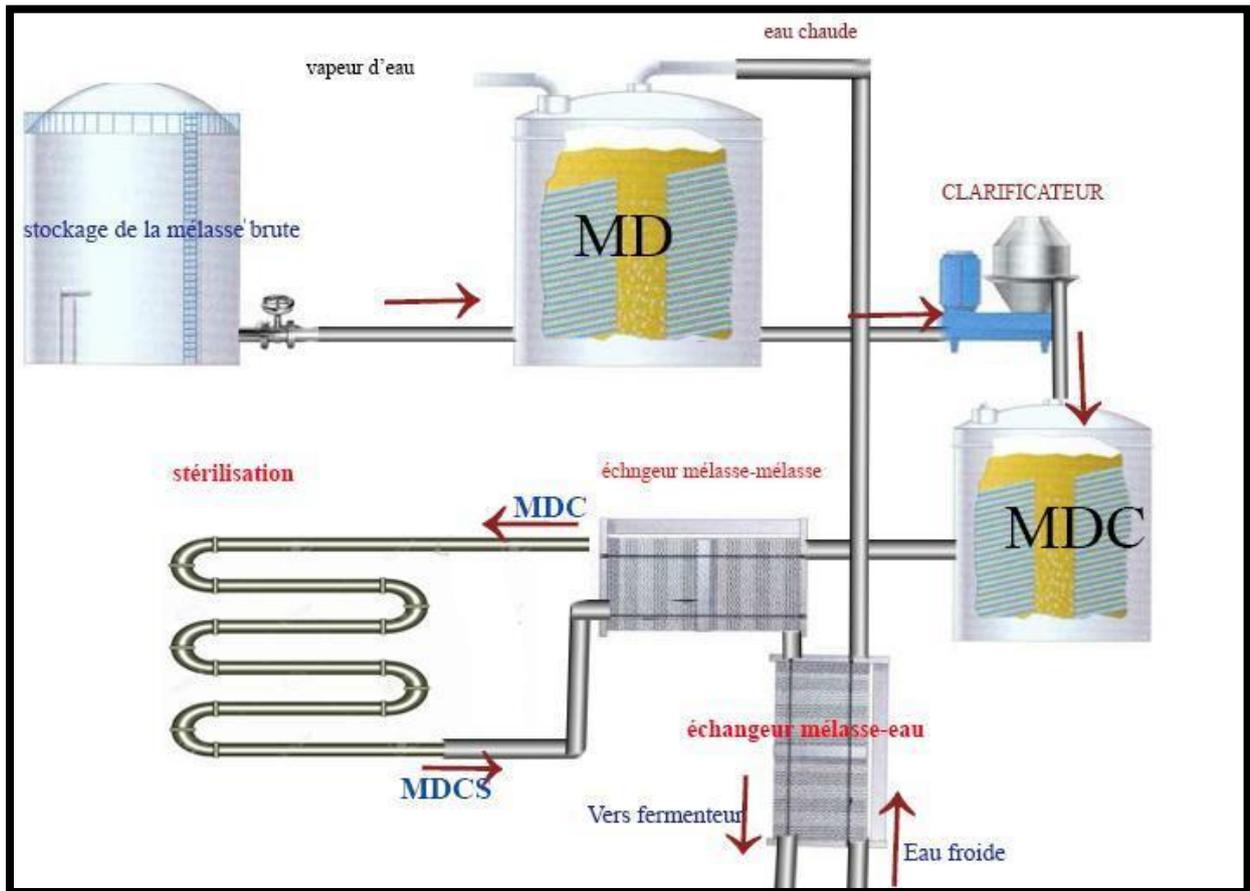
La mélasse diluée MD passe dans un clarificateur centrifuge qui sert à séparer deux phases ayant une densité déférente et éliminé les bous grâce à une rotation centrifuge rapide, le résidu de la mélasse est supervisé à un autre traitement pour l'utiliser dans le domaine d'agriculture.

##### Stérilisation :

La mélasse diluée clarifiée MDC est stérilisée par l'injection de la vapeur à l'aide d'un stérilisateur sous une pression de 2,5 bars et une température de 121C° ce qui permet la destruction de toute la flore microbienne et atteindre la stérilité commerciale.

##### Refroidissement :

La mélasse diluée clarifiée stérilisée MDCS est refroidi dans un échangeur à plaques mélasse-eau pour abaisser sa température jusqu'à 4C°.



*Figure n°8 : procédé de traitement de la mélasse*

*Chapitre II : Les analyses physicochimiques  
effectuées sur la mélasse*

L'ensemble des méthodes et les protocoles expérimentaux qui vont être présentés dans ce chapitre ont été sélectionnés et choisis afin de nous permettre de faire un suivi sur l'évolution de certains paramètres à savoir le potentiel hydrogène, le Brix, la matière sèche, et le taux de coloration et pour mieux comprendre le phénomène de la dégradation des sucres présent dans la mélasse on a mis en évidence l'effet du temps de précipitation, temps d'incubation et la température sur le taux du saccharose et le taux du sucre réducteur de la mélasse canne, Surac et Sunacas.

### 1- Analyse de matière sèche

Ce test consiste à éliminer l'humidité de la mélasse et avoir une idée sur les autres compositions chimiques.

#### Matériel :

**Balance de précision** : Est un instrument de mesure a une précision de  $10^{-2}$  sa portée maximale est 4200g, elle est vérifiée par une masse étalonne de 2Kg, en cas de non-conformité en passe au calibrage externe qui est effectué par le même poids

**Balance analytique** : A une lecture plus précise de  $10^{-4}$ , sa portée maximale est 220g elle est vérifiée par une masse étalonne de 20g et en cas de non-conformité en passe au calibrage interne qui est programmé automatiquement et un calibrage externe qui est effectué par un poids de 220g.



Figure n°9 : Balance de précision



Figure n°10 : Balance analytique

**Etuve** : Est un appareil de séchage fonctionne à une température de 105C° pour éliminer le l'humidité totalement.

**Dessiccateur** : est un absorbeur d'humidité.



Figure n°11 : Etuve



Figure n°12 : Dessiccateur

### Mode opératoire :

- On mélange bien la mélasse,
- On pèse 20g de la mélasse dans une fiole de 100mL,
- On récupère la totalité de la mélasse par l'eau chaud,
- On complète jusqu'à 100mL par l'eau distillée,
- On agite le mélange puis on pèse 5mL du mélange préparé dans une capsule sèche,
- On place la capsule ouverte et son couvercle dans un étuve pendant 17h,
- Dès l'ouverture de l'étuve on ferme la capsule et on la pose dans un dessiccateur,
- On pèse la capsule à l'aide d'une balance analytique.

Le pourcentage de la matière sèche est calculé par la formule suivante :

$$MS\% = \left( \frac{Fp - Fv}{20} * \frac{Cp - Cv}{PE} \right) * 100$$

Fv : Fiole vide

Cp : Capsule vide

Fp : Fiole pleine

Cv : Capsule vide

PE : Prise d'essai en g

### 2-Analyse du taux de coloration

Ce test sert à déterminer l'absorbance de la mélasse à une longueur d'onde de 420nm.

#### Matériel :

**Spectrophotomètre :** Est un instrument qui permet d'effectuer une mesure spectrophotométrique de l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée.



Figure n°13 : spectrophotomètre

### Mode opératoire :

- On mélange bien la mélasse,
- On pèse 20g de la mélasse dans une fiole de 100mL,
- On récupère la totalité de la mélasse par l'eau chaud,
- On complète jusqu'à 100mL par l'eau distillée,

- On agite bien ensuite on pèse 5mL du mélange préparé dans une fiole de 100mL,
- On complète jusqu'à 100mL et on lit l'absorbance l'aide du spectrophotomètre.

Le pourcentage du taux de coloration est calculé par la formule suivante :

$$TC\% = \left( \frac{ABS}{MS-ST} \right) * 100$$

$$ST\% = SR\% + SACC\%$$

ST : Pourcentage du sucre totaux

MS : Pourcentage de la matière sèche

SACC : Pourcentage du saccharose

ABS : Absorbance

SR : Pourcentage du sucre réducteur

### 3- Analyse du taux du Saccharose

Cette méthode consiste à quantifier par polarimètre le taux de saccharose tout en éliminant les éléments non sucrés par action de l'acétate de plomb en milieux basique.

#### Matériel :

**Polarimètre :** Est un instrument utilisé pour déterminer l'angle d'activité optique d'une lumière polarisée passe à travers le filtrat, il est étalonné à l'aide d'une solution de saccharose avec trois concentrations déférentes.



Figure n°14 : Polarimètre ADP 410

#### Réactifs :

**Acétate de plomb :** Est un composé chimique de formule  $C_4H_6O_4Pb$  se présentant soit sous forme d'une poudre blanche, soit sous forme d'un cristal, soluble dans l'eau, son utilisation dans notre étude sert à éliminer tous les éléments non sucrées et gardé que les sucres.

#### ❖ **Préparation :**

- Dans un bécher de 2L on pèse 420g d'acétate de plomb poudre,
- On ajoute 500mL d'eau distillée,
- On agite à l'aide d'un agitateur magnétique
- On transfère le mélange dans fiole de 1000mL,
- On ajuste jusqu'à le trait de jauge puis on filtre la solution.

#### Mode opératoire :

- On mélange bien la mélasse,

- On pèse 16g de la mélasse dans une fiole de 200mL,
- On récupère la totalité de la mélasse avec l'eau chaud,
- On ajoute 25mL de l'acétate de plomb,
- On complète jusqu'à 200mL par l'eau distillée,
- On laisse le mélange au repos pendant 20min (temps de précipitation),
- On filtre le mélange et on mesure l'angle à l'aide du polarimètre.

Le pourcentage du taux du Saccharose est calculé par la formule suivante :

$$\text{TSCC}\% = \left( \frac{\alpha * 0,75}{\text{PE}} \right) * 100$$

$\alpha$  : L'angle de rotation en A°

0,75 : Constante de l'appareil

PE : Prise d'essai en g

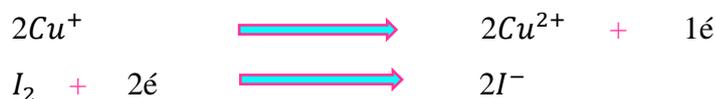
### 3- Analyse du taux du sucre réducteur

En milieu basique, les ions  $\text{Cu}^{2+}$  présent dans la liqueur de Fehling (double tartrate de sodium et de potassium + sulfate de cuivre) sont réduit par les sucres réducteurs en ion  $\text{Cu}^+$  sous forme de  $\text{Cu}_2\text{O}$ , précipité rouge brique insoluble, ensuite les ions  $\text{Cu}^+$  sont oxydés par l'iode en  $\text{Cu}^{2+}$  et l'excès d'iode dosé par la solution de thiosulfate de sodium. La quantité d'iode qui a oxydé les ions  $\text{Cu}^+$  en  $\text{Cu}^{2+}$  représente la quantité des sucres réducteurs présent dans la prise d'essai de la mélasse.

A chaud et en milieu basique :



Oxydation de  $\text{Cu}^+$  :



L'excès d'iode dosé par thiosulfate de sodium :



### Matériel :

**Bain marie :** Est une cuve thermostatée remplie par l'eau distillée qui sert à transporter la chaleur, il est vérifié à l'aide d'un thermomètre étalonné et un thermomètre normal.



Figure n°15 : Bain marie

### Réactifs :

**Sulfate de cuivre :** C'est un composé ionique formé par le cation de cuivre (II) et l'anion de sulfate caractérisé par la formule chimique  $CuSO_4$ , soluble dans l'eau, joue le rôle d'un oxydant.

#### ❖ Préparation :

- Dans une fiole de 1000mL, on pèse 70g du sulfate de cuivre poudre,
- On ajoute 500mL d'eau distillée,
- On agite à l'aide d'un agitateur magnétique,
- On complète jusqu'à le trait de jauge.

**Double tartrate :** Ou sel de Seignette de formule brute  $KNaC_4H_4O_4 \cdot 4H_2O$ , dans le cadre de notre étude il empêche la précipitation des ions  $Cu^{2+}$ .

#### ❖ Préparation :

- Dans un bécher de 2L on pèse 346g du double tartrate poudre,
- On ajoute 500mL d'eau distillée (réaction endothermique),
- On agite à l'aide d'un agitateur magnétique,
- Dans un bécher de 500mL on pèse 136g du carbonate de sodium,
- On ajoute 250mL d'eau distillée (réaction exothermique),
- On agite à l'aide d'un agitateur magnétique,
- On transfère les deux solutions dans une fiole de 1000mL,
- On complète jusqu'à le trait de jauge avec agitation.

**Aide acétique 5 N :** Est un acide carboxylique de formule chimique brute  $CH_3COOH$ , il est utilisé pour neutraliser le milieu et rendre le pH = 7.

#### ❖ Préparation :

- Dans une fiole de 500ml,
- On prend à l'aide d'une poire 287ml de l'aide acétique pure,
- On complète jusqu'au 500ml et on agite par retournement.

**Iode N/30** : Est un élément chimique de numéro atomique 53, de symbole I et joue le rôle d'un oxydant dans notre étude.

❖ **Préparation :**

- Dans une fiole de 1000mL,
- On verse le contenu de l'ampoule d'iode commerciale,
- On complète jusqu'au 1000mL et on agite par retournement (N/10),
- On prend un volume d'iode N/10,
- On ajoute le double du volume en eau distillée et on agite.

**Thiosulfate de sodium N/30** : Est un composé inorganique de formule brute  $Na_2S_2O_3$ , il est utilisé comme un oxydant.

❖ **Préparation :**

- Dans une fiole de 1000mL,
- On verse le contenu de l'ampoule de thiosulfate de sodium
- On complète jusqu'au 1000mL et agiter par retournement (N/10),
- On prend un volume d'iode N/10,
- On ajoute le double du volume en eau distillée et on agite.

**Empois d'amidon** : Utilisé comme un indicateur colorant.

❖ **Préparation :**

- Dans une capsule on pèse 1g d'amidon poudre,
- On verse le contenu dans une erlenmeyer contenant 100mL d'eau distillée,
- On chauffe le mélange pendant 5 min avec l'agitation,
- On le laisse refroidir à la température ambiante.

**Mode opératoire :**

On introduit dans une erlenmeyer suivant l'ordre :

- 10mL de sulfate de cuivre,
- 10mL de double tartrate,
- 8mL d'eau distillée,
- 2mL du filtrat obtenu lors de quantification du saccharose,
- On ferme l'erlenmeyer et on porte le mélange à l'ébullition à 95°C° pendant 8min (temps d'incubation),

- On refroidit l'échantillon dans un bassin d'eau froide.  
On introduit dans une erlenmeyer suivant l'ordre :
- 10mL d'acide acétique,
- 20mL d'iode
- Quelques gouttes d'empois d'amidon,
- On dose par le thiosulfate de sodium

Le pourcentage du sucre réducteur est calculé par la formule suivante :

$$SR\% = \frac{V_{blanc} - V_{échantillon}}{PE * 0,1}$$

$V_{blanc}$  : Volume de tombé de la burette du dosage sans échantillon en mL

$V_{échantillon}$  : Volume de tombé de la burette du dosage de l'échantillon en mL

PE : Prise d'essai en g

### 5- Analyse du potentiel hydrogène et le Brix

Le teste du potentiel hydrogène sert à voir la basicité ou l'acidité du milieu et le Brix c'est un paramètre qui nous donne une idée sur le taux du sucre présent dans la mélasse.

#### Matériel :

**pH mètre** : Est un appareil qui sert à mesurer le pH d'une solution, il est vérifié par deux solutions une a un pH = 4 a une correction nulle et l'autre a un pH = 7 a une correction de 0,1.

**Saccharimètre** : Est un instrument utilisé pour déterminer le Brix d'un corps liquide



Figure n°16 : pH mètre



Figure n°17 : Saccharimètre

#### Mode opératoire :

- Dans un bécher de 500mL, on introduit 250mL de la mélasse brute,
- On ajoute 250mL d'eau distillée puis on agite jusqu'à la solubilité totale de la mélasse,
- On mesure le potentiel hydrogène à l'aide d'un pH mètre,
- Pour le Brix, on verse le mélange préparé dans une éprouvette,
- On introduit le saccharimètre dans l'éprouvette et on le laisse jusqu'à il se stabilise.

*Chapitre III : Résultats des analyses  
effectuées sur Surac et Sunacas*

Tout le contenu présenté dans ce chapitre est le résultat des différentes expérimentations présentées dans le chapitre précédent, ces résultats vont être interprétés et discutés afin de contrôler le suivi de certains paramètres physicochimiques, ainsi que voir l'évolution du taux de sucre réducteur et le taux du saccharose.

### 1- Résultats des analyses effectuées sur Surac et Sunacas

Les résultats des analyses effectuées sur les deux types de mélasse canne Surac et Sunacas par voie chimique sont résumés dans les tableaux suivants :

<i>Numéro d'échantillon</i>	<i>pH</i>	<i>Brix</i>	<i>Sacc%</i>	<i>SR%</i>	<i>TC%</i>	<i>MS%</i>
1	5,56	84,0	31,69	12,06	3,46	72,88
2	5,53	83,0	33,38	11,81	4,07	70,63
3	5,55	83,0	30,66	12,50	3,20	79,05
4	5,52	83,0	30,50	11,50	3,10	76,13
5	5,60	82,4	34,88	11,50	4,06	72,46
6	5,63	83,6	36,94	9,56	4,20	73,02
7	5,69	84,4	40,41	7,93	4,27	73,29

Tableau n°4 : Résultats des analyses effectuées sur la mélasse Sunacas

<i>Numéro d'échantillon</i>	<i>pH</i>	<i>Brix</i>	<i>Sacc%</i>	<i>SR%</i>	<i>TC%</i>	<i>MS%</i>
1	5,28	86,8	42,38	7,50	3,90	80,25
2	5,49	83,8	42,40	7,25	3,64	79,19
3	5,34	85,4	43,59	7,38	4,90	77,42
4	5,49	87,2	42,18	7,75	3,60	78,58
5	5,46	86,2	42,18	7,75	3,80	77,31
6	5,51	87,8	42,19	7,18	4,09	77,00
7	5,56	88,2	41,25	7,18	3,72	76,28

Tableau n°5 : Résultats des analyses effectuées sur la mélasse Surac

Type d'échantillon	pH	Brix	Sacc%	SR%	TC%	MS%
Sunacas	5,58	83,34	34,07	10,98	3,76	73,49
Surac	5,40	86,49	42,31	7,48	3,95	78,00

Tableau n°6 : Résultats des analyses moyennes

Nous avons opté de transformer les résultats du tableau n°6 sous forme d'un histogramme dans le but de faire une saisie visuel rapide sur les paramètres moyennes étudiés.

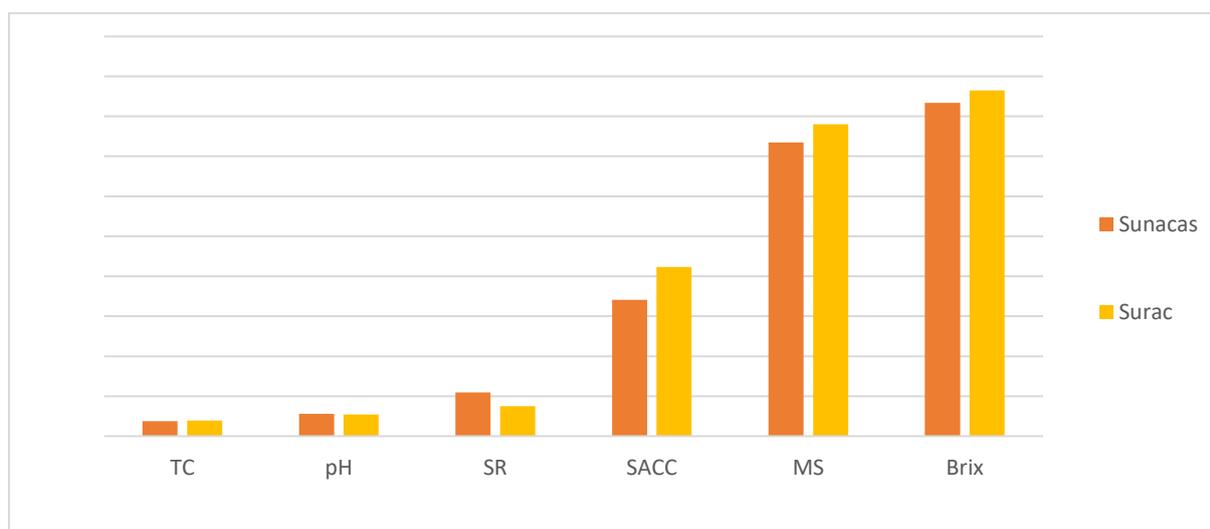


Figure n°18 : Comparaison entre les analyses moyennes effectuées sur Surac et Sunacas

D'après ces résultats on remarque que le potentiel d'hydrogène augmente progressivement jusqu'à 5,58 pour Sunacas et 5,40 pour Surac mais il reste dans les normes puisqu'il varie entre 5 et 6, le taux du sucre réducteurs pour Sunacas est plus grand à celui de Surac par contre le taux du saccharose, matière sèche et le Brix de Surac sont supérieur à ceux de Sunacas et le taux de coloration est presque identique pour les deux types de la mélasse.

## 2- Résultats du volume de l'acétate de plomb

Puisque on est dans le cadre de la modulation des paramètres physicochimiques nous avons envisagé de jouer sur un facteur intéressant qui est le volume de l'acétate de plomb, les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Nombre d'essai	Volume de Ac.Pb	Sunacas		Surac	
		SACC%	SR%	SACC%	SR%
1	20ml	32,44	12,13	40,28	8,31
	25ml	33,38	11,81	42,38	7,50
	30ml	34,31	11,44	40,87	6,44
2	20ml	35,72	10,50	42,38	8,62
	25ml	36,94	9,56	42,19	7,18
	30ml	37,22	7,69	42,75	6,75
3	20ml	39,48	9,13	40,31	8,13
	25ml	40,41	7,93	43,59	7,38
	30ml	41,91	6,37	43,80	6,50

Tableau n°7 : Résultats de la modification du volume de l'acétate de plomb

Ces données statistiques sont représentées sur les deux figures suivantes :

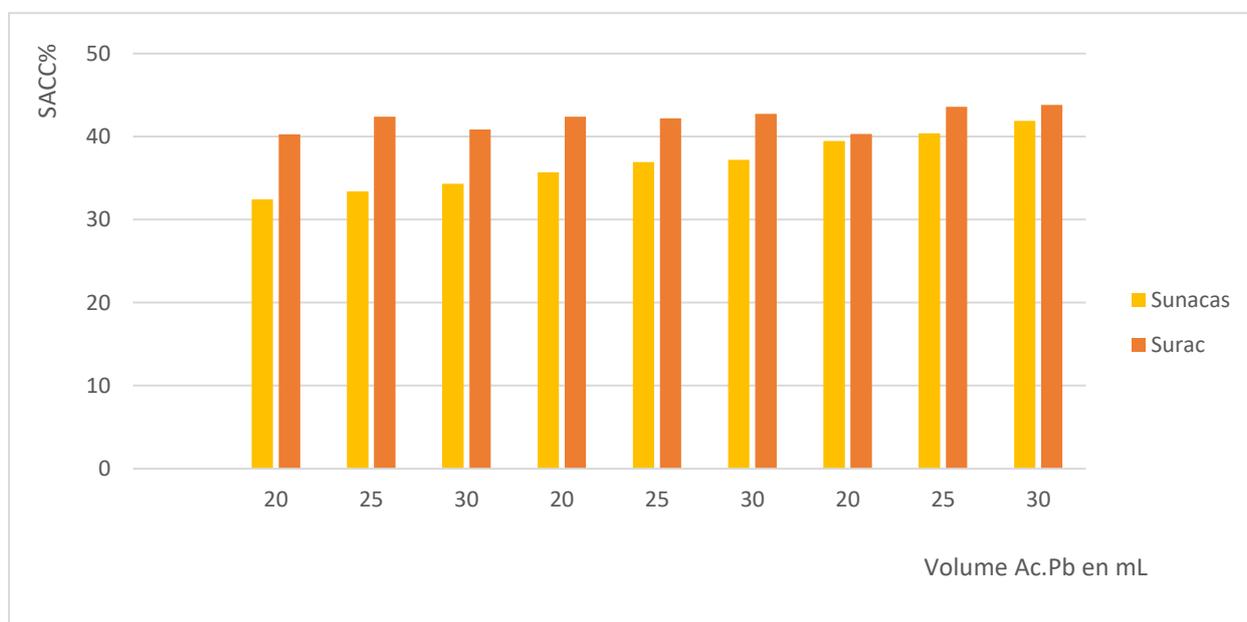
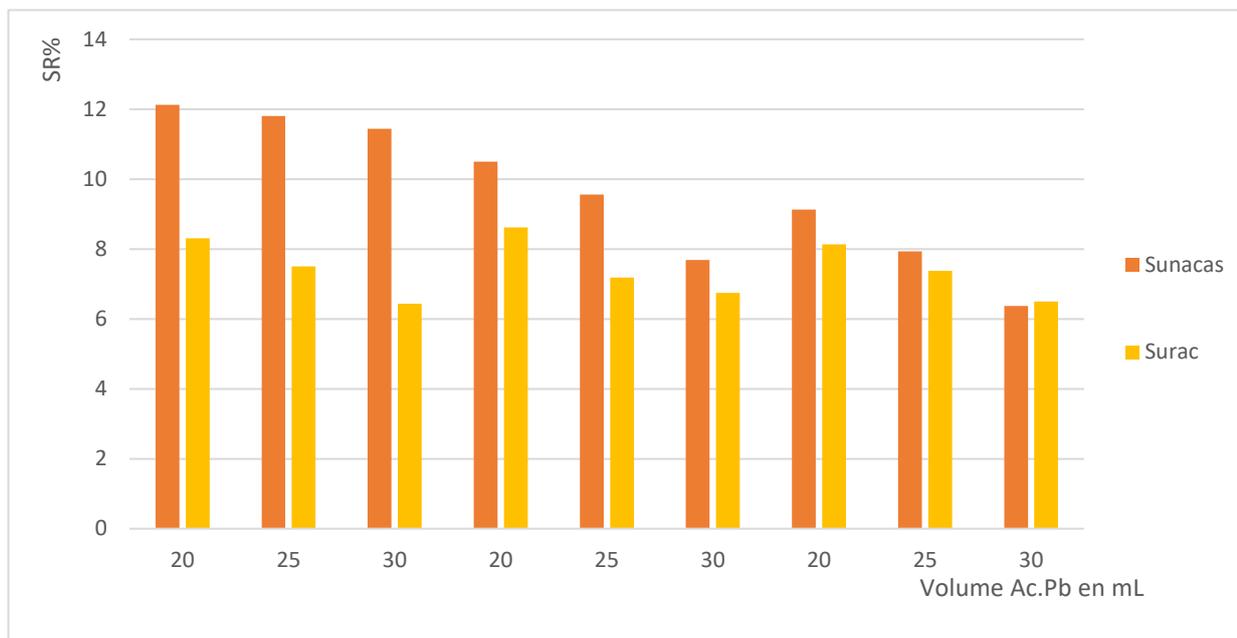


Figure n°19 : Comparaison du SACC% pour Surac et Sunacas



*Figure n°20 : comparaison du SR% pour Surac et Sunacas*

**Interprétation :**

D'après les deux figures 18 et 19 nous constatons que le taux du saccharose augmente avec l'élévation du volume de l'acétate de plomb par contre le taux du sucre réducteur diminue avec l'augmentation de ce volume ce qui nous avons permis de dire que cette solution favorise la présence du saccharose libre au milieu malgré que l'acétate de plomb contribue à la présence des composants sucrés et précipite tous les éléments non sucrés, pour cette raison nous avons décidé de travailler sur trois facteurs qui peuvent influencer le taux du sucre.

- ❖ Temps de précipitation,
- ❖ Temps d'incubation,
- ❖ La température.

**3 – Résultats du temp de précipitions**

Après l'ajout de l'acétate de plomb sur la mélasse on a prolongé le temps de précipitation de 20 min jusqu'à 1h à 95°C pour voir si ce temps a un effet sur le taux du sucre réducteur et le taux de saccharose, les résultats de cette expérience sont récapitulés dans le tableau suivant.

<i>Type d'échantillon</i>	<i>SACC%</i>		<i>SR%</i>	
	<i>20 min</i>	<i>1h</i>	<i>20 min</i>	<i>1h</i>
<i>Sunacas</i>	32,72	32,52	12,44	12,38
	32,63	32,34	12,50	12,50
<i>Surac</i>	42,66	43,03	7,50	7,50
	42,19	41,63	7,50	7,25

Tableau n°8 : Résultats du temps de précipitation

Pour visualiser l'évolution des données représentés dans le tableau on a opté de les transformer sous forme de deux graphes, qui montrent la variation du taux du saccharose et le taux du sucre réducteur en fonction du temps.

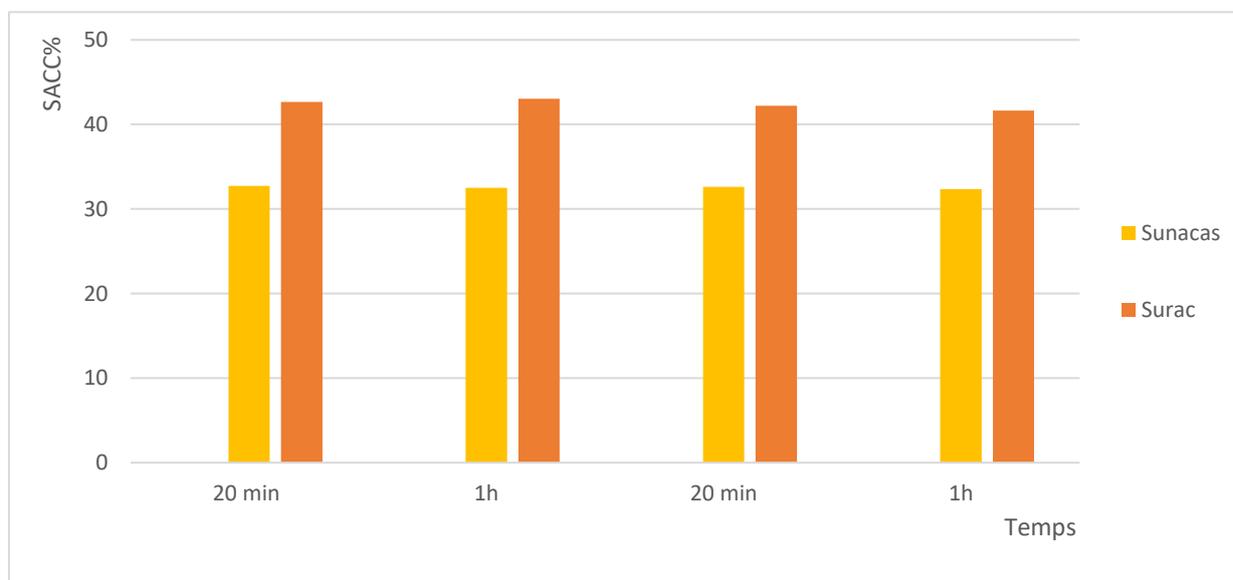


Figure n°21 : Comparaison du SACC% selon le temps de précipitation

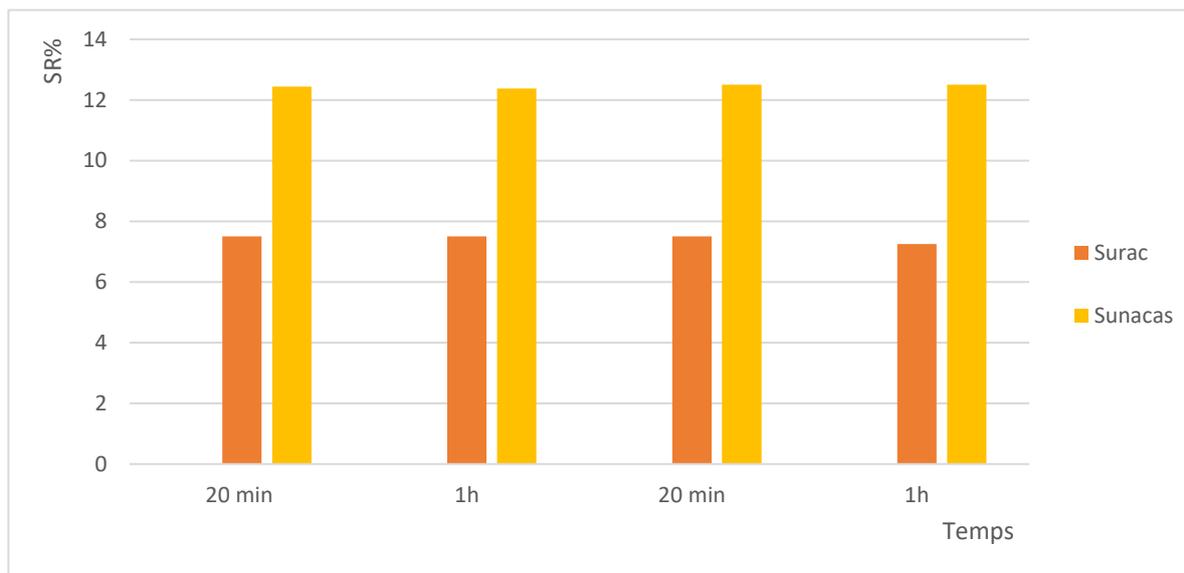


Figure n°22 : Comparaison du SR% selon le temps de précipitation

D'après ces résultats nous remarquons que le taux du saccharose et le taux du sucre réducteur reste constant pendant les deux temps de précipitation (1h et 20 min) que ça soit pour Surac ou Sunacas ce qui valide que le temps de précipitation n'a aucun effet sur la lyse de la molécule de saccharose et la variation du taux du sucre réducteur.

#### 4 – Résultats des analyses effectuées à 70°C et à 95°C

Après la récupération du filtrat et l'ajout de sulfate de cuivre, double tartrate et l'eau distillée on a choisi de travailler sur deux températures différentes (70°C et 95°C) pour voir l'influence de la température sur le taux du sucre réducteur.

<i>Type d'échantillon</i>	<i>Taux du sucre réducteur %</i>	
	<i>70C°</i>	<i>95C°</i>
<i>Sunacas</i>	2,19	12,44
	2,81	12,38
	2,50	12,50
<i>Surac</i>	1,25	7,50
	1,56	7,50
	1,44	7,25

Tableau n°9 : Résultats du SR% effectuées à 70°C et à 95°C

Pour mieux exploiter ces résultats on a visé de les mettre sous forme d'un graphique qui représente la variation du sucre réducteur en fonction de la température.

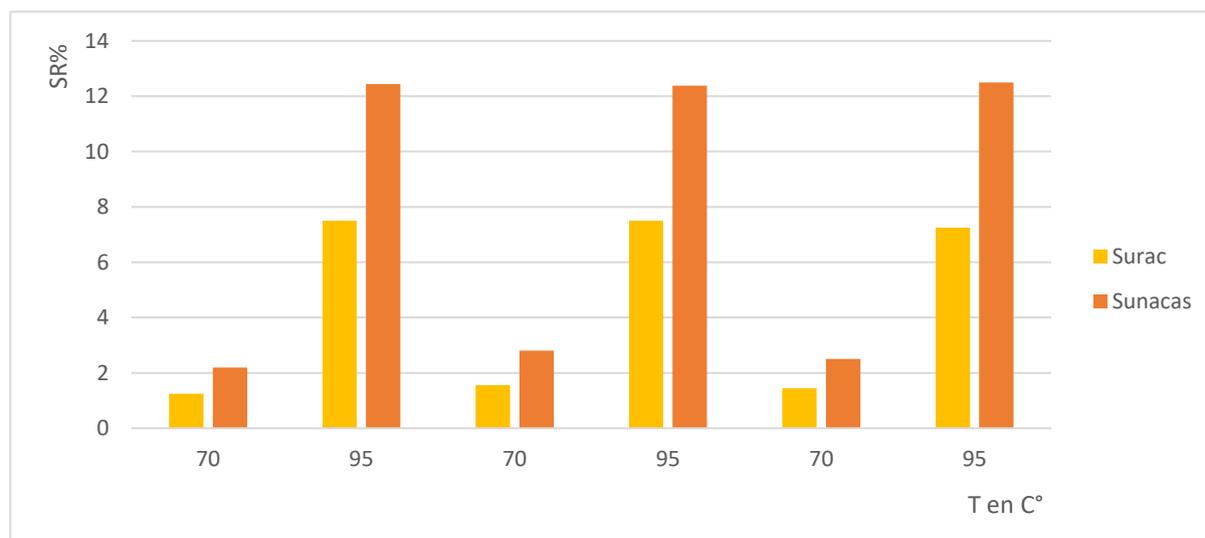


Figure n°23 : Comparaison du SR% à 70°C et à 95°C

Interprétation :

D'après ces résultats nous remarquons que le taux du sucre réducteur à 70°C est très faible par rapport à celui de 95°C que ça soit pour la mélasse de Surac ou la mélasse de Sunacas, vue que lors de la sortie de l'échantillon du bain marie on a remarqué l'absence du précipité de monoxyde de cuivre ce qui assure que la diminution de la température ralentie la lyse de la molécule du saccharose pour la transforme sous forme du sucre réducteur, et pour cette raison lorsqu'on ajoute la solution d'iode on aura pas la réaction d'oxydoréduction qui se déroule entre les ions  $Cu^{+}$  et  $I$ , c'est pour cela la quantité d'iode reste totalement dans le milieu et lorsqu'on dose par la solution de thiosulfate de sodium on constate un grand volume de tombé de la burette ce qui génère un abaissement du taux de sucre réducteur à 70°C.

Type d'échantillon	Taux du Saccharose %
Sunacas	32,16
	32,53
	34,21
Surac	42,38
	42,28
	43,97

Tableau n°10 : Résultats du SACC%

### 5- Résultats des analyses effectuées sur le temps d'incubation

D'après le résultat précédent, on a confirmé que 95°C est la bonne température pour la lyse de la molécule du saccharose, et pour cette raison on a prolongé le temps d'incubations de 8 min jusqu'au 15 min à 95°C dans le bain marie afin de savoir si le temps d'incubation a une influence sur le taux du sucre réducteur, les résultats de cette étude sont présentés dans le tableau suivant.

<i>Type d'échantillon</i>	<i>Taux du sucre réducteur %</i>	
	<i>8 min</i>	<i>15 min</i>
<i>Sunacas</i>	7,93	12,50
	8,25	12,50
	8,66	12,50
<i>Surac</i>	7,25	7,88
	7,38	8,44
	7,18	8,75

Tableau n°11 : Résultats du SR% effectuées à 8 min et à 15min

Pour faciliter la compréhension des données statistique, il est préférable de les illustrés sous forme d'un diagramme.

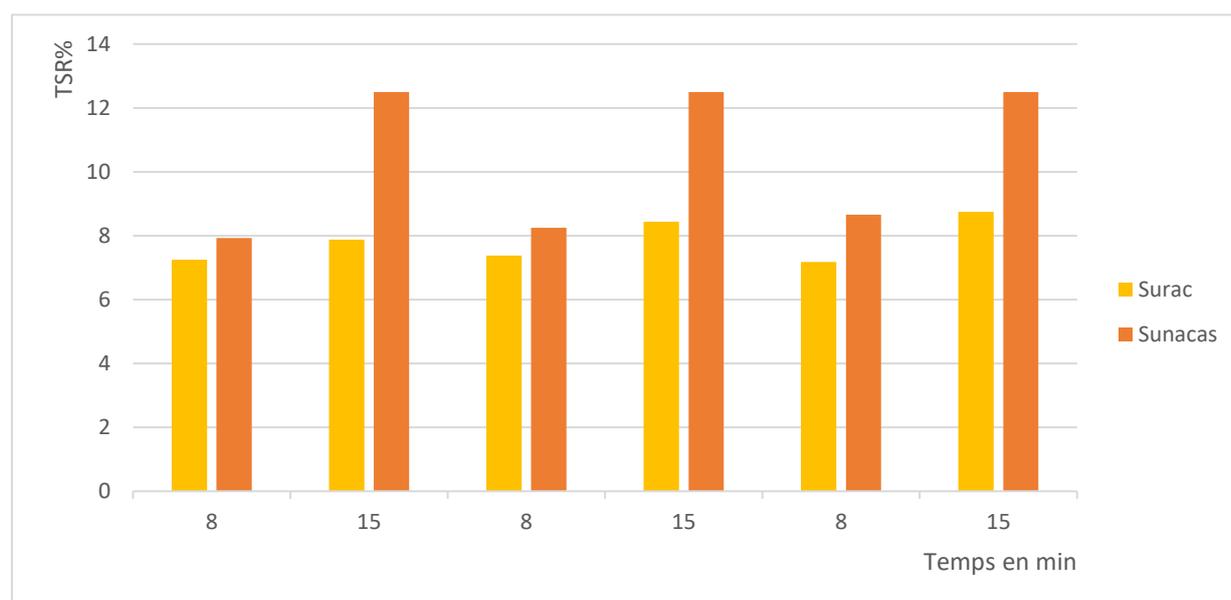


Figure n°24 : Comparaison du SR% selon le temps d'incubation

### Interprétation :

D'après ces résultats on a remarqué que le taux du sucre réducteur de l'échantillon qui a passé 15 min dans le bain marie est supérieur à celui qui a passé 8 min, cela dû à une seule raison c'est été le prolongement du temps d'incubation qui a pu augmenter le taux de la lyse de la molécule du saccharose sous forme du sucre réducteur.

Pour Sunacas on constate que le taux du sucre réducteur est constat, vue que la quantité formée du monoxyde de cuivre est égale à la quantité ajoutée la solution d'iode ce qui génère une oxydation complète et pour cette raison le volume de la tombée de la burette de la solution de thiosulfate de sodium est nul.

Tableau n°12 : Résultats du SACC%

<i>Type d'échantillon</i>	<i>Taux du Saccharose %</i>
<i>Sunacas</i>	33,19
	32,91
	32,16
<i>Surac</i>	42,75
	42,28
	42,38

### Remarque :

D'après les résultats obtenus dans les tableaux n°10 et n°12 on remarque que le taux du Saccharose n'a connu aucun changement que ça soit pour la mélasse de Surac ou la mélasse de Sunacas durant les deux expériences.

## *Conclusion*

Au terme de ce stage, et d'après les différentes analyses effectuées sur les données collectées nous pouvons conclure que la mélasse de Surac et la mélasse de Sunacas sont dans les normes, sauf que le taux du saccharose et la matière sèche de Surac sont plus élevés que ceux de Sunacas, par contre le taux du sucre réducteur de Surac est plus faible que celui de Sunacas.

Pour les facteurs qui peuvent influencer le taux du sucre on peut affirmer que le volume d'acétate de plomb est le facteur le plus influençant sur le taux du sucre réducteur et le taux du saccharose par contre le temps de précipitation est le facteur le moins influençant sur les deux taux des sucres, pour la température et le temps d'incubation sont des facteurs très significatifs sur le taux du sucre réducteur.

A la lumière des analyses faites, le bilan de ce stage s'avère extrêmement positif, car il nous a permis de perfectionner et confronter nos connaissances théoriques en les mettant en pratique par la réalisation des analyses physico-chimiques et leurs calculs associés et m'intégré au domaine industriel.

## *Références bibliographiques*

- [1] **USDA** National Nutrient Database for Standard Reference (2018, 1 Avril). Valeur nutritionnelle moyenne pour 100 g de mélasse. Consulté sur <https://ndb.nal.usda.gov>.
- [2] **Clément J.M. (1978)**. Dictionnaire des industries alimentaires. 191p et 254 p.
- [2] - [3] **Curtin L.V. (1983)**. Molasses general considerations, molasses in animal nutrition, National Feed Ingredients Association, p 3-9.
- [3] – [4] **Larpent J.P. et Larpent M. G. (1985)**. Éléments de microbiologie, P369.Hermann
- [5] **Dubourg J.( 1972)**. Procédure de fabrication du sucre. In « sucrerie de betterave ». Ed : Technique et documentation-Lavoisier.