

CHAPITRE 1

Le procédé de fabrication de la levure

I. Le procédé de fabrication de la levure

➤ I.1. Généralités sur la levure

Les levures sont utilisées dans la fabrication du vin, du pain, de la bière, elles sont souvent utilisées comme aliments pour le bétail en raison de leur richesse en protéines et en vitamines B.

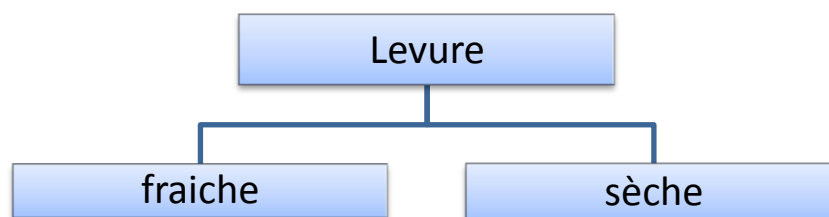
Elles sont capables de :

- Dégrader les aliments qui se trouvent dans leur milieu de culture grâce à une gamme très étendue d'enzymes d'hydrolyse.
- Effectuer toutes ou presque les synthèses dont elles ont besoin pour leur croissance.

Il existe plus de 500 espèces de levures, mais seulement une petite partie de celles-ci est considérée comme ayant une importance commerciale, parmi elles, celle utilisée dans la fabrication de la levure boulangère *Saccharomyces cerevisiae* qui est naturellement présente dans l'air et peut se déposer sur la paroi des végétaux ou sur les aliments.

En milieu anaérobie, elle tire l'énergie nécessaire à sa vie du processus de fermentation panitaire. En milieu aérobie, elle réalise des réactions de respiration et se multiplie abondamment. Ce processus est exploité lors de sa production industrielle.

➤ Types de la levure



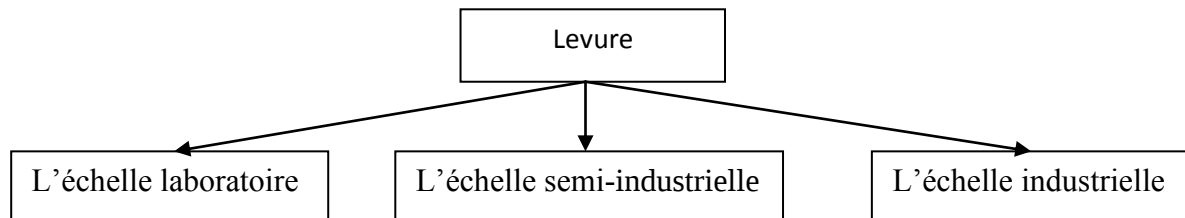
Comparaison entre levure sèche et levure fraîche:

La levure sèche contient très peu d'eau (elle est séchée sous vide à basse température). Cette caractéristique la rend très stable, résistante pendant les transports et fait qu'elle se conserve très bien dans un endroit frais et sec (jusqu'à 6 mois).

La levure fraîche de boulanger est fraîche. Elle est plus hydratée et elle a besoin d'un endroit frais (autour de 4 °C) pour se conserver (autour de 2 semaines). Elle doit avoir un bel aspect clair, humide et sans odeur acide. Elle est plus fragile.

➤ I.2. Les étapes de fabrication de la levure

Le procédé de fabrication de la levure passe par trois échelles à savoir:



I.2.1. L'échelle laboratoire:

Chaque mois, la société LESSFRE MAROC reçoit de la France deux souches de *Saccharomyces cerevisiae*. Une destinée à la levure fraîche et l'autre à la levure sèche. Ces souches sont ensemencées dans des tubes dans un milieu nutritif spécifique à la croissance des levures ce qui permet de préparer 60 tubes par mois.

Cette étape exige un travail dans des conditions strictement aseptiques pour éviter tout risque de contamination.

Le contenu des tubes est transvasé dans un petit icône de 250mL appelé « Van Lear » qui contient un milieu nutritif très riche en sucre, d'extrait de levure, de minéraux et de vitamines, favorisant une première multiplication des cellules. Après on passe à l'inoculation dans un grand icône de 7 litres appelé « Carlsberg » qui permettra une deuxième multiplication de la levure .

I.2.2. L'échelle semi-industrielle

a. La pré-fermentation :

Après incubation dans la cuve de 800 L le contenu versé dans une autre cuve dite « pré-fermenteur » alimentée en éléments nutritifs de façon continu avec un débit réglé selon les besoins (même nutriments de la cuve de 800 litres).

b. La fermentation de la levure mère :

Le contenu du pré-fermenteur est pompé dans un fermenteur alimenté par l'urée, ainsi que les éléments nutritifs ajoutés précédemment. Cette opération dure environ 16h et se déroule dans un milieu suffisamment oxygéné pour favoriser le développement de la biomasse.

c. Séparation :

Les cellules de la levure sont séparés du mout dans des séparateurs qui fonctionnent par centrifugation, on obtient un liquide léger c'est le mout déluvé qui se dirige vers la nouvelle station des effluents, et un liquide dense « la crème » qui repart vers les fermenteurs.

d. Stockage :

Après la séparation, la crème obtenue est acidifiée par l'acide sulfurique pour éviter la contamination et réguler la matière sèche.

La crème est refroidie à 4 °C et stocké dans de grands bacs.

I.2.3.L'échelle industrielle

a. Fermentation de la levure commerciale :

La crème préparée constitue le pied d'ensemencement pour la fabrication commerciale. Cette étape de fermentation se déroule dans des fermenteurs de capacité plus grande pour obtenir le produit fini, son principe est le même que celui de la fermentation de la levure mère. Après la fermentation, le contenu est refoulé vers la séparation.

b. Séparation de la levure commerciale :

Cette station comporte deux lignes de séparation en parallèle, au niveau de chaque ligne se trouve deux séparateurs montés en série, le premier sépare le mout délevuré de la crème et le deuxième fini le travail en mélangeant la crème avec l'eau pour éliminer le maximum de mout délevuré.

c. La filtration

Elle consiste à éliminer l'eau présente dans la levure pour la préserver d'une éventuelle contamination puisque l'eau facilite l'altération par des micro-organismes. La crème arrive au niveau d'un filtre rotatif qui contient une couche filtrante d'amidon qui ne laisse passer que l'eau. La crème étant étalée sur la surface du filtre et récupérée.

d. Emballage de la levure fraîche

L'emballage s'effectue grâce à une machine spéciale, constituée d'une boudineuse, découpeuse et d'une enveloppeuse. Quand le gâteau de la levure fraîche passe par cette machine, on aura à la fin un produit fini sous forme de paquets à 500g de poids, placé ensuite dans des cartons disposés sur des palettes de manière à avoir un vide entre eux pour faciliter la circulation de l'air froid.

e. Emballage de la levure sèche

Pour la levure sèche, le gâteau provenant de la filtration sous vide et mélangée avec une quantité d'émulsifiant qui sert à conserver le produit plus longtemps et donne aussi la couleur blanche caractéristique de la levure.



f .Conservation

Après la mise en carton, la levure fraîche est conservée dans une chambre froide à une température de 4°C, avant son expédition. alors que la levure sèche est conservée à température ambiante dans des cartons.

La levure fraîche est conservée à une température de 4°C, alors que la levure sèche est conservée à température ambiante.

Stockage de la levure sèche à l'air ambiant.

Stockage de la levure fraîche dans la chambre froide ($T=4^{\circ}\text{C}$).

.

CHAPITRE 2

Optimisation d'une méthode de détermination d'azote et du phosphore par les plans d'expériences.

I. Présentation du problème

Pour le développement de la levure de boulanger nous avons besoin des sels nutritifs sous forme des engrais azotés et phosphatés, qui sont nécessaires pour la croissance et la multiplication de la levure.

La détermination de pourcentage d'azote et du phosphore dans la levure (produit fini) est une analyse qui s'effectue de façon journalière et qui présente une étape clé dans la qualité de la levure.

Pour cela nous avons besoin de faire une minéralisation de la matière organique qui est la levure, en présence d'un catalyseur de kjeldahl.

Le catalyseur utilisé nous donne une mauvaise estimation d'azote et du phosphore, notre objectifs c'est de trouver un réglage des facteurs qui influencent la réponse par l'utilisation des plans d'expériences, de telle façon à faire fonctionner le catalyseur et en même temps respecter les recommandations fixées par l'entreprise dont:

- Taux en Azote = $7.358 \% < N_2 < 7.558\%$
- Taux en phosphore = $2.38 \% < P < 2.45 \%$

II. Dosage d'azote

Principe:

Dans un produit biologique l'azote peut se trouver sous forme minérale et organique (protéines, phospho-amino-lipides...). Pour le doser dans sa totalité, il faut détruire les composés organiques de manière à obtenir tout l'azote sous une même forme minérale.

La méthode de Kjeldahl est la plus répandue pour le dosage de l'azote dans différents composés organiques. L'azote organique est transformé en azote minéral, sous forme ammoniacale $(NH_4)_2SO_4$, par action oxydante de l'acide sulfurique H_2SO_4 concentrer en présence d'un catalyseur à haute température.

L'ammoniaque formé est déplacée par une base forte NaOH en excès et entraîné par une distillation dans l'acide borique H_3BO_3 en excès en vis de piéger l'ammoniaque .

Le borate d'ammonium formé est dosé par H_2SO_4 [1].

Ce principe comporte trois phases: **Minéralisation, Distillation, Titrage.**

Matériel:

- Balance analytique, précision 1.10^{-4} g avec une coupelles de pesées.
- Tubes à minéraliser Büchi et leurs supports.
- Unités de digestion Büchi installées sous hotte aspirante .
- Flacon avec dispenser pour l'acide sulfurique.
- Fioles jaugés de 100 ml et de 50 ml, Pipette de 50 ml.
- Unité de distillation Büchi.
- Titreur automatique avec un pH-mètre.

✓ Minéralisation:

Ceci se fait en utilisant un digesteur comme source de température avec l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur.

Les conditions de minéralisation conduisent à :

- l'azote organique sous forme d'ion ammonium NH_4^+ .
- le carbone organique est retrouvé sous forme $\text{CO}_2(\text{gaz})$.
- l'hydrogène et l'oxygène sont combinés en H_2O .

Au cours de la minéralisation, l'acide sulfurique se décompose partiellement en dioxyde et trioxyde de soufre (SO_2 et SO_3) sous la forme d'une vapeur blanche très irritante[1].



Mode opératoire

- Peser les prises d'essai de la levure et noter la masse en gramme;
- Introduire directement les prises d'essai dans les tubes de minéralisation numérotés.
- Ajouter dans les tubes 5ml de H_2SO_4 concentré à l'aide d'une dispensette;
- Ajouter dans les tubes le catalyseur de Kjeldahl;
- Placer les tubes dans le digesteur et s'assurer que le système d'aspiration des fumées est en marche;
- Minéraliser à une température de 370°C pendant 1 heure après que le digestat soit devenu limpide;
- Retirer les tubes et les laisser refroidir ≈ 20 minutes.

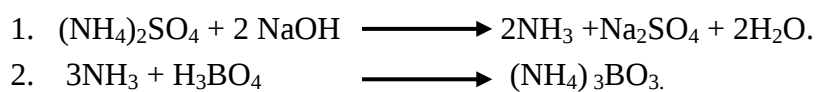


Figure 1 : Digesteur pour la minéralisation.

Remarque: il faut effectuer la minéralisation sous une hotte ou bien sur une rampe de minéralisation munie d'un système permettant de capter ces vapeurs.

✓ **Distillation:**

Le sulfate d'ammonium $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ formé par la minéralisation est ensuite volatilisé par la soude (en excès), puis entraîné par de la vapeur d'eau dans une solution d'acide borique qui le retient selon les deux équations suivantes [1] :



Mode opératoire

- Après minéralisation et refroidissement, on fait une dilution dans des fioles de 100ml;
- Prélever 50 ml de cette solution et remettre dans le tube de minéralisation ;
- Placer le tube dans le distillateur ;
- Ajouter 20 ml de la soude dans le tube et 20 ml de l'acide borique dans le bécher de BUCHI;
- Régler le temps de distillation à 3 min ;
- Démarrer la distillation.



Figure 2:Appareil de distillation BUCHI.

✓ **Titration:**

le distillat récupéré est titré avec H_2SO_4 0,05 N à l'aide d'un titreur automatique tout en introduisant l'électrode d'un pH-mètre pour lire le pH dans le bécher avec une agitation par un agitateur magnétique [1].

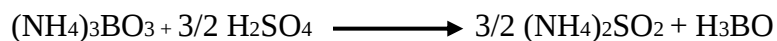


Figure 3 :Titreur automatique.

Calcul de pourcentage totale d'azote:

On a 1 ml de H_2SO_4 (0.05 N) neutralise 0.7 mg d'azote [1].

$$1 \text{ ml} \longrightarrow 0.7 \text{ mg (N)}$$

$$X \text{ volume} \longrightarrow y \text{ masse (N)}$$

Donc la masse on Azote:

$$m(\text{N}) = \frac{V(\text{H}_2\text{SO}_4) \times 0.7}{1}$$

$$m(\text{N}) = V \times 0.7$$

Le pourcentage en masse:

$$\%(\text{N}) = \frac{V \times 0.7}{\text{PE}(\text{mg})} \times 100$$

$$\%(\text{N}) = \frac{V \times 70}{\text{PE}}$$

Le pourcentage d'azote dans la matière sèche:

$$\% (N)/M_s = \frac{V \times 70}{PE (mg) \times M_s (\%)} \times 100$$

$$\% (N)/M_s = \frac{V \times 7.10^3}{PE (mg) \times M_s}$$

Donc le pourcentage d'azote :

$$\% (N)/M_s = \frac{7 \times V (H_2SO_4)}{PE (g) \times M_s (\%)}$$

MS = Taux de la matière sèche.

PE = Prise d'essai de levure.

III. Dosage du phosphore

Principe:

L'étude quantitative du phosphore présent dans un composé organique se fait habituellement par une minéralisation de la matière organique en présence d'acide sulfurique H_2SO_4 concentré qui joue le rôle d'un oxydant en présence d'un catalyseur.

Le phosphore organique est transformé en phosphore minéral, sous forme d'acide phosphorique H_3PO_4 . Le phosphore minéral réagit avec le molybdate d'ammonium $(12(NH_4)_2MoO_4)$ en solution acide (présence d'acide sulfurique) pour former un complexe, d'acide phosphomolybdique de coloration jaune instable.

Ce complexe est réduit par un agent réducteur, bisulfite de sodium ($NaHSO_3$) sous la forme d'un complexe phosphomolyb-2-molybdique ($H_3PO_4 - [(MoO_3)_{12}MoO_2]_2$) en présence de metol comme catalyseur pour accélérer la réaction, le complexe formé est de coloration bleue, stable et soluble dans l'eau qui adsorbe dans l'UV visible à une longueur d'onde de 660 nm.

L'intensité de la coloration du complexe est proportionnelle à la concentration en phosphore [2].

Ce principe comporte deux phases: **Minéralisation, Dosage.**

Matériel:

- Spectrophotométrie
- Balance analytique, précision 0.0001 g .
- coupelles de pesée.
- Tubes à minéraliser Büchi et leurs supports.
- Fioles jaugés de 100 ml et de 50 ml.
- Entonnoirs plastiques.
- Pipette de 10 ml.

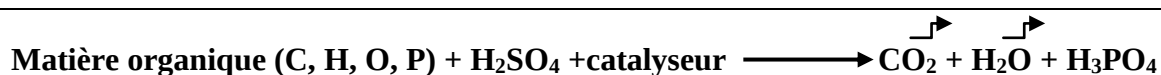
✓ **Minéralisation:**

Ceci se fait en utilisant l'acide sulfurique en présence d'un catalyseurs à haute température.

Les conditions de minéralisation conduisent à :

- phosphore organique sous forme d'ions phosphates PO_4^{3-}
- le carbone organique est retrouvé sous forme de carbone (noir) puis CO_2 .
- l'hydrogène et l'oxygène sont combinés en H_2O .

Au cours de la minéralisation, l'acide sulfurique se décompose partiellement en dioxyde et trioxyde de soufre (SO_2 et SO_3) sous la forme d'une vapeur blanche très irritantes[1].



Mode opératoire

- Pesé les prises d'essai de la levure est noter la masse en gramme;
- Introduire directement les prises d'essai dans les tubes de minéralisation numérotés.
- Ajouter dans les tubes 5ml de H_2SO_4 concentré à l'aide d'une dispensette;
- Ajouter dans les tubes le catalyseur de Kjeldahl;
- Placé les tubes dans le digesteur est s'assurer que le système d'aspiration des fumées est en marche;
- Minéraliser à une température de 370 °C pendant 1 heure après que le digestat soit devenu limpide;
- Retirer les tubes est les laisser refroidir $\approx$ 20 minutes.

✓ **Dosage:**

Après une minéralisation pendant 1 heure dans le digesteur à 370°C on prend 10ml de la solution obtenue après une dilution à 100ml dans une fiole de 50ml et on ajoute:

- 4ml de METOL .
- 4ml d'héptamolibdate d'ammonium.
- 2ml de bisulfite de sodium .
- Et on complète au trait de jauge par l'eau distillée.

A la fin on a la formation d'un complexe bleu phosphomolyb-2-molybdique.



Figure 4: Complexe bleu phosphomolyb-2-molybdique

Après une demi heure, on effectue la lecture de l'absorbance à une longueur d'onde de 660nm en utilisant l'appareil de spectroscopie UV-visible.



Figure 5 : spectroscopie uv-visible

Calcul de pourcentage du phosphore:

Préparation d'une solution mère de P_2O_5 de 2g/l:

Dissoudre $3.8349g \pm 0.1$ mg de KH_2PO_4 (99%) dans 1L d'eau distillée .
La solution peut être conservée pendant trois mois au maximum.

Préparation de la solution témoin de P_2O_5 10mg/100ml :

Dans une fiole de 100 ml, pipeter 5 ml de la solution mère de P_2O_5 et compléter avec l'eau distillée.

La solution peut être conservée pendant une semaine en maximum.

Préparation de la solution témoin de P_2O_5 0.5mg/50ml :

Il faut faire un témoin au début de chaque série d'analyse.

-Dans une fiole de 50 ml mettre :

- 5 ml de la solution à 10mg/100ml de P_2O_5
- 4 ml de Metol
- 4ml d'héptamolibdate d'ammonium
- 2ml de bisulfite de sodium .

Ajuster à 50 ml avec l'eau distillé et attendre au moins 30 min la formation du complexe coloré pour lire la réponse par la spectrophotométrie.

on a:

* la réponse de témoin:

$$A_1 = a[C_1]$$

$$a = \frac{A_1}{[C_1]}$$

avec :

A_1 = c'est l'absorbance de la solution témoin.

$[C_1]$ = la concentration de la solution témoin (0.5mg/50ml).

a = la pente de la droite.

* la réponse de la solution à analyser:

$$A_2 = a[C_2]$$

$$[C_2] = \frac{A_2}{a}$$

$$[C_2] = \frac{A_2}{A_1} \times [C_1]$$

avec:

A_2 = c'est l'absorbance de la solution à analyser.

$[C_2]$ = la concentration recherchée du phosphore.

Donc:

$$[C_2] = A_2 \times \frac{1}{A_1} \times 0.5 \times 10$$

$$[C_2] = A_2 \times K \times 5$$

$$K = \frac{1}{A_1}$$

Le pourcentage en masse:

$$\%[C_2] = \frac{A_2 \times K \times 5}{PE (mg)} \times 100$$

$$\%[C_2] = \frac{A_2 \times K \times 500}{PE (mg)}$$

Le pourcentage d'azote dans la matière sèche :

$$\% [C_2]/Ms = \frac{A_2 \times K \times 500}{PE (mg) \times Ms (\%)} \times 100$$

$$\% [C_2]/Ms = \frac{A_2 \times K \times 5.10^4}{PE (mg) \times MS}$$

Donc le pourcentage d'azote :

$$\% (P)/Ms = \frac{A_1 \times K \times 50}{PE (g) \times Ms (\%)}$$

$[C_2]$ = correspond au phosphore.

$[A_2]$ = correspond à l'absorbance d'échantillon.

IV. Généralités sur les catalyseurs

Une réaction chimique résulte de chocs efficaces entre les réactifs en jeu. Plus le nombre de chocs efficaces par unité de temps est grand, plus la transformation est rapide. Pour augmenter la vitesse d'une transformation chimique, soit il faut modifier les facteurs cinétiques (température, pression...), ou bien l'utilisation des catalyseurs ou les deux à la fois [3].

Définition d'un catalyseur

Un catalyseur est une substance qui accélère une réaction chimique et que l'on retrouve non transformée chimiquement en fin de réaction.

Caractéristiques

- ✓ Non consommé .
- ✓ Peut être recyclé.
- ✓ Sélective.
- ✓ Economie de temps.
- ✓ Economie d'énergie.

Les différents types de catalyse

- ❖ homogène : lorsque le catalyseur appartient à la même phase que les réactifs.
- ❖ hétérogène: lorsque le catalyseur appartient à une phase différente de celles des réactifs
- ❖ enzymatique: lorsque le catalyseur est une enzyme [4]

Catalyseur utilisé par la société

Afin d'assurer une digestion complète et plus rapide des constituants organiques de l'échantillon à analyser, un catalyseur de Kjeldahl sous forme de comprimé est ajouté à l'acide sulfurique.

la composition chimique de catalyseur

Chaque comprimé de 5 g est composé: 2,8% (TiO_2) ; 1,8% (CuSO_4) ; 47,7% (Na_2SO_4) ; 47,7% (K_2SO_4)

Na_2SO_4 et K_2SO_4 servent à élever le point d'ébullition du mélange de digestion, est surtout l'acide sulfurique jusqu'à température de 400 °C pour éviter la perte sous forme de vapeurs.

CuSO_4 est le catalyseur de minéralisation il favorise l'attaque d'acide sulfurique [5].

V. Méthode des plans d'expériences

Définition

La méthodologie des plans d'expériences correspond à une série d'essais définis à partir d'une stratégie optimale permettant la prédiction d'une réponse avec le minimum d'erreurs et un minimum d'essais sur la base d'un modèle postulé.

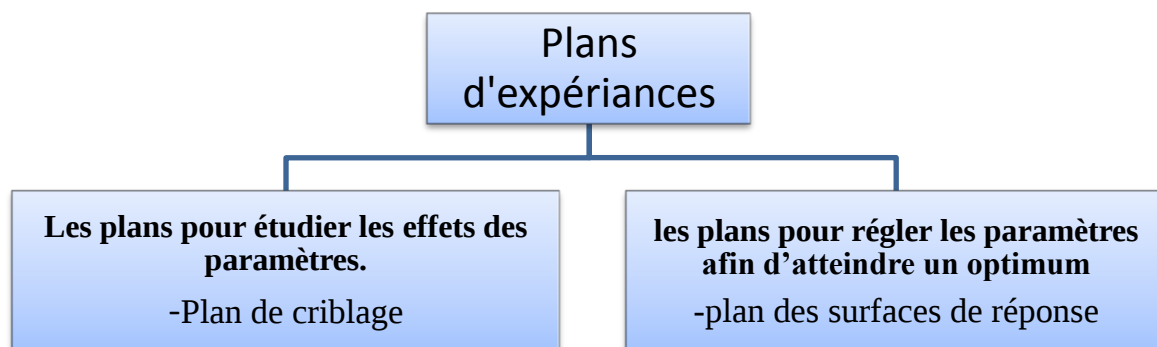
Principe

Son principe consiste à faire varier simultanément les niveaux d'un ou plusieurs facteurs à chaque essai. Ceci va permettre de diminuer fortement le nombre d'expériences à réaliser tout en augmentant le nombre de facteurs étudiés, en détectant les interactions entre les facteurs et en déterminant les optimaux par rapport à une réponse [6].

Objectifs

La mise en œuvre d'un plan d'expériences est pour le but d'étudier les effets des facteurs afin de répondre à une problématique bien précise.

On peut trouver plusieurs types des plans, Chacun par ses propriétés, à résoudre certains problèmes particuliers. mais on peut les regrouper en deux grandes catégories.



Principaux avantages des plans d'expériences

- ✓ Diminution du nombre d'essais.
- ✓ Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs.
- ✓ Détection des facteurs les plus influents.
- ✓ Détection des interactions entre facteurs.
- ✓ Modélisation des réponses étudiées.
- ✓ Une précision optimum des résultats.

Malgré la diversité des plans, les étapes de la démarche se déroulent dans un ordre similaire.

- ## VI. Plan de criblage

Il existe de nombreux plans qui permettent de réaliser une telle étude. Nous nous contenterons ici de présenter le plan de criblage qui est le plus simple et le plus utilisé dans le cas où le nombre de facteurs est important.

C'est un plan à deux niveaux, et les matrices utilisés pour le calcul est d'Hadamard, c'est-à-dire des matrices ayant 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28, 32, 36 lignes etc.

N=4	+	+	-																					
N=8	+	+	+	-	+	-	-																	
N=12	+	+	-	+	+	+	-	-	-	+	-													
N=16	+	+	+	+	-	+	-	+	+	-	-	+	-	-	-									
N=20	+	+	-	-	+	+	+	+	-	+	-	+	-	-	-	-	+	+	-					
N=24	+	+	+	+	+	-	+	-	+	+	-	-	+	+	-	-	+	-	+	-	-	-	-	

Figure 6 :Nombre d'essais en fonction de nombre des facteurs

VI.1. Evaluations des facteurs

pour évaluer les facteurs qui peuvent influencer sur la détermination du pourcentage d'azote et du phosphore on va procéder à l'établissement d'un diagramme d'ishikawa.

➤ Diagramme d'ishikawa

Le diagramme d'Ishikawa, Diagramme de causes et effets, diagramme arête de poisson ou encore 5M, permet de représenter de façon graphique les causes aboutissant à un effet. Ce diagramme se structure habituellement autour du concept des 5 M c-à-d:

- Matière : les matières et matériaux utilisés et entrant en jeu, et plus généralement les entrées du processus.
- Matériel : l'équipement, les machines, le matériel informatique, les logiciels et les technologies.
- Méthode : le mode opératoire, la logique du processus et la recherche et développement.
- Main-d'œuvre : les interventions humaines.
- Milieu : l'environnement, le positionnement, le contexte [7].

Pour construire un diagramme d'ishikawa, il faut suivre six étapes:

Etape 1: détermination de toutes les causes possibles

Etape 2: classer par ordre de priorité les différentes causes

Etape 3: construction du diagramme

Etape 4: détermination des causes essentielles

Etape 5: vérifications par des séries expérimentaux.

Etape 6: Evaluation des résultats des tests en les comparant avec les situation antérieures.

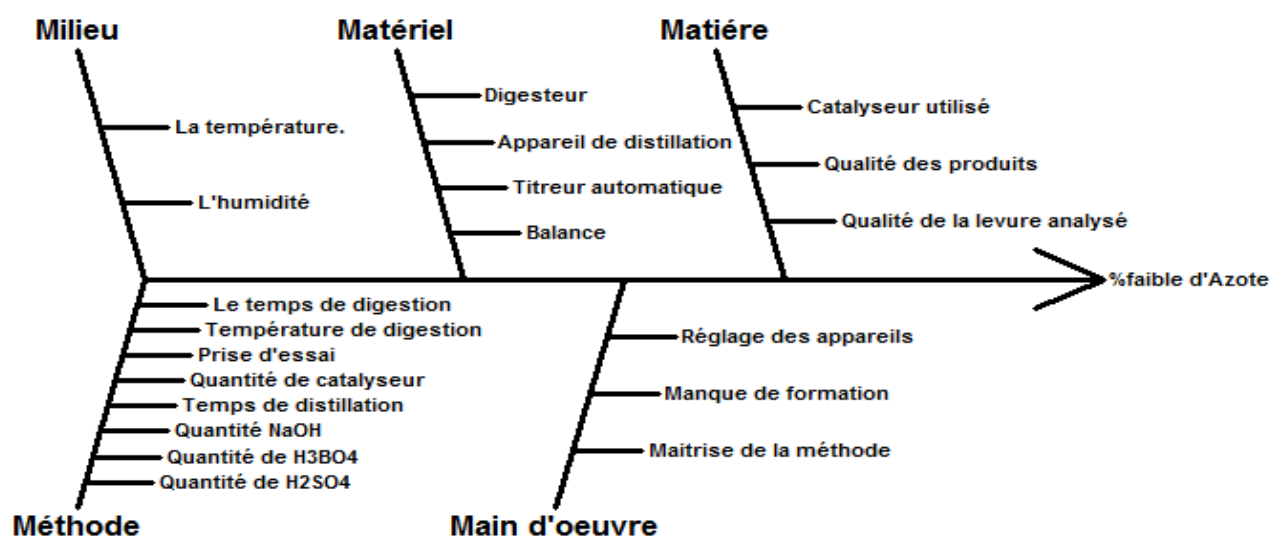


Figure 7 : Causes pouvant diminuer le pourcentage en azote

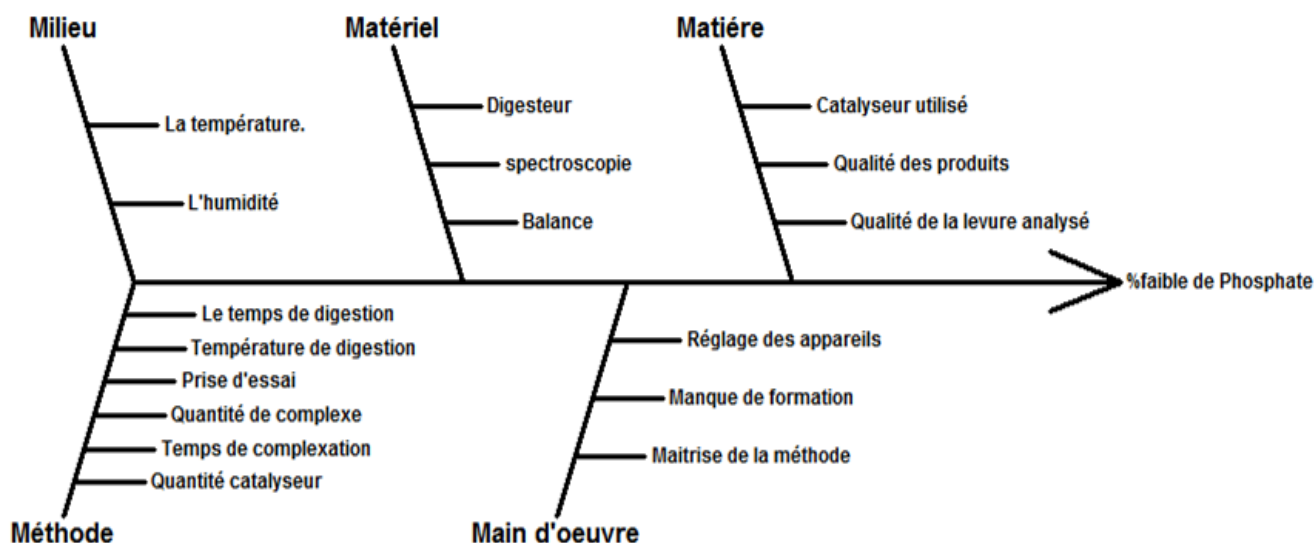


Figure 8 : Causes pouvant diminuer le pourcentage en phosphore

À partir des deux diagrammes d'ishikawa ainsi que l'expérience du groupe de travail, et l'impact des variations du domaine des facteurs sur les appareils et les personnels. nous nous sommes mis d'accord à faire varier 7 facteurs.

Les facteurs que nous avons choisi sont:

- ✓ Prise d'essai
- ✓ Volume H_2SO_4
- ✓ Quantité de catalyseur
- ✓ Température de digestion
- ✓ Volume de complexe
- ✓ Volume de NaOH
- ✓ Volume de H_3BO_3

Ces facteurs sont présenter sous forme de tableau avec leurs domaine expérimental

Facteurs	Unité	Niveau (-)	Niveau (+)
prise d'essai	g	0.175	0.225
Volume de H_2SO_4	ml	4	7
Quantité de catalyseur	g	2.1047	2.9047
Température de digestion	°C	350	370
Volume de NaOH	ml	20	25
Volume de H_3BO_3	ml	20	25
Volume de complexe	ml	4	6

Tableau 1 : Les facteurs et leur domaine expérimental

VI.2. Le Plan d'expérimentation

Après la détermination des facteurs qu'on va varier est qui sont fixé en 7 facteurs, nous avons choisi un plan de criblage avec une matrice d'expériences d'Hadamard à 8 essais, puisque on a besoin d'une constante (b0) et 7 effets principaux .

N°EXP	Prise d'essai	Volume de H ₂ SO ₄	Quantité de catalyseur	Température de digestion	Volume de NaOH	Volume de H ₃ BO ₃	Volume de complexe
1	1	1	1	-1	1	-1	-1
2	-1	1	1	1	-1	1	-1
3	-1	-1	1	1	1	-1	1
4	1	-1	-1	1	1	1	-1
5	-1	1	-1	-1	1	1	1
6	1	-1	1	-1	-1	1	1
7	1	1	-1	1	-1	-1	1
8	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1

Tableau 2 : Matrice d'expérience d'Hadamard

La variation des Facteurs est présenté dans le plan d'expérience suivant:

N°EXP	Prise d'essai	Volume de H ₂ SO ₄	Quantité de catalyseur	Température de digestion	Volume de NaOH	Volume de H ₃ BO ₃	Volume de complexe
1	0,225	7	2,9047	350	25	20	4
2	0,175	7	2,9047	370	20	25	4
3	0,175	4	2,9047	370	25	20	6
4	0,225	4	2,1047	370	25	25	4
5	0,175	7	2,1047	350	25	25	6
6	0,225	4	2,9047	350	20	25	6
7	0,225	7	2,1047	370	20	20	6
8	0,175	4	2,1047	350	20	20	4

Tableau 3 : Le plan d'expérimentation

VI.3. Résultats des essais

L'application du plan d'expérimentation sur un échantillon inter-laboratoire de la levure sèche nous donne les résultats suivants:

N°EXP	Taux d'azote (%)	Taux du phosphore(%)
1	7,477	2,207
2	6,975	2,524
3	7,723	2,138
4	7,6	1,885
5	6,824	2,879
6	7,588	1,789
7	7,438	2,46
8	7,437	2,43

Tableau 4 : Les résultats des essais

Après la réalisation des essais et l'obtention des réponses, on peut commencer le traitement mathématique des données :

VI.4.Traitement des données

Puisque nous avons utilisé un plan de criblage de placket-berman sur un modèle mathématique du premier degré sans interaction, donc le modèle est le suivant :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_4X_4 + b_5X_5 + b_6X_6 + b_7X_7$$

b_0 : la moyenne des réponses ; $b_1..b_7$: l'effet des facteurs ; $X_1...X_7$:le niveau de chaque facteur.

Le calcul des coefficients du modèle se fait à la méthode des moindres carrés:

$$Y = Xb + \varepsilon$$

Y :la réponse ; X : matrice du modèle. ; b : les coefficients du modèle ; ε : matrice des résidus.

Le calcul des coefficients par cette méthode fait appel à l'équation matricielle suivante :

$$b = (X^T * X)^{-1} * X^T * Y$$

Pour calculer le coefficient de chaque facteur nous avons utiliser Nemrodw comme logiciel.

❖ Taux d'azote

l'introduction des résultats d'essais au logiciel Nemrodw nous donne les résultats suivants:

Facteurs	coefficients	Valeurs
Moyenne des réponses	b0	7.3827
prise d'essai	b1	0.1430
Volume de H ₂ SO ₄	b2	-0.2043
Quantité de catalyseur	b3	0.0580
Température de digestion	b4	0.0512
Volume de NaOH	b5	0.0232
Volume de H ₃ BO ₃	b6	-0.1360
Volume de complexe	b7	0.0105

Tableau 5 : calcule d'effet de chaque facteur du modèle pour taux d'azote

Donc le modèle mathématique est le suivant:

$$Y = 7.3827 + 0.1430X_1 - 0.2043X_2 + 0.0580X_3 + 0.0512X_4 + 0.0232X_5 - 0.1360X_6 + 0.0105X_7$$

❖ Taux du phosphore

De la même façon les résultats d'essais du taux du phosphore sont traités en utilisant le logiciel Nemrodw.

Facteurs	coefficients	Valeurs
Moyenne des réponses	b0	2.2890
prise d'essai	b1	-0.2038
Volume de H ₂ SO ₄	b2	0.2285
Quantité de catalyseur	b3	-0.1245
Température de digestion	b4	-0.0373
Volume de NaOH	b5	-0.0118
Volume de H ₃ BO ₃	b6	-0.0197
Volume de complexe	b7	0.0275

Tableau 6 : calcule d'effet de chaque facteur du modèle pour le taux du phosphore

Donc le modèle mathématique est le suivant:

$$Y = 2.2890 - 0.2038X_1 + 0.2285X_2 - 0.1245X_3 - 0.0373X_4 - 0.0118X_5 - 0.0197X_6 + 0.0275X_7$$