

TABLE DES MATIERES

Pages

REMERCIEMENTS

INTRODUCTION GENERALE..... 1

PREMIERE PARTIE : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE 3

I. MATIERES PREMIERES..... 4

I.1. Le manioc 4

I.1.1. Historique..... 4

I.1.2. Systématique et dénomination 4

I.1.3. Composition moyenne d'un tubercule 5

I.1.4. Amidon..... 6

I.1.5. Principales valorisations du manioc..... 6

I.1.5.1. Pour la fécule..... 6

I.1.5.2. Pour la farine 6

I.1.6. Procédé de fabrication de la farine du manioc 7

I.1.7. Procédé de fabrication de la fécule du manioc 8

I.1.8. Production de manioc à Madagascar 8

I.2. La canne à sucre 9

I.2.1. Historique..... 9

I.2.2. Systématique et dénomination 9

I.2.3. Composition chimique 10

I.2.4. Le saccharose 10

I.2.5. Procédé de fabrication du sucre 10

II. HYDROLYSE..... 12

II.1.Méthodes d'hydrolyse..... 12

II.1.1. Hydrolyse acide 12

II.1.2. Hydrolyse enzymatique 12

II.1.3. Hydrolyse acido-enzymatique 12

II.2. Comparaison de l'hydrolyse acide et de l'hydrolyse enzymatique 12

II.3. Hydrolyse enzymatique 13

II.3.1. Enzymes..... 13

II.3.2. Les enzymes responsables de l'hydrolyse 13

II.4. Taux de conversion d'amidon en sucres simples 14

III. FERMENTATION ALCOOLIQUE..... 15

III.1. Définition..... 15

III.2. Processus de la fermentation 15

III.3. Les levures..... 17

III.3.1. Systématique 17

III.3.2. Caractéristiques générales des levures 17

III.3.3. Propriétés..... 17

III.4. Culture des levures 17

III.5. Paramètres de fermentation 18

III.5.1. Température..... 18

III.5.2. Teneur en substrat carboné.....	18
III.5.3. Teneur en oxygène	18
III.5.4. Acidité	18
III.5.5. Agitation.....	18
III.5.6. Ethanol.....	18
III.6. Cinétique de la fermentation	19
III.7. Produits de fermentation	19
III.7.1. Produit principal	19
III.7.2. Produits secondaires	19
DEUXIEME PARTIE : ETUDE EXPERIMENTALE	20
I. ANALYSE DE QUELQUES PROPRIETES DE LA FARINE DE MANIOC21	
I.1. Humidité	21
I.1.1. Matériels.....	21
I.1.2. Méthode	21
I.1.3. Résultats	22
I.2. Teneur en amidon	22
I.2.1. Principes	22
I.2.2. Matériels.....	22
I.2.3. Méthodes	23
II. HYDROLYSE ENZYMATIQUE	24
II.1. Matériels	25
II.2. Méthodes	25
II.2.1. Maltage : Elaboration des enzymes	25
II.2.1.1. Trempage	25
II.2.1.2. Germination	25
II.2.1.3. Préparation du lait de malt : extraction de l'enzyme	25
II.2.2. Gélification : Préparation du substrat à hydrolyser	26
II.2.3. Hydrolyse proprement dite	26
II.2.4. Dosage des sucres réducteurs	26
II.2.4.1. Principe	26
II.2.4.2. Gamme étalon	26
II.2.4.3. Détermination de la concentration en sucres réducteurs.....	27
II.2.5. Optimisation	27
II.2.6. Rendement	28
III.3. Résultats et interprétation	29
III.3.1. Effets de la température et du pH.....	29
III.3.1.1. Effets du pH à 45°C.....	29
III.3.1.2. Effets du pH à 50°C.....	30
III.3.1.3. Effets du pH à 65°C.....	31
III.3.2. Effets de la concentration en substrat.....	36
III.3.3. Effets de la vitesse d'agitation.....	38
III.3.4. Conclusion partielle.....	39
III. FERMENTATION.....	40
III.1. Matériels	40
III.1.1. Cuve de fermentation	40
III.1.2. Souche des levures	41

III.2. Méthodes	41
III.2.1. Traitements préliminaires.....	41
III.2.2. Fermentation.....	41
III.2.2.1. Fermentation.....	41
III.2.2.2. Culture	41
III.3. Détermination du titre alcoolimétrique.....	41
III.3.1. Détermination du titre alcoolimétrique en utilisant un alcoomètre.....	42
III.3.1.1. Matériels	42
III.3.1.2. Mode opératoire.....	42
III.3.2. Détermination du titre alcoolimétrique en mesurant la densité.....	42
III.3.2.1. Matériels	42
III.3.2.2. Mode opératoire.....	42
III.4. Conditions de fermentation	43
III.5. Evolution de la fermentation	43
III.5.1. Densité du moût pendant la fermentation.....	43
III.5.2. Evolution de la température de fermentation	45
III.6. Caractéristiques du produit fini.....	46
TROISIEME PARTIE : CONCEPTION D'UNE CUVE D'HYDROLYSE ET D'UNE CUVE DE FERMENTATION.....	48
I. CONCEPTION DE L'HYDROLYSEUR	49
I.1. Dimensionnement de la cuve d'hydrolyse	49
I.2. Accessoires de la cuve d'hydrolyse.....	54
I.2.1. Chauffe-eau	54
I.2.2. Agitateur.....	54
I.2.3. Vannes.....	54
II. CONCEPTION DU FERMENTEUR	55
II.1. Dimensionnement d la cuve de fermentation	55
II.2. Accessoires de la cuve de fermentation	55
III. COUTS DE CONSTRUCTION DE L'UNITE.....	57
IV. COUTS D'EXPLOITATION.....	59
IV.1. Durée d'un traitement.....	59
IV.2. Consommation en eau de refroidissement.....	59
IV.3. Consommation en électricité.....	60
IV.4. Prix de la matière première	60
IV.5. Charge salariale du personnel	60
IV.6. Résumé du coûts d'exploitation.....	61
IV.7. Prix du vin obtenu	60
CONCLUSION GENERALE.....	61
BIBLIOGRAPHIE	63

INTRODUCTION GENERALE

L'alcool éthylique est un produit très recherché. Son utilisation touche différents niveaux : fabrication des boissons alcoolisées, alcool à usage médical et pharmaceutique, alcool combustible, alcool carburant et alcool pour les transformations industrielles.

A Madagascar, la production d'alcool est encore insuffisante. Cependant, notre île possède de nombreuses ressources naturelles transformables en alcool. Il s'agit des plantes saccharifères comme le canne à sucre et des plantes amylacées comme le manioc. La transformation de ces ressources demande la création d'industries.

L'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo, particulièrement le Département Génie Chimique apporte sa contribution à la valorisation de ces ressources.

Notre sujet a pour thème général d'étudier les conditions d'obtention de vin de fermentation et de concevoir une cuve d'hydrolyse et une cuve de fermentation à l'échelle pilote.

Notre étude comporte trois parties :

La première partie présente l'étude bibliographique sur les matières premières utilisées et les notions bibliographiques sur l'hydrolyse et la fermentation.

Dans la deuxième partie, nous faisons l'étude expérimentale en optimisant quelques paramètres d'hydrolyse de manioc et en traitant la fermentation alcoolique pour avoir le vin de fermentation.

Enfin, dans la troisième partie, nous essayons de concevoir une cuve d'hydrolyse et une cuve de fermentation.

1^{ÈRE} PARTIE

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I- MATIERES PREMIERES (2, 22, 31)

Les matières premières peuvent être classées comme suit :

- Les matières sucrées, contenant des sucres fermentescibles. Ce sont en général les fruits, certaines racines sucrées (betterave), des tiges (canne à sucre) , des tubercules, des feuilles, ...
- Les matières amylacées, contenant de l'amidon, qui sous l'action des solutions acides ou des diastases, peuvent être hydrolysées et transformées en maltose et glucose, tous deux fermentescibles. Ce sont en général les grains (maïs, riz,...) , certaines tubercules (pomme de terre, patate, manioc,...)
- Les matières cellulosiques, contenant des celluloses qui par hydrolyse, conduisent également à la formation de glucose fermentescible (bois, tiges annuelles, résidus végétaux,...)

Pour la suite, nous prendrons le manioc pour les matières nécessitant une hydrolyse et la canne à sucre pour les matières contenant déjà des sucres fermentescibles.

I.1. LE MANIOC (5, 10, 11, 14, 17, 18, 24, 26, 28, 33)

On trouve le manioc presque dans tout Madagascar

I.1.1. Historique.

Le manioc est une plante vivrière, originaire de la région septentrionale de l'Amérique du Sud. Son introduction en Afrique se situe aux environs de XVI^{ème} siècle par les colons Portugais et il a été introduit à Madagascar vers 1790.

I.1.2. Systématique et dénomination.

Le manioc appartient au :

Règne	:Végétal
Embranchement	:Phanérogames
Classe	:Dicotyledones
Famille	:Euphorbiacées
Genre	: <i>Manihot</i>

Ses noms vernaculaires sont mangahazo, balahazo, mahogo, kazaha.

Il peut atteindre 1 à 4 m de hauteur. La forme de ses tubercules dépend de la variété et des conditions climatiques et culturales.

I.13. Composition moyenne d'un tubercule.

Le tubercule de manioc est très riche en glucide.

Le tableau suivant nous montre la valeur alimentaire du manioc.

	Racines fraîches	Cossettes	Farine
Eau	61%	14.8%	13.7%
Matières amylacées	33.6%	74.3%	78.9%
Matières azotées	1.2%	2.7%	2.7%
Matières grasses	0.4%	1.5%	0.5%
Matières minérales	1.2%	2.2%	1.5%
Celluloses	2.6%	4.5%	2.7%

Tableau N°1 : Valeur alimentaire du manioc.

La comparaison des substances nutritives présentes dans le tubercule de manioc par rapport aux autres denrées alimentaires est représentée par le tableau ci-dessous :

	Calories Par 100g	Protéines %	Matières Grasses %	Hydrates de Carbone %	Cendres %	Eau %
Tubercules de manioc	127	0.8-1.0	0.2-0.5	32	0.3-0.5	65
Farine de manioc	307	0.5-0.7	0.2	85	0.3	15
Pomme de terre	89	2.1	0.1	20	1.0	77
Fécule de pomme de terre	331	2.1	0.3	82	0.3	1.5
Riz décortiqué	347	8.0	2.5	73	1.5	15

Tableau N°2 : Comparaison des substances nutritives du manioc et d'autres denrées alimentaires.

I.1.4. Amidon.

L'amidon est la principale réserve glucidique présente dans le manioc.

Il est un polymère de D – glucose. Ses principaux constituants sont l'amylose et l'amylopectine.

Chez le manioc, les proportions de l'amylose et de l'amylopectine sont respectivement de 17% et 82%.

L'amylose est un assemblage de molécule d'anhydro D-glucose avec liaison en position 1.4 représentant 20 à 30% des variétés d'amidon classique. Il est coloré en bleu par l'Iode.

L'amylopectine est un polymère ramifié composé des chaînes de glucose reliées principalement par des liaisons α -1.4 et quelques liaisons α -1.6.

I.1.5. Principales valorisations du manioc

Les valorisations du manioc touchent différents domaines

I.1.5.1 Pour la féculé

On appelle féculé l'amidon de manioc

Elle est utilisée en :

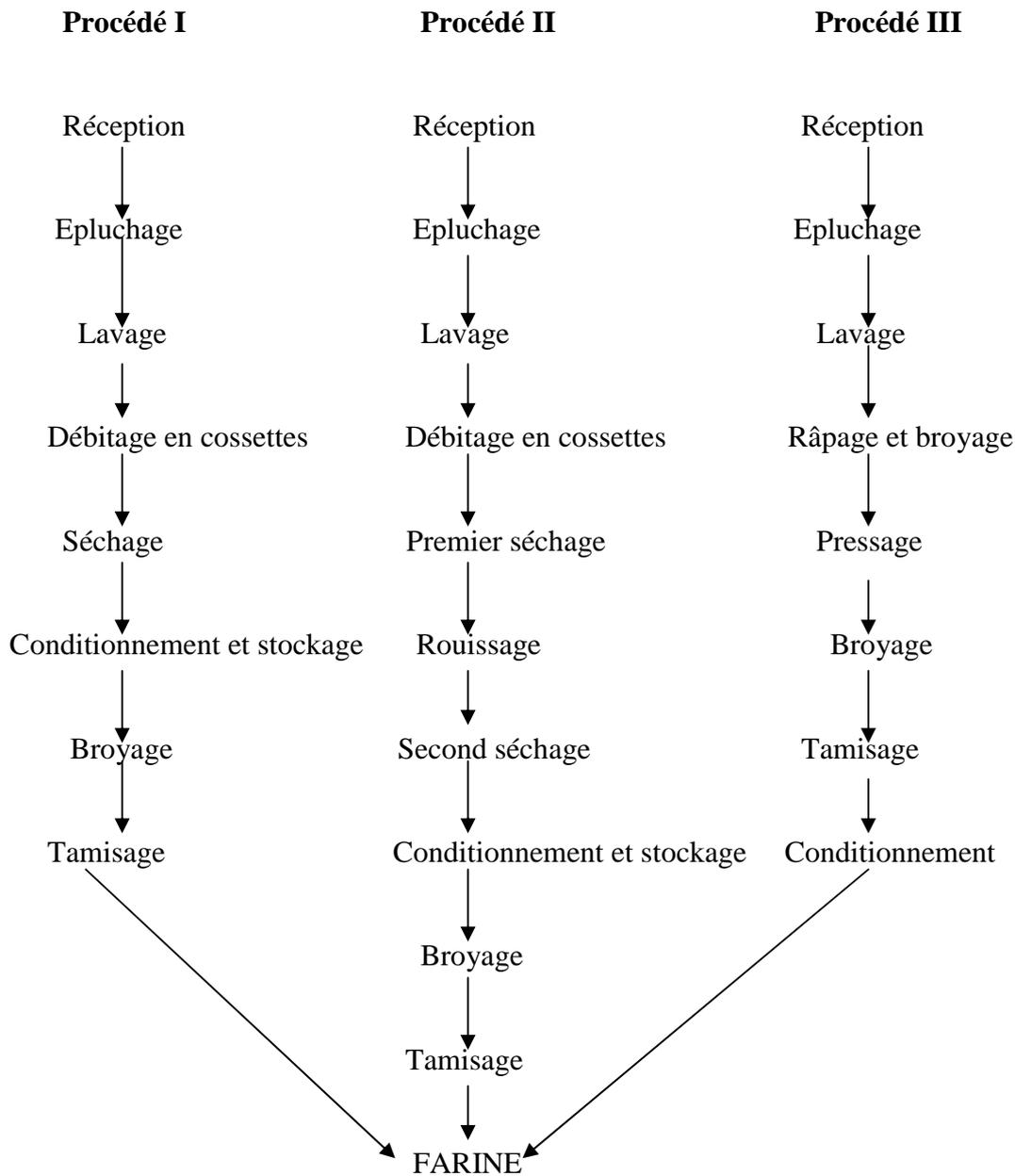
- Agro-Industrie ; épaississant, liant et texturant, agent sucrant, sucre diététique, agent de rapidité, aliments.
- Industries papetières : colle, agent de cohésion des fibres de cellulose.
- Industries chimiques : excipient et liant, plastique , colle pour papiers gommés, absorbant, principe actif pharmaceutique, détergent biodégradable, gélifiant et stabilisateur d'émulsion .
- Industrie textile : apprêt de tissage, de découpage et de montage.
- Industrie métallurgique : agent de démoulage.
- Bâtiment : antigel, régulateur de prise, agent d'insolation
- Industrie minière : agglomérat

I.1.5.2. Pour la farine

On utilise la farine de manioc en boulangerie pour la fabrication des pains, biscuits, biscottes, pizza, petits fours,....En pâtisserie, elle peut nous donner des cakes, tartes, snacks...

I.1.6. Procédé de fabrication de la farine de manioc

Pour la fabrication de la farine, trois procédés sont en vogue:



On note que le manioc contient de la cyanure.

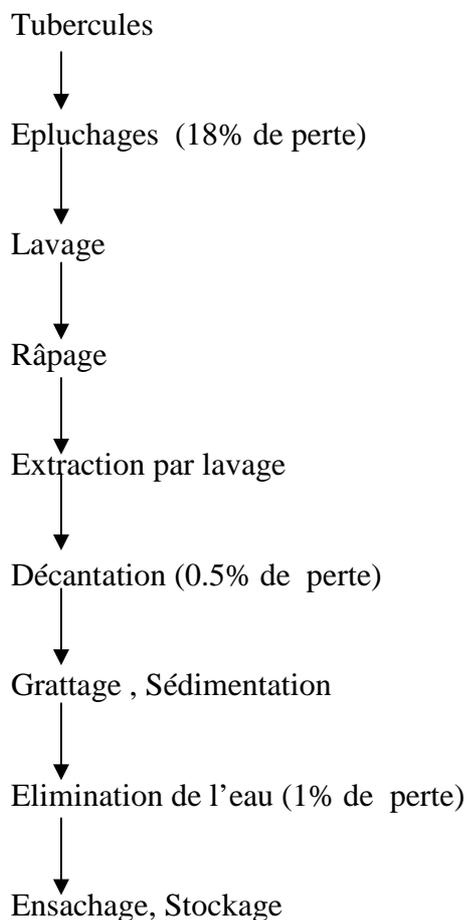
Le procédé I correspond aux variétés douces (teneur en cyanure faible)

Pour les variétés amères (forte teneur en cyanure) on utilise la procédé II où on a vu une détoxification plus poussée.

Dans le procédé III on remarque une phase d'élimination d'eau par pressage avant le séchage.

I.1.7. Procédé de fabrication de la fécula de manioc

Le schéma suivant nous montre les différentes phases de fabrication de l'amidon.



I.1.8. Production de manioc à Madagascar

Le manioc est presque cultivé dans toute l'île mais la production varie d'une région à l'autre. Le tableau suivant nous montre la comparaison de la consommation des tubercules de manioc par rapport aux autres tubercules consommables selon les Faritany.

	Manioc	Patate douce	Autres*	Total
National	62.84	18.73	18.43	100
Antananarivo	54.40	21.00	24.60	100
Antsiranana	46.40	6.90	46.70	100
Fianarantsoa	71.80	21.93	6.27	100
Mahajanga	85.30	6.20	8.50	100
Toamasina	59.17	9.60	30.70	100
Toliara	62.30	19.21	18.49	100

- Taro, ignames, pommes de terre, tubercules sauvages, etc...

Tableau N°3 : Proportion (%) des différents tubercules et racines dans la ration alimentaire selon les Faritany.

I.2. LA CANNE A SUCRE (5, 13, 33)

I.2.1. Historique

La canne à sucre est une plante vivace, venant de l'Asie tropicale, plus précisément des îles polynésiennes. Elle fut introduite en Europe vers 327 avant l'ère chrétienne.

On l'utilise beaucoup comme matière première en sucrerie et en distillerie.

I.2.2. Systématique et dénomination

La canne à sucre appartient au :

Règne : Végétal

Embranchement : Spermaphytes

Classe : Ptéridophytes

Famille : Saccharumaceae

Genre : *Saccharum*

Espèce : *Officinarum*

En Malgache on l'appelle Fary.

Ses tiges peuvent atteindre jusqu'à 5 m de haut. Elles sont dressées, pleines, de section légèrement ovale, lisses, mais interrompues par des nœuds. Leur couleur diffère suivant les variétés du jaune au violet très accusé.

I.2.3. Composition chimique

Selon RAOUL, la composition chimique d'une tige de canne (en pourcentage) est la suivante :

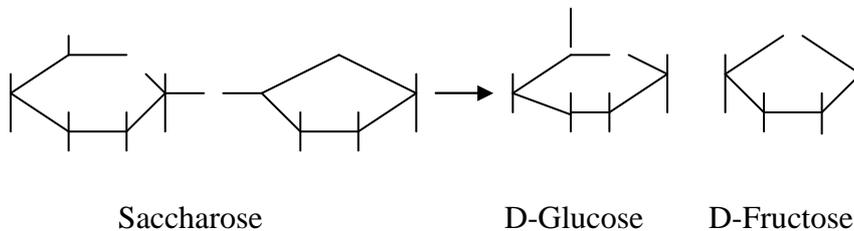
Eau	75
Saccharose	15
Ligneux	9.445
Azote	0.090
Potasse	0.085
Acide phosphorique	0.031
Chaux	0.041
Magnésie	0.043
Silice	0.264

Le saccharose est l'élément le plus important dans la canne à sucre.

I.2.4. Le saccharose

Le saccharose de formule générale $C_{12}H_{22}O_{11}$ est un sucre réducteur et fermentescible.

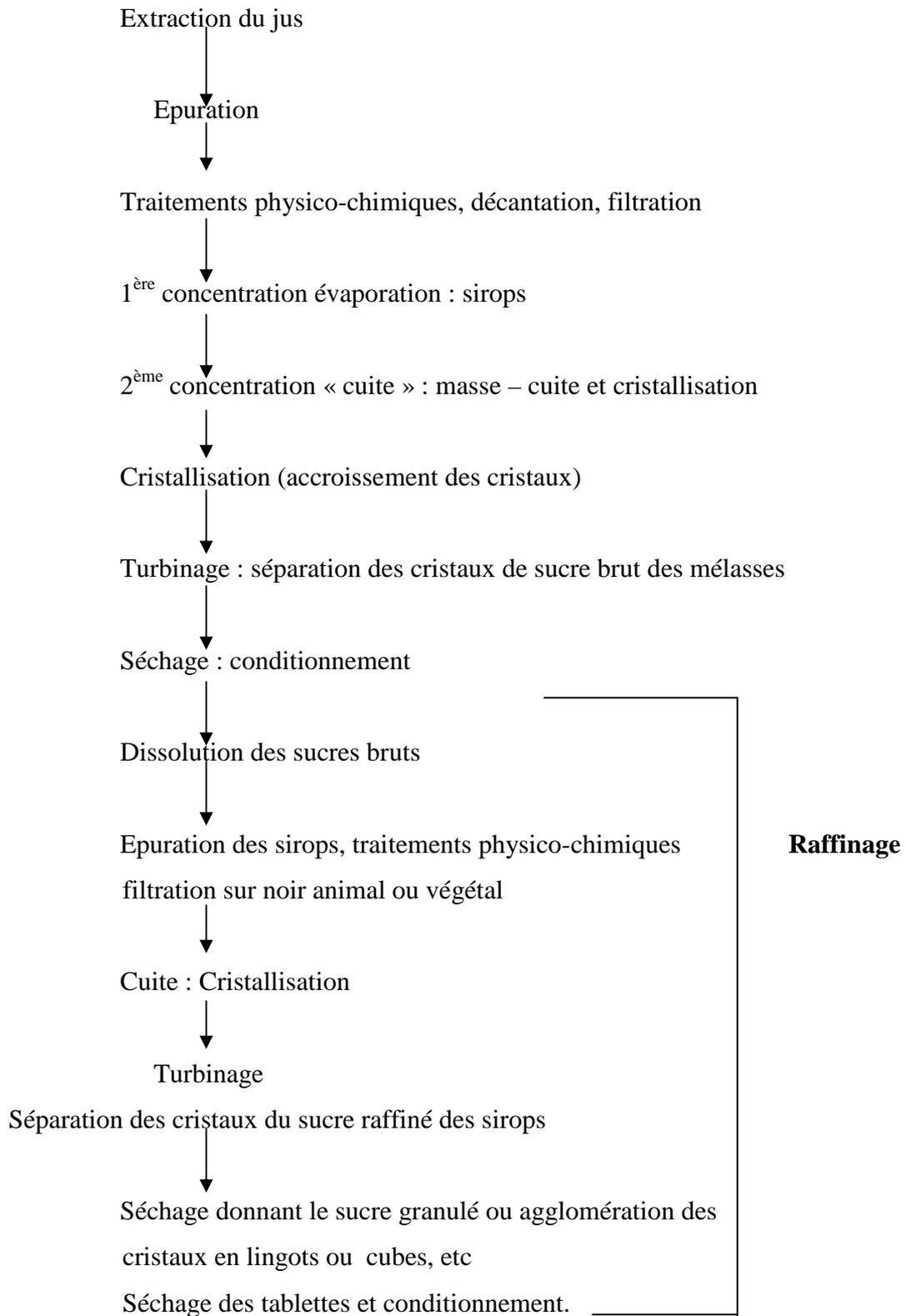
L'hydrolyse du saccharose conduit aux 2 molécules : le D- Glucose et le D- fructose selon la réaction :



Le saccharose est solide à la température ordinaire et sa forme stable est la forme cristalline. Il cristallise en cristaux rhomboédrique. Il n'est pas un électrolyte.

I.2.5. Procédé de fabrication du sucre.

Le schéma suivant nous illustre la fabrication du sucre



II. HYDROLYSE (1, 4, 7, 15, 20, 25, 27, 28, 31, 32, 34)

Le but de l'hydrolyse est d'obtenir des matières sucrées fermentescibles comme le glucose, le maltose,... à partir de l'amidon.

II.1. Méthodes d'hydrolyse

Il existe trois méthodes d'hydrolyse :

- hydrolyse acide
- hydrolyse enzymatique
- hydrolyse acido - enzymatique

II.1.1. – Hydrolyse acide

Cette méthode consiste à traiter l'amidon avec un acide dans les conditions suivantes :

Température	140°C
Pression	4 bars
Acide H ₂ SO ₄	0.4%
Durée	1 heure

II.1.2. Hydrolyse enzymatique

On utilise une enzyme provenant des céréales germées pour catalyser la réaction

II.1.3. Hydrolyse acido – enzymatique

L'amidon est hydrolysé partiellement à l'aide d'un acide, puis on complète l'hydrolyse par action d'un enzyme

II.2. Comparaison de l'hydrolyse acide et de l'hydrolyse enzymatique.

L'hydrolyse acide présente quelques inconvénients :

- il y a possibilité d'attaque des cuves de réaction
- l'hydrolyse des autres constituants comme les lipides, les protéines est possible.
- les sous produits peuvent être dangereux pour l'alimentation
- il existe un goût indésirable sur le produit obtenu.
- une température élevée est exigée

Par contre, pour l'hydrolyse enzymatique

- on obtient des produits très purs car les enzymes n'attaquent que l'amidon
- les sous-produits peuvent être utilisés pour l'alimentation animale

- à la fin de l'hydrolyse , il reste encore des matières nutritives obtenues par les céréales germées utilisées comme enzyme.
- la température d'hydrolyse est relativement faible.

Mais il est mieux de remarquer que le temps exigé pour le procédé acide est très court par rapport au procédé enzymatique.

Mais il est mieux de remarquer que le temps exigé pour le procédé acide est très court par rapport au procédé enzymatique.

II.3. Hydrolyse enzymatique

Elle engendre divers produits : glucose ; maltose, dextrine,...

II.3.1. Enzymes

Les enzymes sont des catalyseurs de nature protéique dont les activités et les spécificités sont plus importantes par rapport aux catalyseurs chimiques.

Une réaction enzymatique se passe comme suit :

- diffusion des réactifs
- formation de complexe enzyme-substrat
- libération du produit et l'enzyme



E : Enzyme

S : Substrat

P : Produit

Comme tous les catalyseurs, les enzymes restent inchangés à la fin de la réaction

II.3.2 Les enzymes responsables de l'hydrolyse

Les enzymes les plus importantes dans le malt sont : l' α - amylase, β - amylase, amyloglucosidase et l'enzyme débranchante.

α - amylase : les α - amylases ont pour rôle de couper les liaisons α - 1,4 de l'amylose et de l'amylopectine. Elles libèrent le glucose, le maltose et l' α - dextrine. C'est un enzyme liquéfiant.

β - amylase : les β - amylases sont capables d'hydrolyser les liaisons α - 1,4 de l'amylose à partir de l'extrémité non réductrice. Mais pour l'amylopectine leurs actions sont bloquées par la liaison α - 1,6

Amyloglucosidase : les Amyloglucosidases sont des enzymes qui peuvent hydrolyser les liaisons α - 1,6 et α - 1,4 de l'amylopectine à partir de l'extrémité non réductrice. Le produit d'hydrolyse est le glucose.

Enzyme débranchante ou déramifiante : c'est une enzyme spécifique pour l'amylopectine. Elle hydrolyse les liaisons α - 1,6 de l'amylopectine.

Le pH et la température optima de chaque enzyme dépendent de son origine

II.4. Taux de conversion d'amidon en sucres simples

En optimisant les paramètres d'hydrolyse, un taux de conversion élevé sera attendu. Le tableau suivant nous montre le taux d'hydrolyse enzymatique des substances amyliées en fonction de la durée d'incubation.

Produits amyliés	Pourcentage de conversion en fonction de la durée d'incubation (%)		
	24h	48h	72h
Farine de manioc	98,12	99,00	99,5
Farine du riz	91,76	92,47	97,50
Farine de blé	79,20	85,50	85,50
Farine de maïs	80,10	85,70	89,50
Amidon de maïs	80,09	83,03	86,76
Amidon de sorgho	53,90	82,75	84,20

Tableau N°4 : Effet de la durée de saccharification sur le taux de conversion enzymatique des produits amyliés.

III. FERMENTATION ALCOOLIQUE (2, 6, 9, 12, 19, 21, 22, 23, 27, 29, 30)

La fermentation est une phase très importante dans la fabrication de l'Ethanol.

III.1. Définition

La fermentation alcoolique est la dégradation anaérobie des matières glucidiques qui, sous l'action des ferments se transforment en éthanol et gaz carbonique.

Ces matières glucidiques fermentescibles subissent plusieurs réactions successives.

C'est la réaction suivante qui donne le bilan de la fermentation alcoolique.



Cette réaction est exothermique

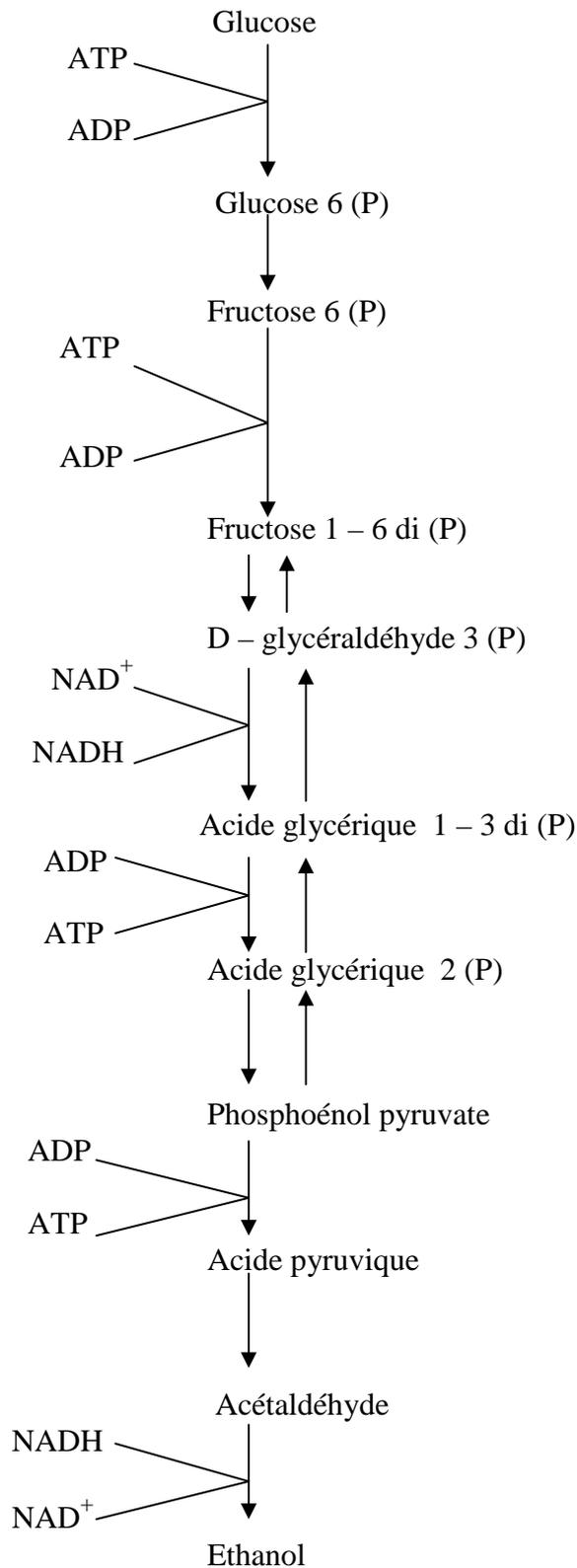
III.2. Processus de la fermentation

La dégradation métabolique des glucoses se produit en 2 étapes :

1^{ère} étape : Glycolyse qui conduit à 2 fragments à 3 atomes de carbone : le piruvate

2^{ème} étape : Décarboxylation du piruvate en CO_2 et en acétaldéhyde

Le schéma suivant représente le processus de la fermentation alcoolique :



III.3. Les levures

La levure la plus utilisée pour la fermentation alcoolique est les *Saccharomyces cerevisiae*

III.3.1. Systématique

La systématique des levures au sein des êtres vivants est la suivante :

Règne	: Végétal
Embranchement	: Thallophytes
Classe	: Ascomycètes
Ordre	: Endomycetales
Famille	: Saccharomycetaceae
Genre	: <i>Saccharomyces</i>
Espèce	: <i>Cerevisiae</i>

III.3.2. Caractéristiques générales des levures

En milieu liquide, la forme des cellules est elliptique dont certaines sont plus allongées, d'autres plus arrondies. La culture présente un trouble et lors de la phase active, on observe des mousses.

En milieu solide, la culture présente des colonies géantes de forme lisse ou granuleux pouvant être mates ou brillantes souvent saillantes.

III.3.3. Propriétés

Beaucoup de substrats glucidiques sont assimilables par la levure. On peut citer le glucose, le saccharose, le galactose, le maltose, le maltotriose et la fructose. Mais d'autres comme l'amidon, le lactose, le pentose,... ne sont pas assimilables.

D'où la nécessité d'hydrolyser l'amidon avant de passer à la fermentation.

III.4. Culture des levures

La levure a besoin d'eau, azote, PO_4^{3-} , K^+ , SO_4^{2-} ,... pour qu'elle reste en vie. Le moût contient tous ces éléments mais on peut y ajouter au cas où la fermentation est trop lente.

On peut aussi remarquer que les enzymes utilisées pendant l'hydrolyse contiennent également des éléments nutritifs pour la levure.

III.5. Paramètres de fermentation

III.5.1. Température

A une température trop faible, le développement de la levure est difficile tandis qu'une température trop élevée provoque l'arrêt de la fermentation.

La température adéquate pour la croissance levurienne est voisine de 30°C.

Cependant, il ne faut pas oublier que la fermentation est exothermique, donc il est nécessairement important d'empêcher l'atteinte de ce seuil de température.

III.5.2. Teneur en substrat carboné

La forte concentration en sucre (supérieure à 150g / l) inhibe les voies oxydatives et fermentaires. Donc le contrôle de la teneur en sucre est indispensable avant la fermentation.

III.5.3. Teneur en oxygène

Selon certains auteurs le métabolisme fermentaire des levures est indépendant de la teneur en oxygène. Mais une microaération de l'ordre de μ , 05 mmttg est nécessaire et la bonne physiologie des levures

III.5.4. Acidité

Les levures préfèrent un milieu relativement acide (pH compris entre 3 et 6). De plus pour éviter la multiplication des contaminants la fermentation alcoolique doit se dérouler dans cet intervalle.

III.5.5. Agitation

Le milieu fermentaire est constitué par une phase liquide, solide et gazeux. Pour homogénéiser ce milieu, l'agitation est nécessaire. Pour ce faire plusieurs procédés peuvent être appliqués : l'agitation mécanique, l'agitation magnétique ou le système d'aération-agitation.

III.5.6. Ethanol

L'éthanol produit au cours de la fermentation, est reconnu toxique vis à vis des cellules. A partir d'une concentration de 100 g/l, les levures meurent et par conséquent une quantité plus ou moins importante de sucres non consommés reste dans le milieu de culture. En effet, il est rare qu'on dépasse une concentration en éthanol de 10%.

III.6. Cinétique de la fermentation

Au laboratoire, l'avancement de la fermentation se traduit par :

- l'augmentation de la température au sein de la masse
- la diminution progressive de la densité
- le bouillonnement résultant du dégagement du CO₂, l'accumulation des mousses à la surface. La fermentation est finie lorsque la mousse disparaît.

III.7. Produits de fermentation

III.7.1. Produit principal

L'éthanol est le produit de la fermentation alcoolique.

III.7.2. Produits secondaires

Pendant la fermentation, plusieurs produits sont formés

Les produits secondaires proviennent essentiellement :

- de l'évolution de l'acide pyruvique suivant le milieu
- de la levure elle-même : l'hydrolyse des acides aminés contenus dans la levure conduit à la formation des alcools supérieurs.
- de la décomposition des matières pectiques, d'où la formation du méthanol.
- de la thréonine (acide aminé essentiel possédant une fonction alcool secondaire) : formation de n-propanol, n-butanol, n-pentanol et de méthyle 2 – butanol.

Ces produits secondaires sont essentiellement le CO₂, alcools supérieurs, glycérols, aldéhydes, acides et esters.

2^{ÈME} PARTIE

ETUDE EXPERIMENTALE

I- ANALYSE DE QUELQUES PROPRIETES DE LA FARINE DE MANIOC (2, 7, 31)

Nous utilisons la farine obtenue en appliquant le procédé I (paragraphe I.6 de la partie bibliographique)

I.1. Humidité

La détermination de la teneur en eau est nécessaire pour pouvoir rapporter à des bases fixes (matières sèches) les résultats des expériences.

I.1.1. Matériels

Farine de manioc

Boîte à tare

Etuve thermostatée

Balance de précision STATORIUS de sensibilité 0,1mg

Dessiccateur

I.1.2. Méthodes

On introduit chaque échantillon dans une boîte à tare séchée et tarée. On met dans l'étuve réglée à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ la boîte munie de l'échantillon sans couvercle jusqu'à ce que la masse soit invariable. Après étuvage, chaque boîte est immédiatement placée dans un dessiccateur puis pesée.

L'humidité est calculée par la formule

$$\text{H\%} = \frac{P_2 - P_3}{P_2 - P_1} \times 100$$

Avec P_2 : poids de la boîte avec échantillon avant étuvage

P_3 : poids de la boîte avec échantillon après étuvage

P_1 : poids net de l'échantillon

On obtient le taux de matière sèche par différence avec le taux d'humidité de la farine.

I.1.3. Résultats

	P ₁	P ₂	P ₃	Humidité (%)	Matière sèche (%)
Echantillon 1	41,90	51,80	50,50	13,11	86,89
Echantillon 2	39,75	50,01	48,69	12,90	87,10
Echantillon 3	40,32	52,43	50,89	12,75	87,25
Moyenne	40,66	51,41	50,03	12,92	87,08

Tableau n°5 : Résultat d'analyse de la teneur en eau de la farine de manioc

La teneur en eau moyenne de 12,92% ne dépasse pas la limite maximale. Selon la norme américaine, cette teneur est inférieure à 14%.

I.2. Teneur en amidon

Le dosage de l'amidon est fait avec la méthode polarimétrique d'EWERS. Cette méthode comprend deux étapes :

- traitement à chaud par l'acide chlorhydrique de la farine de manioc pour la mesure du pouvoir rotatoire (P) des sucres totaux
- traitement par l'éthanol à 40% de la farine de manioc pour la mesure du pouvoir rotatoire (P') des sucres solubles.

I.2.1. Principes

La structure des oses possède au moins un carbone asymétrique.

La solution des oses ou osides présente, par conséquent, le phénomène de polarisation rotatoire.

I.2.2. Matériels

HCl à 25 % (P / V) de densité $d = 1,126$

HCl à 1,128 % (P / V)

Ethanol à 40 %

Solution de Carrez I (21,9g d'acétate de Zinc, 3g d'acide acétique glacial, eau distillée pour ramener le volume à 100ml)

Solution de Carrez II (10,6g de ferrocyanure de potassium trihydraté, eau distillée pour ramener le volume à 100ml)

Bain-marie

Ballon jaugé de 250ml

Polarimètre de Laurent avec lampe monochromatique

PAPIER FILTRE

I.2.3. Méthodes

- Traitement par l'HCl

Dans un ballon jaugé de 250ml, 250mg de farine de manioc ont été mélangés avec 25ml d'HCl à 1,128 % (P / V). La suspension a été agitée, puis additionnée de 25ml d'HCl à 1,128 %. Le ballon contenant le mélange a été ensuite plongé dans l'eau pendant 15 minutes et au cours des trois premières minutes, la solution a été agitée énergiquement pour éviter la formation d'agglomérats. Ensuite 30ml d'eau distillée a été ajoutée dans la préparation. Après refroidissement, pour la défécation, l'addition de 5ml de la solution de Carrez I et Carrez II suivie d'une agitation a été nécessaire. Le volume a été ensuite complété à 100ml avec de l'eau distillée, puis la suspension a été homogénéisée et filtrée. Le pouvoir rotatoire (P) a été mesuré au polarimètre.

- Traitement par l'éthanol à 40 %

Dans un ballon jaugé de 250ml, 250mg de farine de manioc ont été additionnés de 40ml d'éthanol à 40ml. Le mélange a été laissé au repos pendant une heure à la température ambiante. Au cours de cette attente, plusieurs agitations ont été effectuées pour bien mélanger le contenu du ballon. Puis la suspension a été filtrée et le filtrat a été additionné de 2,1ml de HCl à 25 %. Après une agitation énergique, le mélange a été placé dans un bain-marie pendant 15 minutes. Le ballon a été ensuite retiré du bain puis refroidi sous un courant d'eau froide. La solution, une fois refroidie, a été déféquée par addition de la solution de Carrez I et Carrez II suivie à chaque fois d'une agitation. Le volume a été complété avec l'éthanol à 40 %. Le pouvoir rotatoire (P') a été déterminé au polarimètre.

Le taux de fécule (en pourcentage de la matière sèche) est donné par la relation

$$\text{Taux de fécule} = \frac{(P - P') \times 100 \times 100}{[\alpha]_D^{20^\circ C} \times B \times I}$$

P : Pouvoir rotatoire lu pour les sucres totaux

P' : Pouvoir rotatoire lu pour les sucres solubles dans l'éthanol à 40%

B : poids de la prise d'essai

I : Longueur du tube polarimétrique (I = 2dm)

$[\alpha]_D^{20^\circ C}$: pouvoir rotatoire de l'amidon pur à 20 ° C

I.2.4. Résultat

La mesure du pouvoir rotatoire P et P' de la farine de manioc est récapitulée dans le tableau suivant :

	1 ^{ère} lecture	2 ^{ème} lecture	3 ^{ème} lecture	4 ^{ème} lecture	5 ^{ème} lecture	6 ^{ème} lecture	Moyenne
P	6° 42'	6° 40'	6° 43'	6° 44'	6° 44'	6° 44'	6° 44'
P'	0° 7'59''	0° 7'58''	0° 8'	0° 7'57''	0° 7'59''	0° 8'	0° 8'

Tableau N°6 : Pouvoir rotatoire P et P' d'un échantillon de farine de manioc

$$P = 6^\circ 44' = 404'$$

$$P' = 0^\circ 8' = 8'$$

$$B = \frac{2,5 \times 87,08}{100} = 2,18$$

$$[\alpha]_D^{20^\circ C} = 184^\circ = 11040'$$

$$\text{Taux de féculé} = \frac{(404 - 8) \times 100 \times 100}{11040 \times 2,18 \times 2} = 82,27\%$$

Le taux de féculé de notre manioc est de 82,27% par rapport aux matières sèches. Cette valeur est comprise entre celles trouvées par KETIKUA et COOL (28) en 1970 (80 à 87%)

II. HYDROLYSE ENZYMATIQUE (3, 26, 27, 28, 31)

Cette partie consiste à la conversion de l'amidon contenu dans la farine de manioc en sucre simple selon la méthode de maltage.

On utilise les grains de paddy pour élaborer les enzymes.

II.1. Matériels

Germeoir

Cristallisateur

Agitateur chauffant

Thermomètre

Spectrophotomètre

Erlen-meyers

Balance

II.2. Méthodes

II.2.1. Maltage : Elaboration des enzymes

Le maltage comporte 3 étapes : le trempage, la germination et la préparation du lait de malt

II.2.1.1. Trempage

Le trempage consiste à hydrater les grains de paddy. Pendant cette étape l'humidité passe de 10 – 15% à 38 – 48%.

Vingt cinq grammes de paddy ont été trempés dans un cristallisateur rempli d'eau pendant 36 heures à 30°C. L'eau de trempage a été renouvelée toutes les 12 heures. On note que l'opération de trempage doit se dérouler dans un endroit bien aéré.

II.2.1.2. Germination

Après le trempage, les grains de paddy trempés ont été étalés en couche mince ayant une épaisseur de 5mm. Une fine quantité d'eau suffit pour la germination. La température de germination est de 30°C.

La germination doit se faire à l'obscurité pour éviter l'action dénaturante de la lumière sur les enzymes et pour inhiber les activités chlorophylliennes. On obtient le malt vert quand les plumules atteignent 5mm et les radicules 10 à 15mm. La durée de la germination est de 2 à 3 jours. On appelle malt vert les grains de paddy germés.

II.2.1.3. Préparation du lait de malt : extraction de l'enzyme

Vingt cinq grammes de malt vert additionné de faible quantité d'eau ont été broyés. Après 5 minutes, les enzymes ont été extraits avec de l'eau distillée. L'extrait ainsi obtenu constitue le lait de malt.

II.2.2. Gélification : Préparation du substrat à hydrolyser

100g de farine sont mis dans un erlen-meyer de 1l, on ajoute ensuite 500ml d'eau distillée. Ce mélange est cuit pendant 30mn à 75°C pour éclater les grains d'amidon.

II.2.3. Hydrolyse proprement dite

Le lait du malt préparé est mélangé avec l'amidon de riz bien gélifié. Le volume final est ajusté à 1 litre. Le mélange est cubé sur une plaque chauffante agitante. Toutes les 24 heures, 5ml du milieu réactionnel sont prélevés pour le dosage des sucres réducteurs formés.

L'hydrolyse est terminée lorsque la densité optique des sucres réducteurs devient constante.

II.2.4. Dosage des sucres réducteurs

II.2.4.1. Principe

L'intensité de coloration, jaune orangée, obtenue en utilisant la solution Dinitro 3,5-Salicylate de sodium (DNS) est proportionnelle à la concentration en sucre dans la solution. On utilise une courbe étalon pour déterminer les concentrations en sucres réducteurs formés.

II.2.4.2. Gamme étalon

On prépare une solution à 2 g/l de glucose et on fait le dosage par le DNS. Après, la densité optique est lue au spectrophotomètre à 540nm.

N° de Tube	0	1	2	3	4	5	6
Glucose à 2g/l(ml)	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1	1,2
ED (ml)	1	0,9	0,8	0,7	0,6	0,5	0,4
DNS (ml)	1	1	1	1	1	1	1
Incubation à 100°C (5mn)							
ED (ml)	10	10	10	10	10	10	10
DO (540nm)	0	0,16	0,30	0,50	0,65	0,70	0,90

Tableau N° 7 : Tableau d'une gamme étalon

La concentration en glucose est donnée par la relation

$$C_f = \frac{C_i V_i}{V_f}$$

C_i : concentration de la solution mère

V_i : volume initial dans le tube avant dilution

C_f : concentration en glucose

V_f : volume final dans chaque solution

II.2.4.3. Détermination de la concentration en sucres réducteurs

En utilisant la régression linéaire, la relation suivante a été déterminée.

$$D.O. = 0,795 \left[S.R. \right] + 0,007 \text{ avec } r^2 = 0,999$$

$\left[S.R. \right]$ = concentration en sucre réducteur

D.O. : Absorbance à 540

r^2 : Coefficient d'ajustement

$$\left[S R \right] = \frac{D.O.}{0,795} - 0,007$$

Remarque : Comme nous avons fait une dilution 1/20 pour la défection. Pour le dosage, nous avons effectué une dilution de 1/10. Ainsi la dilution est de 1/200

II.2.5. Optimisation

4 paramètres agissant sur l'hydrolyse sont optimisés. Ce sont la température, le pH, l'agitation et la concentration en substrat.

Pour cela, 3 paramètres sont fixés et le 4^{ème} est varié afin de déterminer son optimum.

Nous avons donc essayé les valeurs suivantes :

- pour la température : 45°C, 50°C et 65°C
- pour le pH 3,5 ; 4,5 et 6,5
- pour la concentration en substrat 100g/l, 120g/l, 150g/l et 200g/l
- pour la vitesse d'agitation 150rpm, 200rpm, 250rpm, 300rpm et 350rpm

II.2.6. Rendement

Le rendement d'hydrolyse est donné par l'équation

$$R = \frac{[SR]_f - [SR]_i}{[Fécule]_i}$$

$[SR]_f$: concentration finale en sucre reducteur

$[SR]_i$: concentration initiale en sucre reducteur

$[Fécule]$: concentration initiale en amidon (manioc + riz)

La teneur en amidon de riz est environ 60%, c'est à dire 25g de grain de riz pourraient contenir 15g d'amidon.

III.3. Résultats et interprétations

III.3.1. Effets de la température et du pH

La concentration en substrat et la vitesse d'agitation sont fixées respectivement à 100g/l et 200rpm (rotation par minute). La température et le pH sont variés.

III.3.1.1. Effets du pH à 45°C

Temps \ pH	0	24	48	72	96
3,5	20	22,5	25	26,33	26,71
4,5	20	37,17	43,40	48,68	50
5,5	20	32,20	40,60	48,68	48,68
6,5	20	29,02	32,5	37,23	37,23

Tableau N° 8 : Evolution de la concentration en sucres réducteurs (g/l) à 45°C en fonction du pH du milieu.

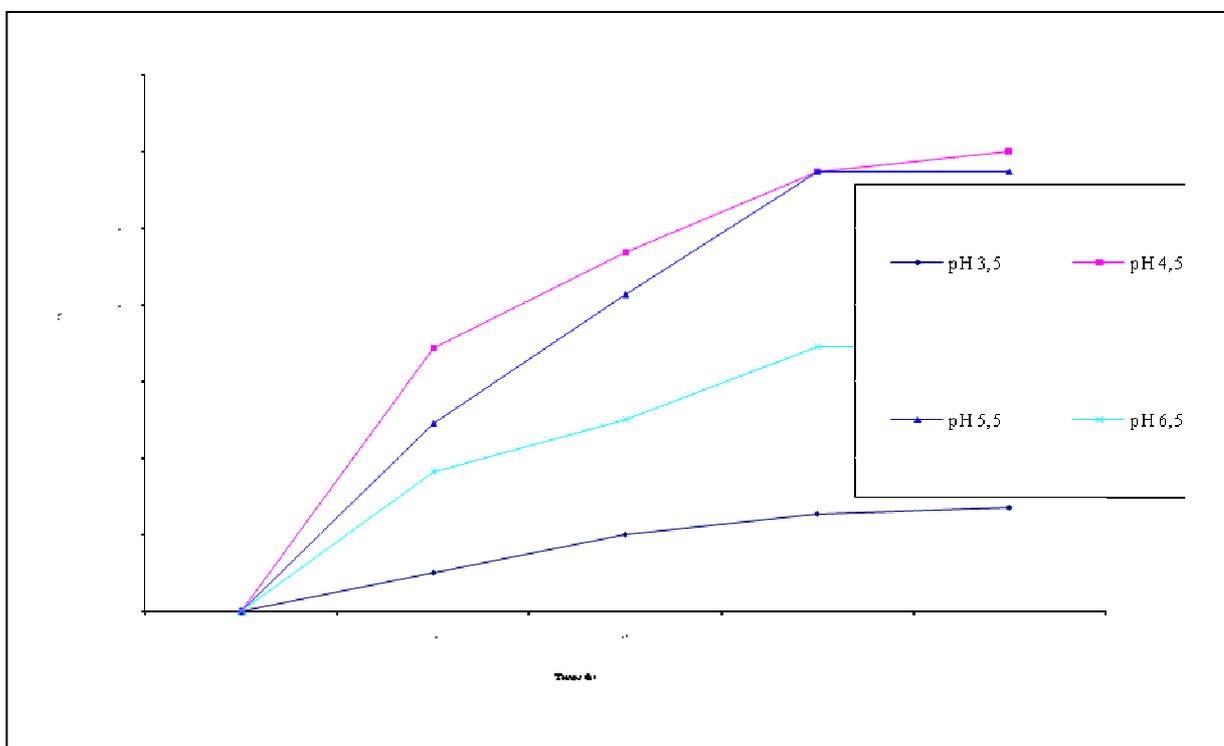


Figure N°1 : Evolution de la concentration en sucres réducteurs à 45°C en fonction du pH du milieu

III.3.1.2. Effets du pH à 50°C

Temps \ pH	0	24	48	72	96
3,5	20	28,52	30,72	36,15	36,18
4,5	20	54,28	75,23	83,25	83,25
5,5	20	46,71	61,85	66,21	67,42
6,5	20	41	52,30	56,14	55,62

Tableau N° 9 : Evolution de la concentration en sucres réducteurs (g/l) à 50°C en fonction du pH du milieu.

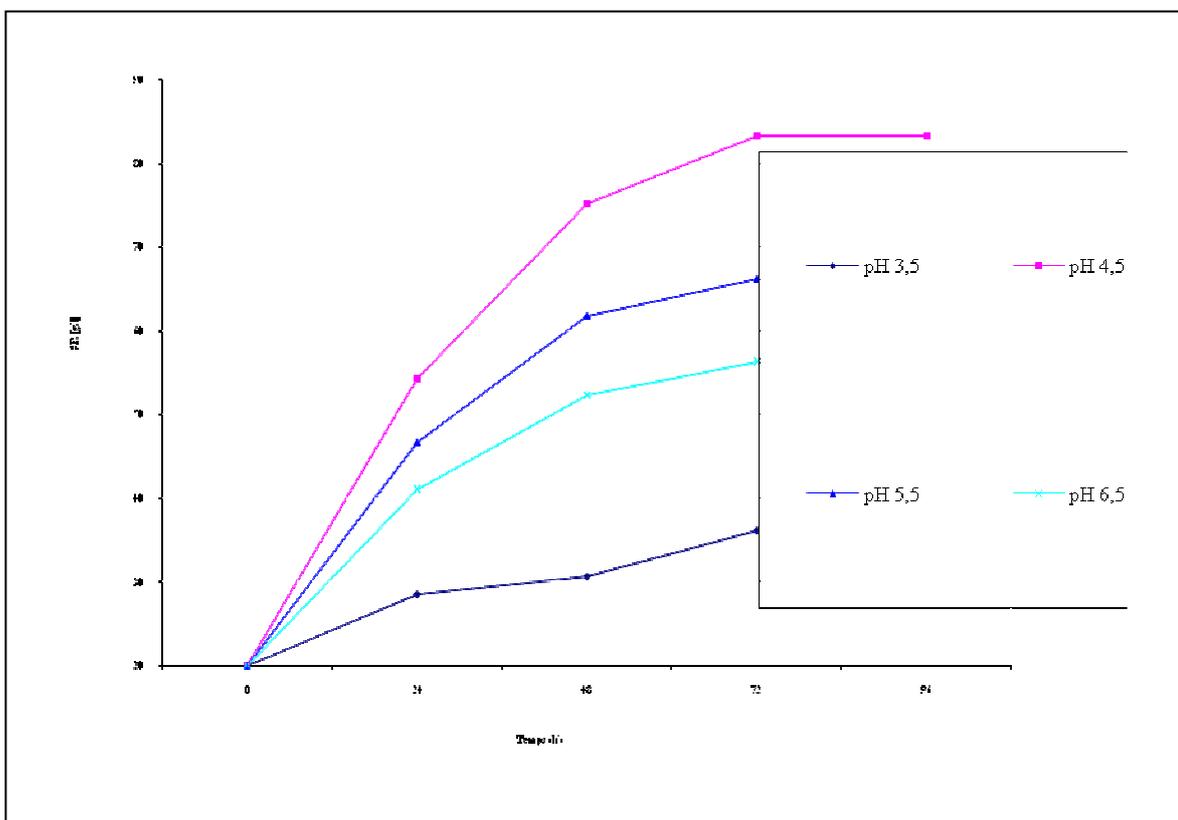


Figure N° 2 : Evolution de la concentration en sucres réducteurs à 50°C en fonction du pH du milieu

III.3.1.3. Effet du pH à 65°C

Temps \ pH	0	24	48	72	96
3,5	20	28,67	33,28	30,52	30,52
4,5	20	42	54,30	61	57,26
5,5	20	35,23	43,85	43,85	43,85
6,5	20	33,78	41	36,14	36,14

Tableau N° 10 : Evolution de la concentration en sucres réducteurs (g/l) à 65°C en fonction du pH du milieu

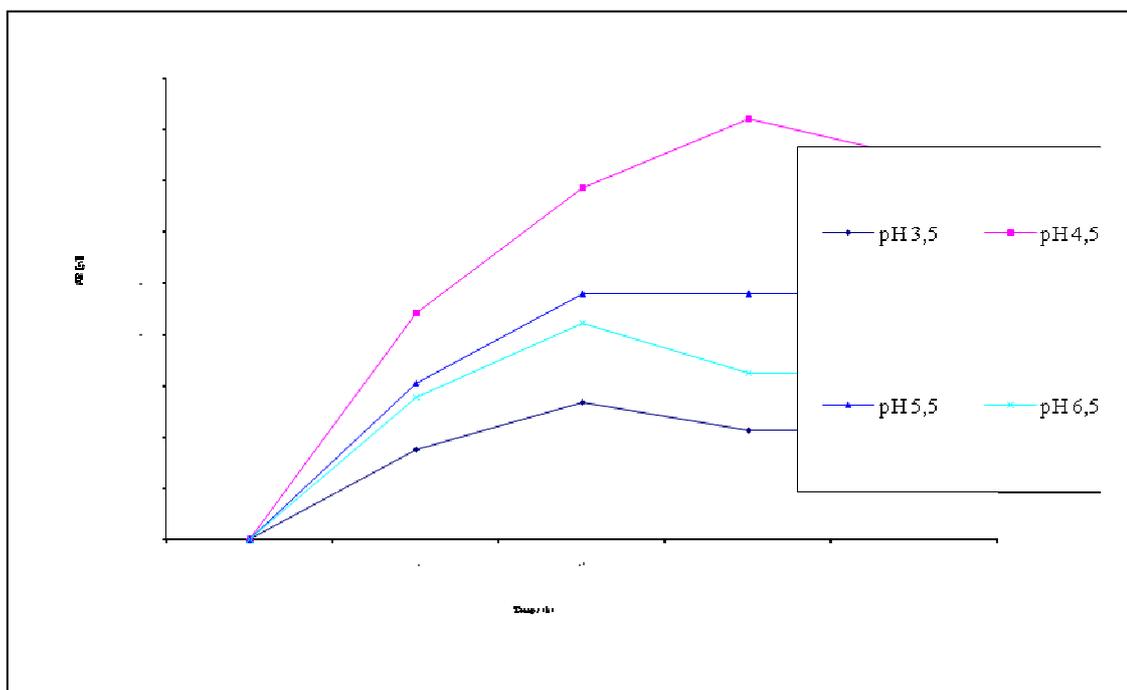


Figure N° 3 : Evolution de la concentration en sucres réducteurs à 65°C en fonction du pH du milieu

	pH 3,5	pH 4,5	pH 5,5	pH 6,5
T 45°C	26,71	50	48,68	37,23
T 50°C	36,15	83,25	67,42	55,62
T 65°C	33,28	61	43,85	36,14

Tableau N° 11 : Activité maximale des enzymes en fonction du pH

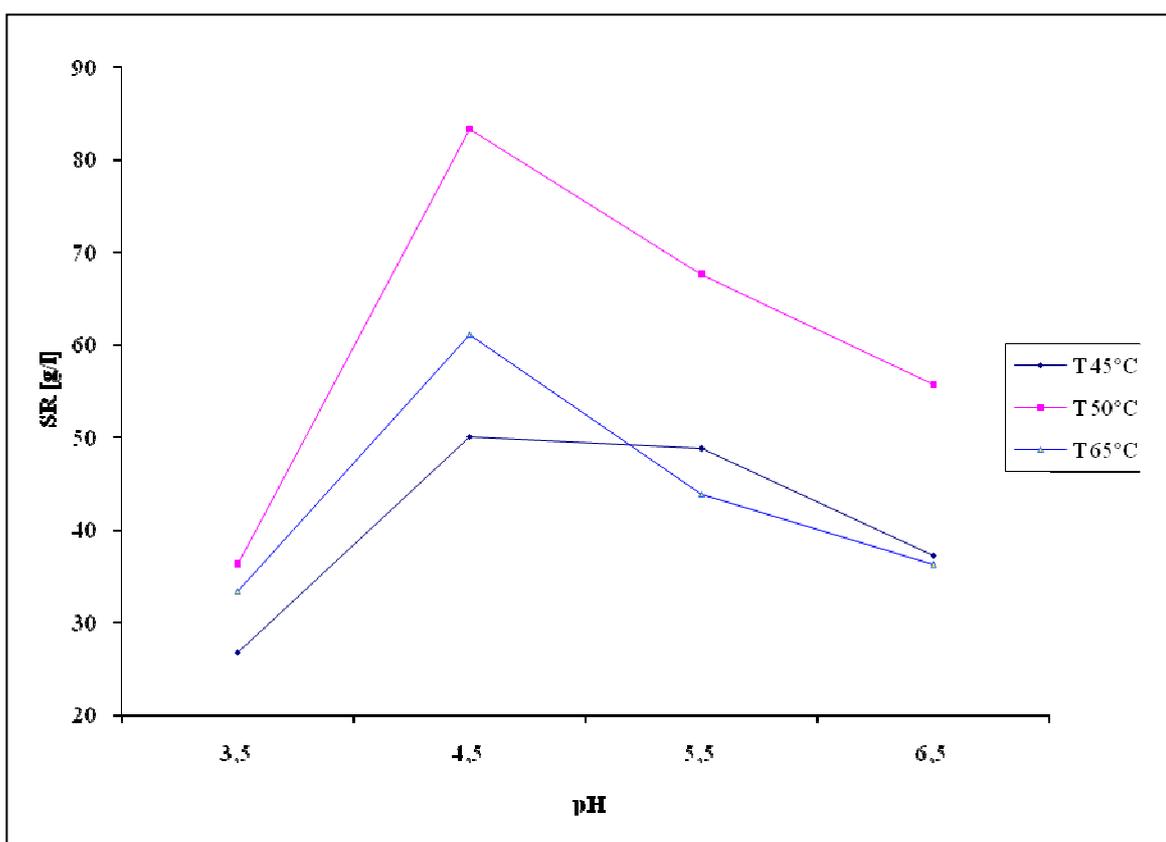


Figure N° 4 : Activité maximale des enzymes (g/l) en fonction du pH

	T 45°C	T 50°C	T 65°C
pH 3,5	26,71	36,15	33,28
pH 4,5	50	83,25	61
pH 5,5	48,68	67,42	43,85
pH 6,5	37,23	55,62	36,14

Tableau N° 12 : Activité maximale des enzymes (g/l) en fonction de la température

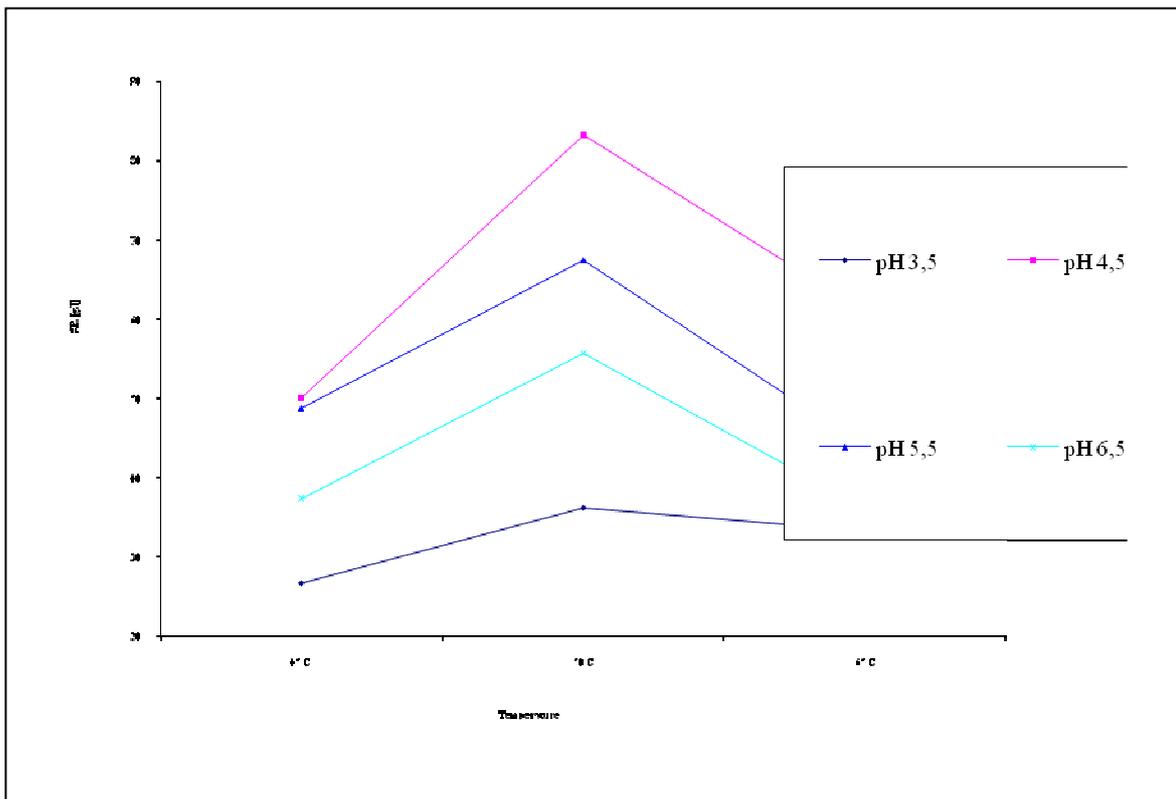


Figure N° 5 : Activité maximale des enzymes (g/l) en fonction de la température

Temps (h)	24	48	72	96
SR (g/l)	54,28	75,23	83,25	83,25

Tableau N° 13 : Evolution de la concentration en sucre réducteur en fonction du temps

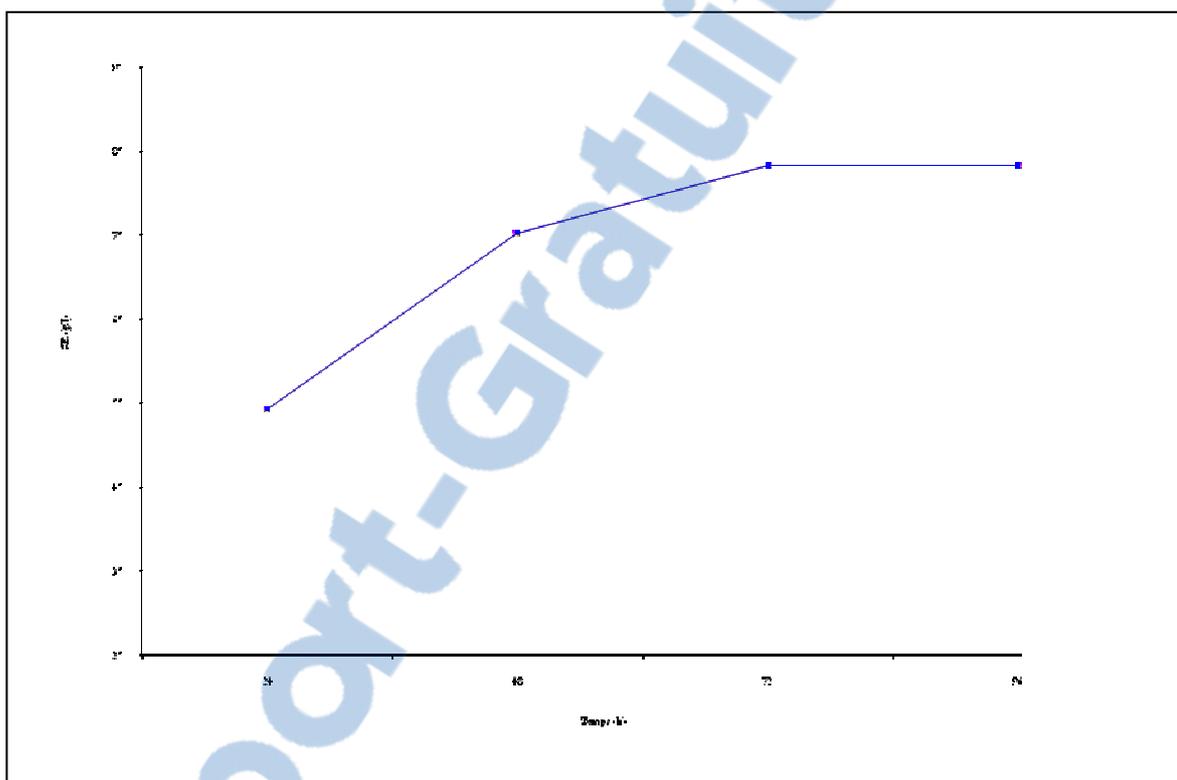


Figure N° 6 : Evolution de la concentration en sucre réducteur en fonction du temps

Interprétation :

A pH faible, pH = 3,5 ; le taux de conversion n'est pas intéressant. Aux pH= 5,5 et 6,5 ; la production est faible. L'augmentation du pH affaiblit l'activité enzymatique. Les sucres réducteurs formés sont les plus abondants à pH = 4,5. Cet effet du pH sur l'hydrolyse s'explique par la sensibilité des enzymes aux variations de la concentration en ion H^+ du milieu réactionnel. Un groupement $-COO^-$ du site actif est nécessaire à la fixation du substrat, l'abaissement du pH du milieu entraîne sa transformation en $-COOH$

qui ne permet pas la fixation de plus de substrat et par conséquent, l'activité amylasique diminue.

Concernant l'effet de la température, la production optimale est de 50°C. La température élevée (environ 80°C) détruit les enzymes tandis que les basses températures provoquent des pertes notables sur l'activité enzymatique.

En conclusion, le couple (pH = 4,5 ; température = 50°C) est optimal pour l'activité des enzymes.

III.3.2. Effets de la concentration en substrat

La température, le pH, la vitesse d'agitation sont respectivement fixés à 50°C ; 4,5 et 200rpm. La concentration en substrat varie.

g/l \ Temps	50	100	120	150	200
0	0	0	0	0	0
24	24,60	39,05	43,75	20,12	9,06
48	36,51	61,78	74,82	29,86	13,43
72	42,13	72,04	92,25	30,37	15,72
96	42,13	72,04	92,25	30,37	15,72

Tableau N° 14 : Evolution du taux de conversion de la féculé en sucres réducteurs en fonction de la concentration en substrat (g/l)

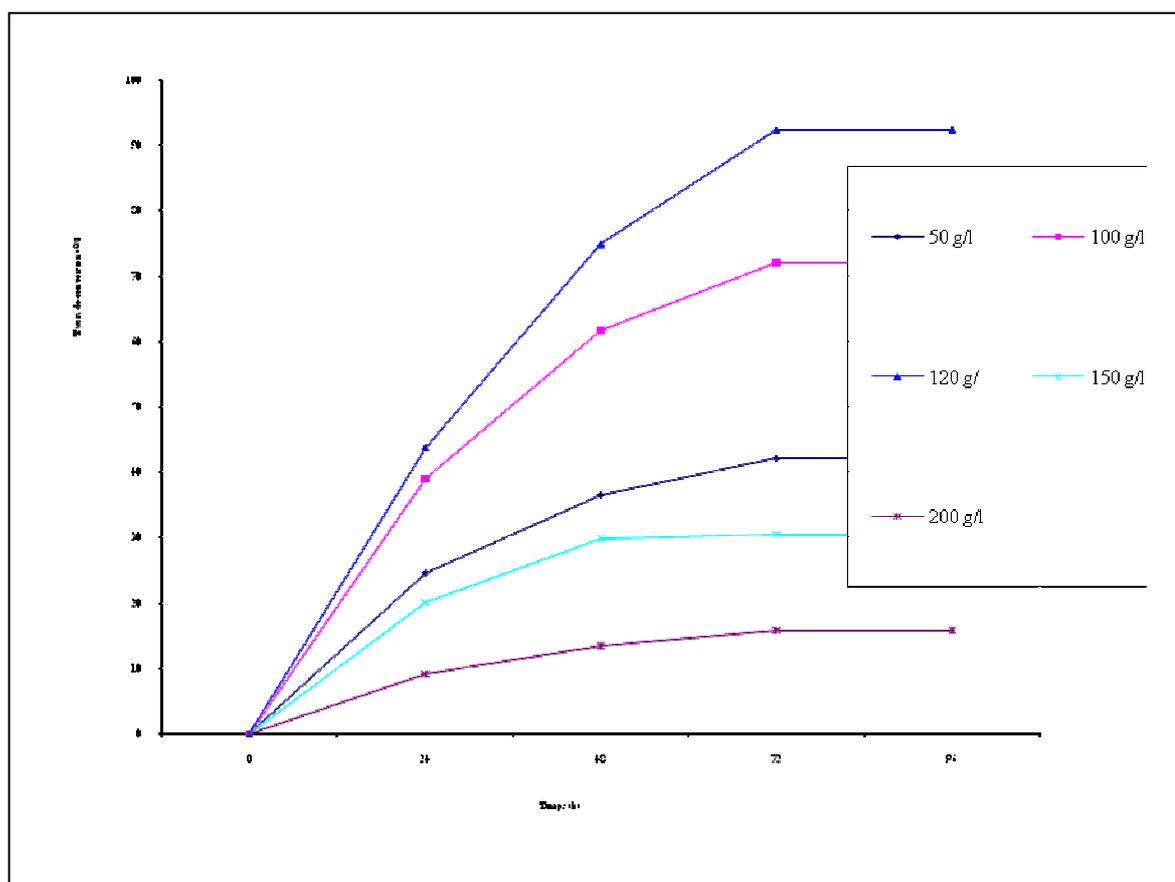


Figure N° 7 : Evolution du taux de conversion de la féculé en sucres réducteurs en fonction de la concentration en substrat (g/l).

Interprétation :

Pour les concentrations en substrat 50 à 100g/l, l'activité des enzymes est insuffisante, d'où une faible production des sucres réducteurs.

Les fortes concentrations en substrat provoquent une baisse très importante du taux de conversion de l'amidon en sucre réducteur.

A une concentration en substrat de 120g/l, après 72h d'hydrolyse, on obtient un taux de conversion de 92,25% qui est optimal.

III.3.3. Effets de la vitesse d'agitation

La température, le pH et la concentration en substrat soit respectivement fixés à 50°C, 4,5 et 120g/l. La vitesse d'agitation varie.

Agitation (rpm) \ Temps	150	200	250	300	350
0	0	0	0	0	0
24	45,71	60,95	92,38	70,47	43,80
48	57,02	78,09	99,39	89,52	60,02
72	59,61	85,71	91,42	80	67,61
96	53,33	70,48	81,90	71,42	62,68

Tableau N° 15 : Evolution du taux de conversion de la féculé en réducteurs en fonction de la vitesse d'agitation.

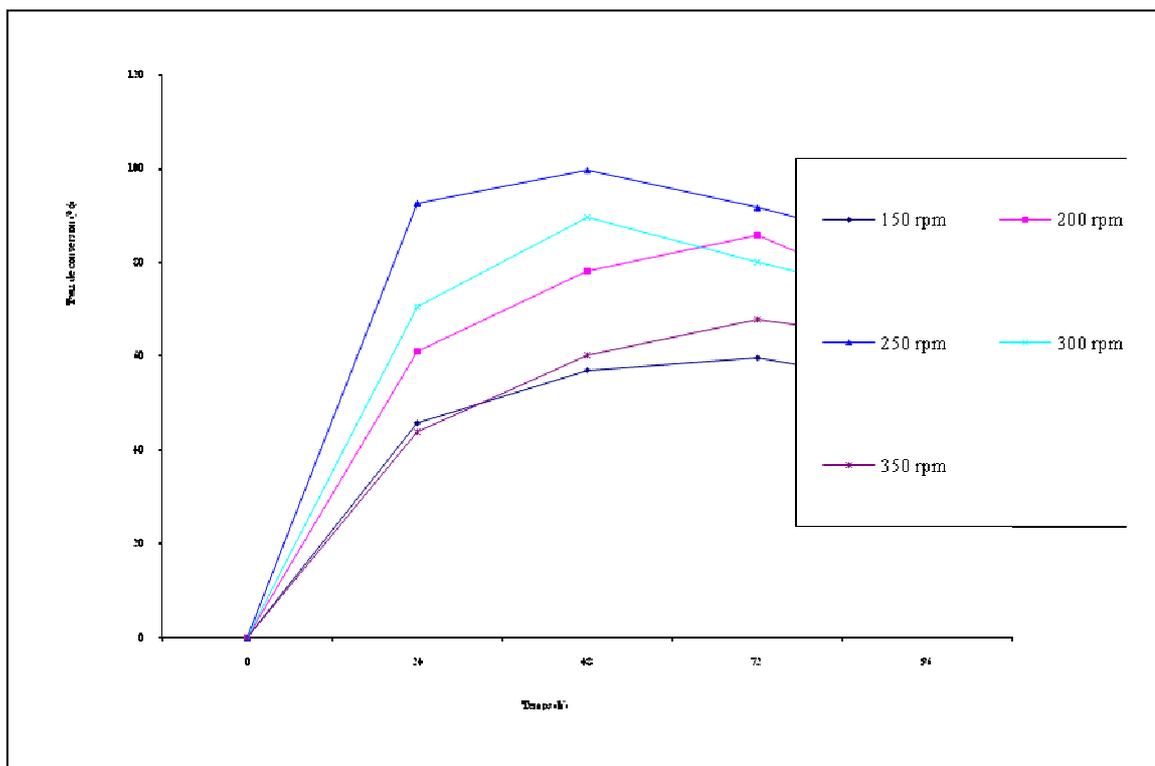


Figure N° 8 : Evolution du taux de conversion de la féculé en sucres réducteurs en fonction de la vitesse d'agitation.

Interprétation :

- A 150rpm à 200rpm, on atteint l'optimum respectivement après 48 heures et au bout de 72 heures d'hydrolyse mais avec un taux de sucres réducteurs très faible. On peut dire donc qu'il y a insuffisance de contact entre le substrat et les enzymes.
- A 250rpm, au bout de 48 heures d'hydrolyse, le rendement maximum est atteint avec un taux de 99,39%
- A 300rpm, le rendement maximum est obtenu après 48 heures d'hydrolyse dont la valeur est 89,52%
- A 350rpm, après 72heures d'hydrolyse on obtient qu'un rendement de 67,61%. Cette valeur est très petite par rapport à celle qu'on obtient à 200rpm. Ceci pourrait être du à une forte agitation du milieu réactionnel qui entraînent la limitation de l'action hydrolysante des enzymes.

Ainsi la valeur optimale pour l'agitation est 250rpm.

III.3.5. Conclusion partielle

Nous pouvons aussi conclure que pour avoir un bon rendement, les valeurs suivantes sont optimales : température 50°C ; pH 4,5 ; concentration en, substrat 124g/l et la vitesse d'agitation 250 rotations par minute

III. FERMENTATION (2, 3, 22)

Après hydrolyse, on passe à la fermentation du jus sucré obtenu

III.1. Matériels

III.1.1. Cuve de fermentation

La cuve de fermentation est une cuve cylindrique bouchée hermétiquement.

Le bouchon comporte trois trous. Dans le premier trou, on introduit un thermomètre pour mieux suivre l'évolution de la température au cours de la fermentation. Pour l'analyse des échantillons, on met un tuyau de prélèvement dans le 2^{ème} trou. Dans le 3^{ème} trou, un tube de verre contenant de l'acide dilué dans sa partie coudée est installé. Avec ce système, la cinétique de fermentation est facilement suivie par le dégagement du gaz carbonique. L'acide dilué est utilisé pour limiter la solubilisation du gaz carbonique dans l'eau. L'agitation est assurée par un agitateur magnétique.

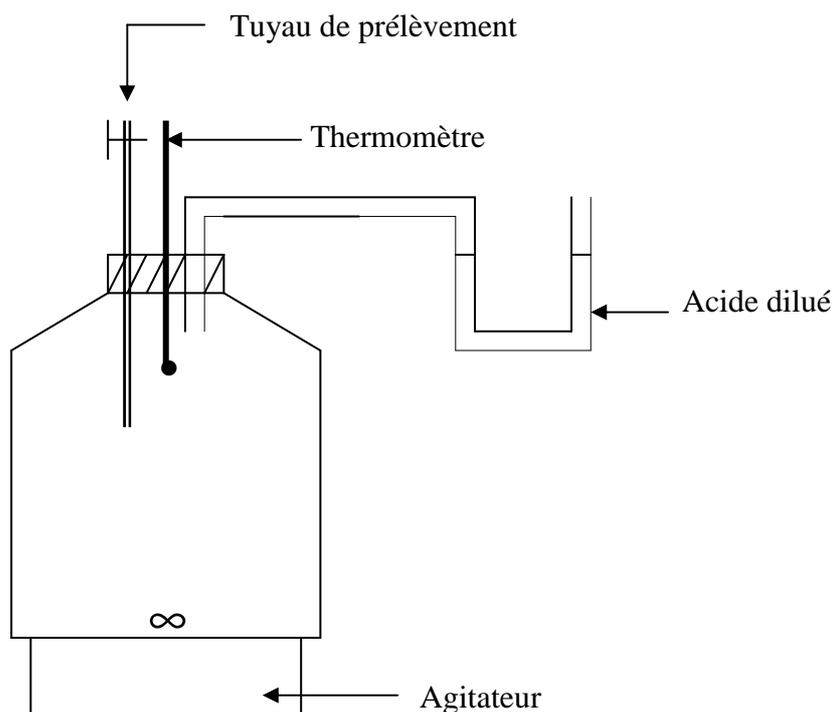


Figure N° 9 : Cuve de fermentation

III.1.2. Souche des levures

La levure que nous utilisons est la levure boulangère sous forme commercialisée appelée levure sèche active (L.S.A).

III.2. Méthodes

III.2.1. Traitements préliminaires

L'hydrolysate est centrifugé pendant 15 minutes pour séparer le surnageant du culot qui contient l'amidon non hydrolysé, les protéines et les lipides. Le surnageant constitue le sirop de glucose.

On fait cuire le sirop obtenu au bain-marie réglé à 100 °C pendant 30 minutes.

Après cuisson, on passe au refroidissement jusqu'à 25°C.

III.2.2. Fermentation

Avant la fermentation, la connaissance de la quantité en sucre dans le sirop est indispensable.

III.2.2.1. Préculture

La préculture consiste à réactiver la levure. Cette réactivation se fait tout simplement en réhydratant la levure dans quelques millimètres de sirop pendant 48 heures et sous agitation.

III.2.2.2. Culture

La levure réactivée est mélangée avec le sirop à fermenter. Puis on ajoute les différents éléments nutritifs comme le sulfate d'ammonium, le sulfate de magnésium et le malt de dose respective 0,4g/l, 0,2g/l et 1g/l. Enfin, le mélange est versé dans la cuve de fermentation et on bouche hermétiquement.

III.3. Détermination du titre alcoométrique

Après la fermentation, on passe à la détermination du titre alcoométrique. Le titre alcoométrique exprimé en général en degré alcoolique est égal au nombre de millilitres d'alcool éthylique contenu dans 100 ml d'échantillon. La détermination du titre alcoométrique peut se faire soit en utilisant un alcoomètre, soit en mesurant la densité du moût.

III.3.1. Détermination du titre alcoométrique en utilisant un alcoomètre

III.3.1.1. Matériels

Un dessiccateur
Un alcoomètre
Une éprouvette graduée de 250 ml
Un ballon de 250 ml
Un ballon de récupération de 100 ml
Un chauffe- ballon

III.3.1.2. Mode opératoire

Au terme de la fermentation, on procède à la distillation de l'alcool contenu dans 100ml d'échantillon. Le distillat obtenu est ramené au volume initial de la prise d'échantillon. Le degré alcoolique de ce mélange est obtenu en plongeant directement l'alcoomètre dans la solution.

Il est à noter que le titre alcoolique est exprimé en % (V/V) puis converti en gramme d'éthanol par litre d'échantillon (1% correspond à 8 g/l d'échantillon).

III.3.2. Détermination du titre alcoométrique en mesurant la densité

III.3.2.1. Matériels

Un dessiccateur
Une fiole jaugée de 200 ml
Un picnomètre
Un ballon de 250 ml
Un chauffe-ballon
Un barboteur

III.3.2.2. Mode opératoire

Prélever à l'aide d'une fiole jaugée un volume de vin de 200ml. Noter la température du vin.

Le verser dans le ballon de l'appareil à distiller ou dans le barboteur de l'appareil à l'entraînement à la vapeur. Rincer la fiole jaugé à quatre reprises avec 5 ml d'eau que l'on ajoute dans le ballon ou le barboteur. Ajouter 10 ml d'hydroxyde de calcium 2M et quelques fragments d'une matière poreuse inerte (pierre ponce, ...) dans le cas de la distillation.

Recueillir le distillat dans la fiole jaugée de 200 ml qui a servi à mesurer le vin.

Recueillir un volume égal aux trois quart environ du volume initial dans le cas de la distillation et recueillir 198- 199 ml de distillat dans le cas de l'entraînement à la vapeur.

Compléter à 200 ml avec de l'eau distillée, le distillat étant à une température identique à la température initiale à plus ou moins de 2° C près.

Mélanger avec précaution par un mouvement circulaire

Mesurer la densité et rapporter les résultats sur une table de correspondance entre la densité apparente du mélange hydroalcoolique et le degré d'alcool.

III.4. Conditions de fermentation

Selon certains auteurs comme RANDRIAMAHEFA Rausmann (28) et ANDRIANARISON Tinaina (3) qui ont déjà fait l'optimisation de paramètres de fermentation la valeur optimale du pH est 4 est optimale de levure est 4,20g/l

Pour notre expérience, nous fixons les paramètres suivants :

Volume de la cuve de fermentation : 1000 ml

Température initiale 25°C

pH du milieu fermentaire 4

Teneur initial en sucre réducteur

Quantité de levure 4,2g/l

Teneur en éléments nutritifs : Sulfate d'ammonium : 0,4g/l

Malt : 1g/l

Sulfate de magnésium 0,2g/l

Agitation : 150 rotations par minutes

III.5. Evolution de la fermentation

III.5.1. Densité du moût pendant le fermentation

Les différentes densités du moût pendant la fermentation sont représentées par le tableau suivant :

Temps (j)	Densité
1	1,072
2	1,070
3	1,052
4	1,042
5	1,035
6	1,028
7	1,020

Tableau N° 16 : Densité du moût pendant la fermentation

La courbe $d = f(t)$ est représentée par la figure suivante :

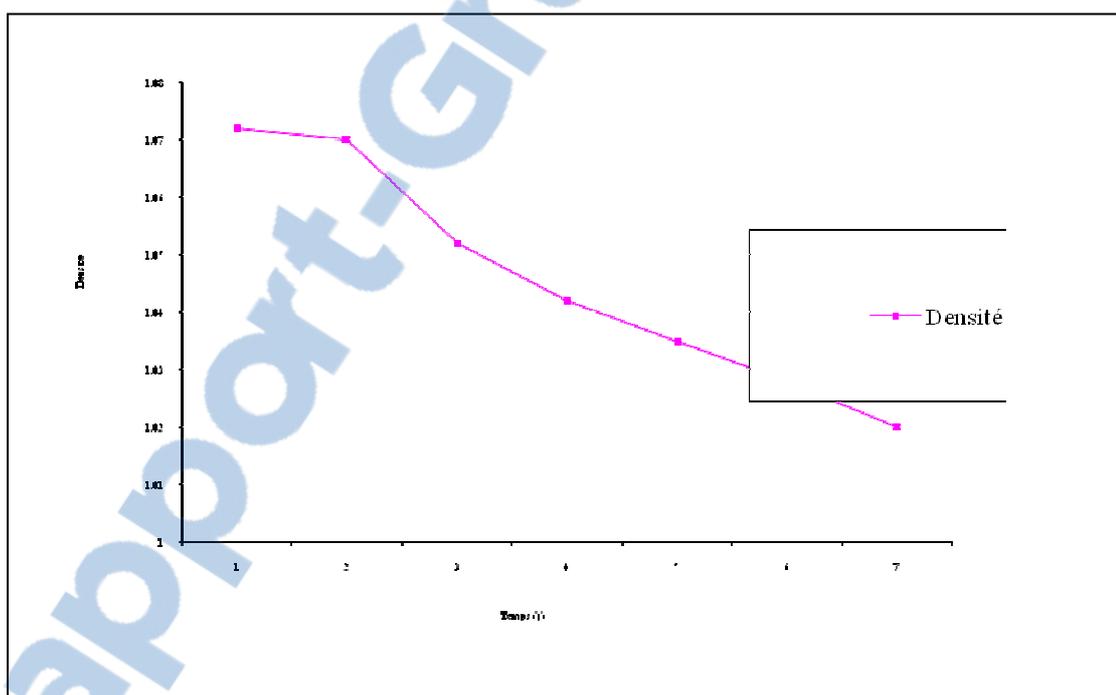


Figure N° 10 : Courbe représentant la densité en fonction du temps

Interprétation :

D'après cette courbe, on constate une diminution brusque de la densité allant 1,069 jusqu'à 1,020. Cette allure décroissante se manifeste vers le troisième jour. La formation d'éthanol commence donc après 48 h de culture.

III.5.2. Evolution de la température de fermentation

Le tableau suivant nous donne le température du moût pendant la fermentation

Temps (j)	Température
1	25 °C
2	25 °C
3	25,10 °C
4	25,40 °C
5	24,60 °C
6	25 °C
7	24 °C

Tableau N° 17 : Les températures de la fermentation

Si on trace la courbe de température en fonction du temps, on a :

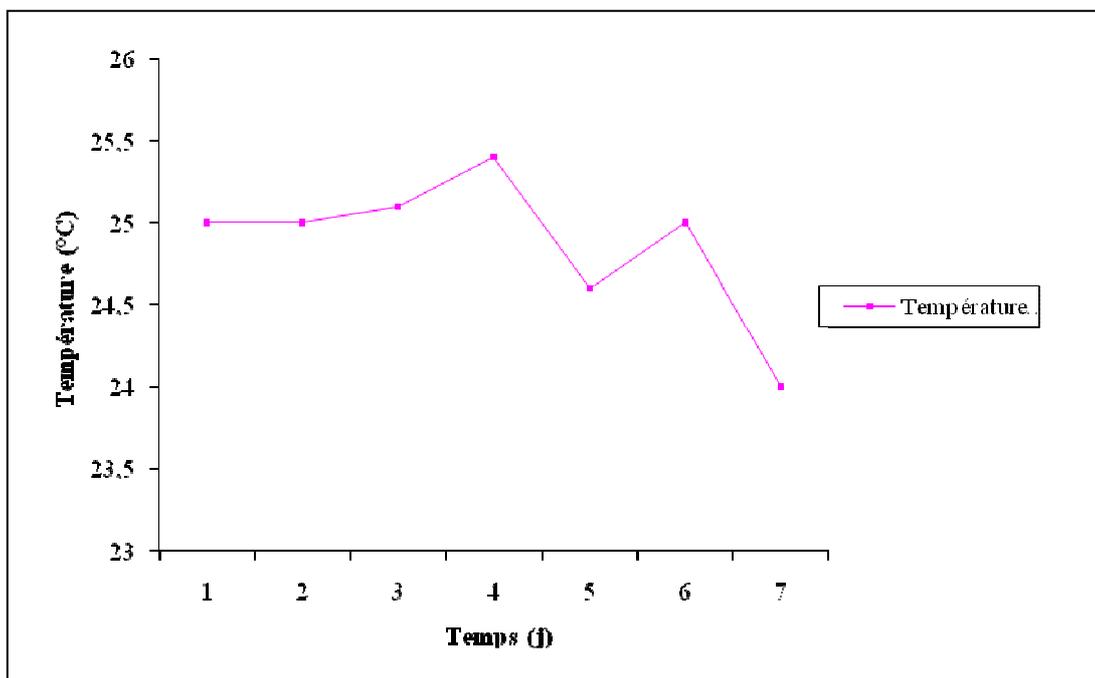


Figure N° 11 : Courbe de température en fonction du temps

Interprétation :

Cette courbe prouve qu'il n'y pas de variation très remarquable au cours de la fermentation. Notons que la fermentation alcoolique est une réaction exothermique, donc il est logique que la température au sein de la masse augmente. Cette invariance de température peut donc s'expliquer par le transfert de chaleur rapide entre le milieu réactionnel et le milieu ambiant. Ce transfert de chaleur rapide existe car nous travaillons à l'échelle laboratoire (cuve de fermentation assez petite).

III.6. Caractéristique du produit fini

Nous mesurons la densité, le degré alcoolique et la teneur en sucre réducteur résiduel du produit fini. Les résultats sont les suivants :

Teneur en sucre réducteur résiduel	: 22,9 g/l
Densité	: 0,98463
Degré alcoolique	: 8,90 °

Calcul du degré alcoolique

On utilise un pycnomètre de 50 ml pour la mesure de la densité

La densité est donnée par la formule

$$d = \frac{\text{masse (échantillon + pycnomètre)} - \text{masse du pycnomètre}}{\text{masse (eau + pycnomètre)} - \text{masse du pycnomètre}}$$

$$d = \frac{91,3516 - 42,1201}{92,1201 - 42,1201}$$

La densité à 20 °C est 0,98463

Pour la détermination du degré alcoolique, nous appliquons la méthode citée en paragraphe III.3.2..

Le tableau suivant nous donne l'extrait de la table de correspondance entre le degré alcoolique et la densité.

Degré	8 °	9 °
Densité	0,97170	0,98593

Tableau N° 18 : Extrait des tables de masses volumiques apparentes des mélanges hydroalcooliques

Pour le calcul du degré alcoolique, nous faisons une interpolation linéaire
Soit D le degré alcoolique du produit fini

$$\frac{8 - 9}{0,97170 - 0,98593} = \frac{8 - D}{0,9717 - 0,98463}$$

Après calcul, on a $D = 8,90$ °

La quantité de sucre utilisé pour augmenter le degré d'alcool à 1° est calculable : le tableau suivant nous résume ce calcul :

Concentration initiale en sucre S_0 (g/l)	Concentration finale en sucre S (g/l)	Sucre transformé en alcool $S_0 - S$	Degré d'alcool	Quantité de sucre pour augmenter 1°
180	22,9	157,1	8,90	17,65

Tableau N° 19 : Calcul de la quantité du sucre pour augmenter 1°

Pour notre cas, pour augmenter de 1° la solution, 17,65g/l de sucre est nécessaire.
Cette valeur est en accord avec la valeur citée dans l'étude bibliographique.

3^{ÈME} PARTIE

CONCEPTION D'UNE CUVE D'HYDROLYSE ET D'UNE CUVE DE FERMENTATION

I- CONCEPTION DE L'HYDROLYSEUR

Dans ce chapitre, nous allons essayer de concevoir une cuve d'hydrolyse à l'échelle pilote. Le passage de l'échelle laboratoire à l'échelle pilote s'avère difficile.

I.1. Dimensionnement de la cuve d'hydrolyse

Pour faire l'hydrolyse, on a besoin d'une cuve de volume V. Pour la gélification et l'hydrolyse proprement dite, on opère avec 2 cuissons, de température respective 75°C et 50°C. Il n'y a que très peu de temps qui sépare ces 2 cuissons donc la circulation d'eau est nécessaire pour accélérer l'obtention de la température de 50°C. La cuve d'hydrolyse est donc composée de 2 cuves coaxiales : la cuve intérieure contenant la charge et la cuve extérieure pour l'eau de refroidissement.

La cuve est un tronc cylindrique et une calotte sphérique à l'extrémité supérieure. Le but de notre dimensionnement est d'évaluer la hauteur H et le diamètre D de la partie cylindrique.

Soient V : le volume de la cuve intérieure

V_1 : volume de la partie cylindrique

V_2 : volume de la calotte sphérique

$$V = V_1 + V_2$$

$$V_1 = \frac{\pi D^2}{4} H$$

D : diamètre de la cuve cylindrique

H : Hauteur de la cuve cylindrique

$$V_2 = \frac{\pi}{6} \left(3D^2 + \frac{h^2}{4} \right)$$

h : hauteur de la calotte

$$V = \frac{\pi D^2 H}{4} + \frac{\pi h}{6} \left(3D^2 + \frac{h^2}{4} \right) \quad (1)$$

La section de tôle nécessaire à la fabrication de cette cuve est :

$$S = S_1 + S_2$$

S_1 : Section de la tôle nécessaire à la fabrication du tronc cylindrique

S_2 : Section de la tôle nécessaire à la fabrication de calotte sphérique

$$S_1 = \pi DH$$

$$S_2 = \pi \left(\frac{D^2}{4} + h^2 \right)$$

$$S = \pi DH + \pi \left(\frac{D^2}{4} + h^2 \right) \quad (2)$$

C'est la partie cylindrique occupe la majorité du volume, pour simplifier le calcul on néglige le volume de la calotte sphérique.

Soit V_m ce volume

$$V_m = \frac{\pi D^2 H}{4} \Rightarrow H = \frac{4V_m}{\pi D^2} \quad (3)$$

On porte l'expression de H dans (2), on a :

$$\begin{aligned} S &= \pi D \left(\frac{4V_m}{\pi D^2} \right) + \pi \left(\frac{D^2}{4} + h^2 \right) \\ &= \frac{4V_m}{D} + \pi \left(\frac{D^2}{4} + h^2 \right) \end{aligned}$$

La dépense minimale correspond à la dérivée de la surface totale S de la diamètre D de valeur nulle

$$\frac{dS}{dD} = 0 \Leftrightarrow -\frac{4V_m}{D^2} + \frac{\pi D}{2} = 0$$

$$\frac{4V_m}{D^2} = \frac{\pi D}{2} \Rightarrow \frac{4V_m}{\pi D^2} = \frac{D}{2} \quad (4)$$

On porte cette relation (4) dans la relation (3), on a :

$$H = \frac{D}{2} \qquad H = \sqrt[3]{\frac{V_m}{\pi}}$$

Pour $V_m = 70 \text{ l}$

$$H = 28,14 \text{ cm}$$

$$D = 56,28 \text{ cm}$$

Le dimensionnement de la cuve extérieure est très facile. Son hauteur et son diamètre dépendent l'épaisseur de la chemise d'eau de refroidissement. Nous fixons 4 cm cet épaisseur

Soient : H' la hauteur de la cuve extérieure et

D' le diamètre de la cuve extérieure

$$H' = 28,14 + 4 - 10 = 22,8 \text{ cm}$$

$$D' = (2 \times 4) + 56,28 = 64,28 \text{ cm}$$

Le schéma de la cuve d'hydrolyse est représenté dans les pages suivantes.

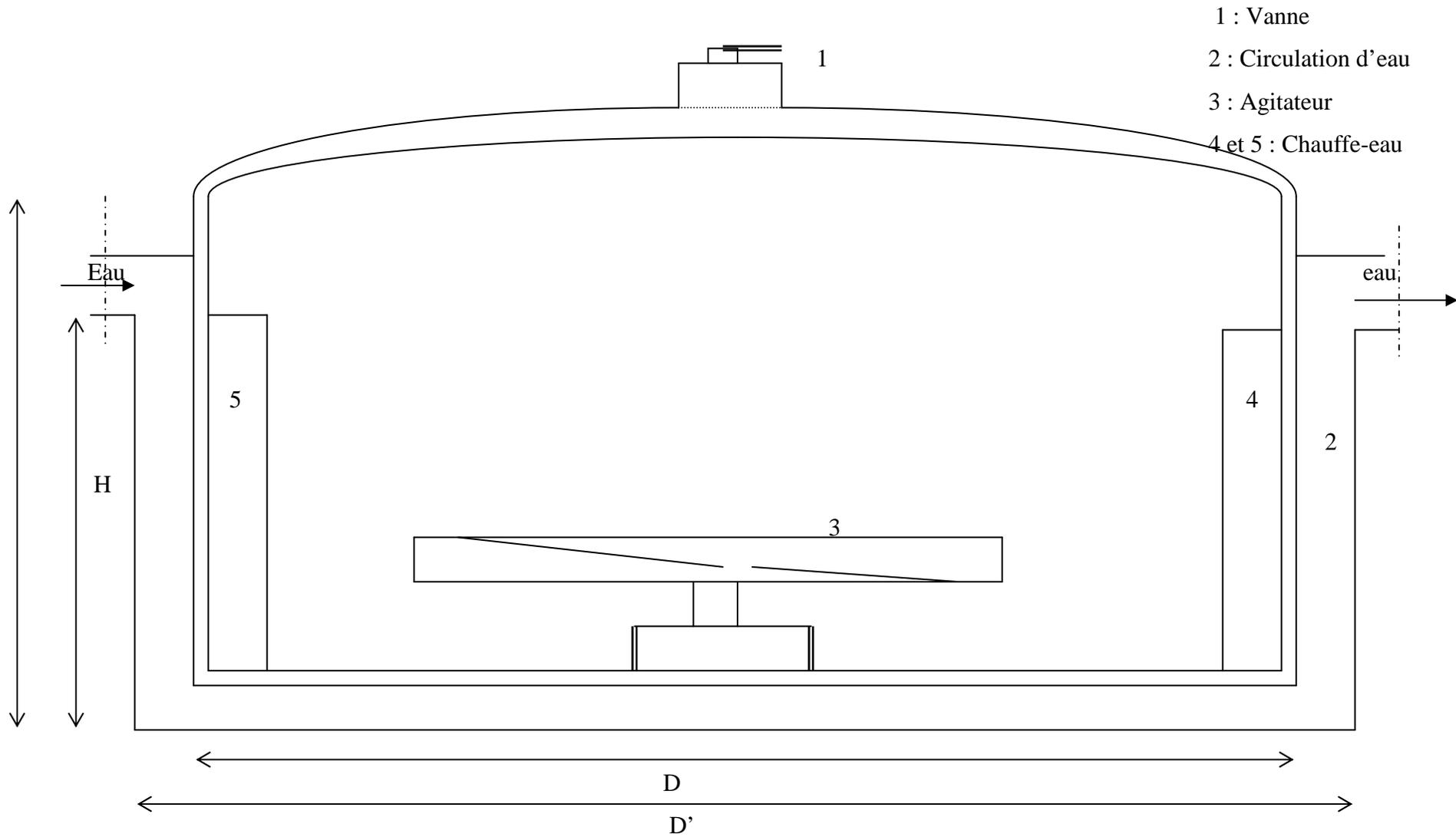


Figure N° 12 : CUVE D'HYDROLYSE (COUPE TRANSVERSALE)

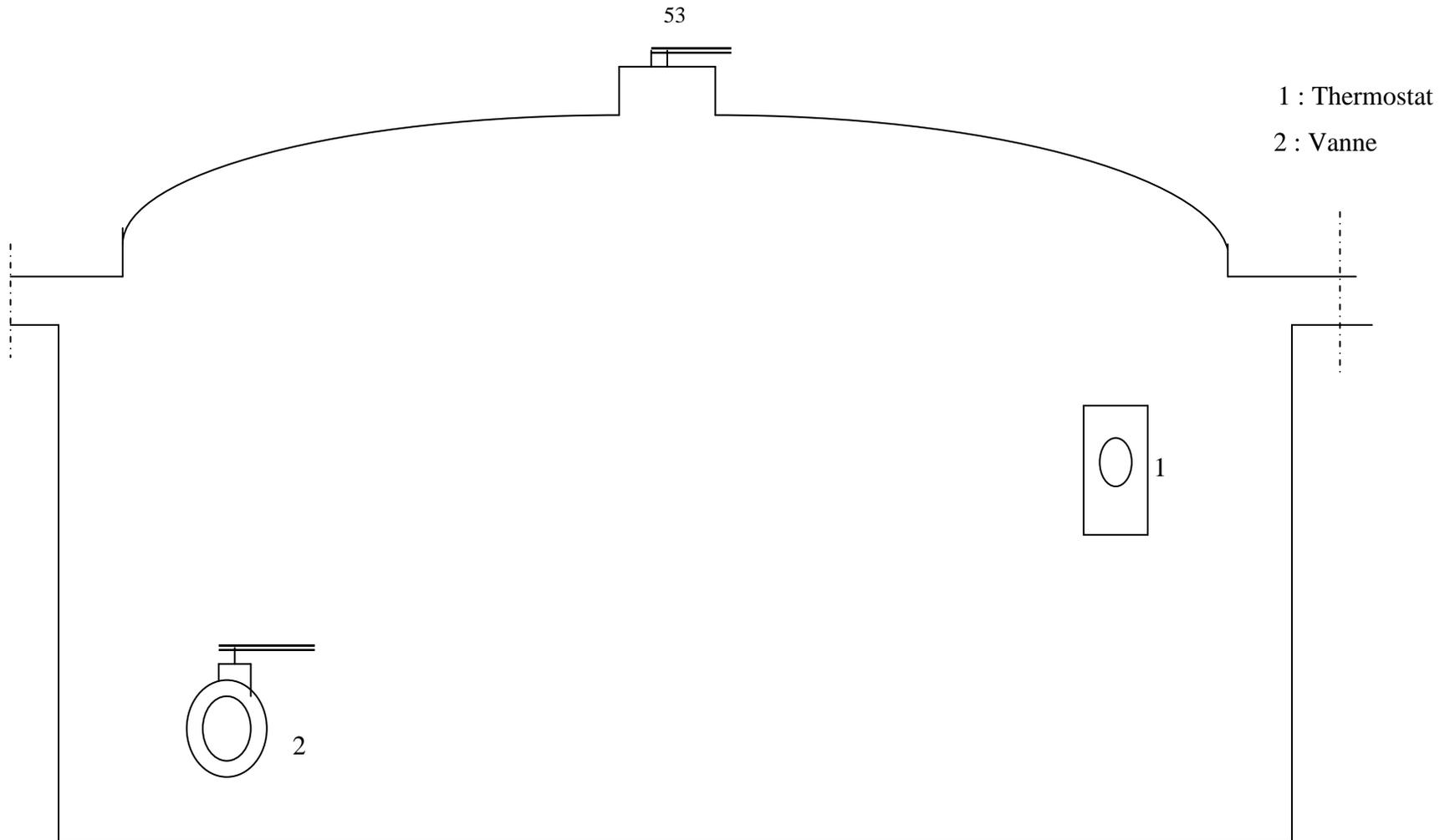


Figure N° 13 : CUVE D'hydrolyse (FAÇADE)

I.2. Accessoires de la cuve d'hydrolyse

I.2.1. Chauffe-eau

L'hydrolyse comporte 2 modes de cuisson :

- la gélification : cuisson pendant 30mn à 75°C
- l'hydrolyse proprement dite : cuisson pendant 72 h à 50°C.

Pour ce faire, nous utilisons un chauffe-eau de 200 Watts avec un thermostat. Avec ce thermostat nous pouvons maintenir la température à notre vouloir.

Pour le passage de la température de gélification à la température d'hydrolyse, le thermostat est réglé à 50°C, puis une circulation d'eau froide est appliquée entre la cuve intérieure et la cuve extérieure pour accélérer l'obtention de la température 50°C.

I.2.2. Agitateur

L'hydrolyse nécessite une agitation. Nous avons optimisé dans la partie expérimentale une agitation optimale de 250 rotations par minute.

A l'échelle pilote, on essaie d'utiliser en couple-moteur. On fixe ce couple-moteur sur le fond inférieur de la cuve.

I.2.3. Vannes

On utilise 2 vannes : vanne pour l'alimentation en substrat et vanne pour la vidange.

II. CONCEPTION DU FERMENTEUR

II.1. Dimensionnement de la cuve de fermentation

La cuve de fermentation a la même dimension que la cuve d'hydrolyse. Elle est composée de 2 cuves coaxiales :

- la cuve intérieure qui contient la charge
- la cuve extérieure pour la circulation d'eau de refroidissement

Le volume de la partie cylindrique de la cuve intérieure est $V_m = 700$.

La hauteur et le diamètre de la cuve extérieure sont respectivement $H = 28,14$ cm et $D = 56,28$ cm tandis que pour la cuve intérieure $H' = 22,4$ cm et $D' = 64,28$ cm.

Le schéma du fermenteur est représenté dans la page suivante.

II.2. Accessoires de la cuve de fermentation

La cuve de fermentation n'exige que 2 vannes : Vanne pour le chargement et vanne pour la vidange.

Dans la partie expérimentale, nous avons dit que l'agitation est nécessaire mais à l'échelle pilote nous ne devons pas utiliser un moteur car l'agitation est assurée par le dégagement du gaz carbonique pendant la fermentation.

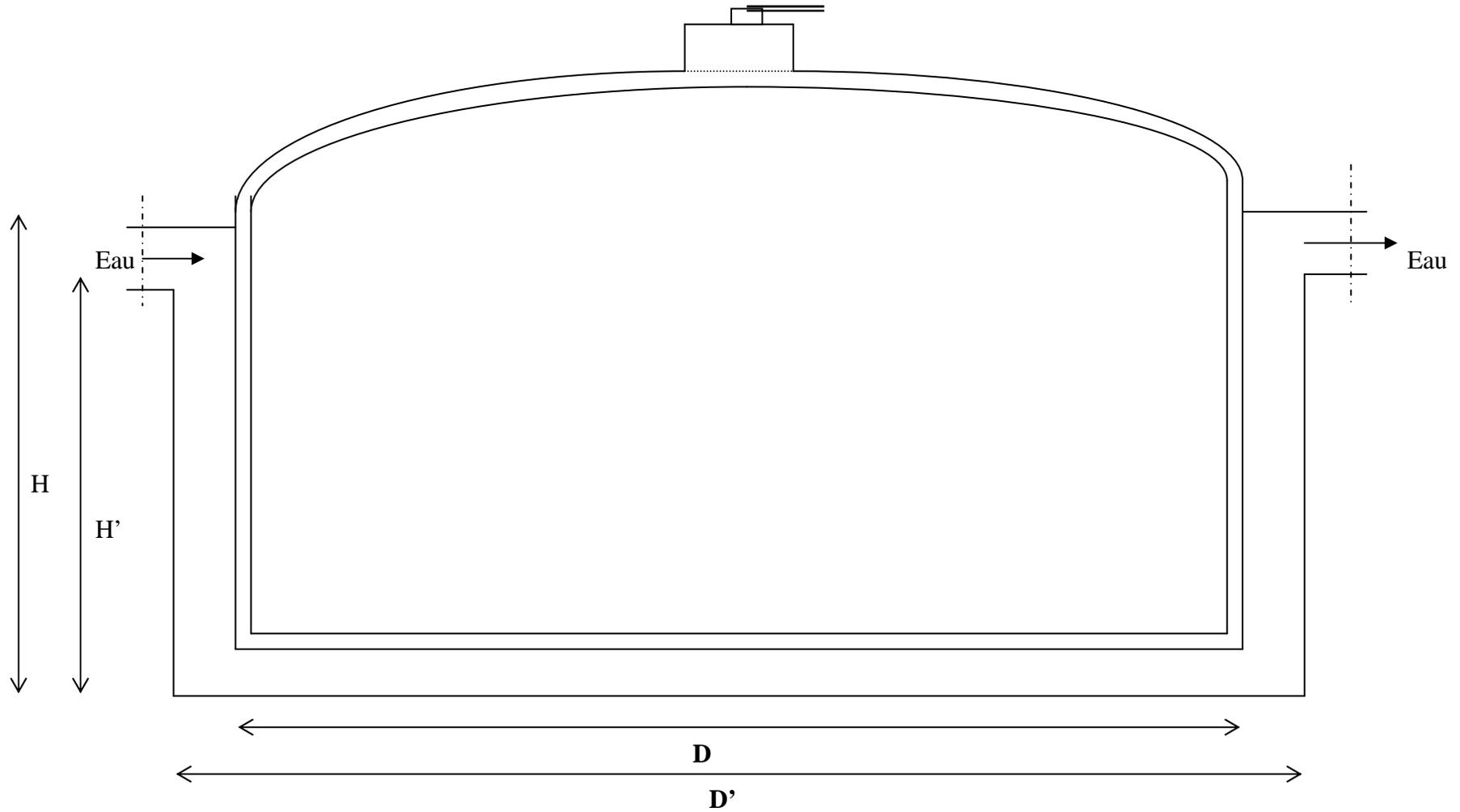


Figure N° 14 : CUVE DE FERMENTATION

III. LES COÛTS DE CONSTRUCTION DE L'UNITE

Pour la construction de la cuve d'hydrolyse et de la cuve de fermentation, les dépenses en matériaux sont principalement la tôlerie et les accessoires diverses pour maintenir toutes les conditions d'hydrolyse optimales

Le tableau ci-après donne un résumé des achats et de leur montant.

DESIGNATION	DESTINATION	QUANTITE	MONTANT
TPN 30 / 10	- Cuve intérieure de la cuve d'hydrolyse et de fermentation	02 feuilles	295.000 Fmg
TPN 20 / 10	- Cuve extérieure de la cuve d'hydrolyse et de fermentation	02 feuilles	310.000 Fmg
- Moteur	- Agitation	01	1.200.000 Fmg
- Chauffe-eau	-Cuisson de la charge contenue dans la cuve d'hydrolyse	02	300.000 Fmg
- Thermostat	-Réglage de la température au sein de la cuve d'hydrolyse	01	100.000 Fmg
- Electrodes	- Soudures des pièces	02 boîtes de 5kg	80.000 Fmg
- Cornière de 25	- Support de la cuve	02	80.000 Fmg
- Peinture	- Peinture des pièces	02 kg	60.000 Fmg
- Divers : boulons, vis, vanne			100.000 Fmg

Tableau N° 20 : Les coûts de construction d'une cuve d'hydrolyse et d'une cuve de fermentation

Le coût de la manutention qui est facturé à 400.000 Fmg constitue aussi les dépenses. Il comprend le découpage, l'assemblage, le réglage et le montage des pièces, ainsi que les énergies nécessaires à la fabrication et aussi les dépenses imprévues pendant la construction.

Au total, le coût de construction de la cuve

Matériaux	2.525.000
Manutention	<u>400.000</u>
	2.925.000

IV. LES COÛTS D'EXPLOITATION

IV .1. Durée d'un traitement

Ce temps, nécessaire pour l'hydrolyse est de 3 jours tandis que pour la fermentation il est de 6 jours.

Au total la durée minimale d'un traitement est de 9 jours.

IV .2. Consommation en eau de refroidissement

Pour l'hydrolyse, le passage de la température de 75°C à 50°C nécessite une circulation d'eau froide pendant 10 mn

Fixons le débit d'eau à $Db = 6l / mn$

D'où la quantité d'eau nécessaire est

$$V_e = Db \times \text{temps} = 6 \times 10 = 60 \text{ l}$$

Pour la fermentation, on a besoin d'eau de refroidissement pour maintenir la température au sein de la masse au dessous de 30 ° C.

La fermentation dure 6 jours mais l'accroissement de la température n'est pas significatif qu'au troisième jours. D'où la circulation n'est pas appliquée qu'en trois jours de fermentation.

Pour réduire la quantité d'eau nécessaire pour la fermentation on fait un recyclage d'eau de fermentation

Nous fixons à 10 mn la durée d'un cycle d'eau

$$V_{\text{eau}} (\text{un cycle}) = 10 \times 10 = 100 \text{ l}$$

Pour un traitement le volume d'eau nécessaire est donc de

$$60 \text{ l} + 100 \text{ l} = 160 \text{ l} = 0,160\text{m}^3$$

Si on utilise l'eau du JIRAMA, le prix est de
D'où le prix de l'eau de refroidissement est de

IV .3. Consommation en électricité

La dépense en électricité est constituée par le moteur pour l'agitation et le chauffe-eau par la cuisson.

Pour l'agitation nous utilisons un moteur dont sa puissance maximale absorbée est de 0,5.

D'après la table indiquant le courant minimal absorbé par un moteur (Annexe), cette puissance nominale est 0,37 KW.

Pour la cuisson, on utilise un chauffe-eau de 2 KW

La durée d'hydrolyse est de 72 heures.

Donc le besoin en courant est :

$$(0,37 + 2) \times 72 = 170,64 \text{ KWh}$$

Le prix d' 1 KWh est de 755Fmg.

D'où le facture de la JIRAMA s'élève à :

$$170,64 \times 755 = 122.833 \text{ Fmg}$$

IV .4. Prix de la matière première

Pour remplir le $\frac{3}{4}$ de la cuve d'hydrolyse, la quantité de manioc nécessaire est de 5,5Kg tandis que la quantité de paddy est de 1,125 Kg.

Si nous estimons à 1 500 Fmg le kilo de manioc et 1 500 Fmg le kilo de paddy, le prix de la matière première s'élève à 9 950 Fmg.

IV .5. Charge salariale du personnel

Pour faire fonctionner l'unité, un ouvrier seulement suffit.

Le salaire mensuel de cet ouvrier est de 250.000 Fmg

Pour un traitement, ce salaire revient à 83.000 Fmg

IV .6. Résumé des coûts d'exploitation

Si on regroupe les coûts d'exploitation d'un traitement, on obtient :

• Consommation en électricité	128 833 Fmg
• Consommation en eau et refroidissement	360 Fmg
• Prix de la matière première	9 950 Fmg
• Charge salariale du personnel	83 000 Fmg
TOTAL	222 143 Fmg

IV .7. Prix du vin obtenu

En remplissant le $\frac{3}{4}$ du volume de la cuve, nous pouvons obtenir 40 litres de vin de fermentation. Avec un coût d'exploitation de 222 143 Fmg, le prix du litre du vin est de 5553,57 Fmg. C'est la consommation en électricité pendant l'hydrolyse fait croître ce coût d'exploitation. Donc pour abaisser le prix du vin, il faut remplacer l'électricité par d'autres sources d'énergie.

CONCLUSION GENERALE

Ce travail nous a permis de montrer que l'hydrolyse suivie de la fermentation est l'étape fondamentale pour la fabrication de l'alcool éthylique.

Premièrement, nous avons étudié au laboratoire la production du substrat majeur de la fermentation alcoolique : le glucose. Selon la méthode d'hydrolyse enzymatique par le maltage, on a obtenu un rendement maximal de conversion de la fécule de 99,39% avec les conditions suivantes : la concentration optimale en substrat 124 g / l ; le pH du milieu réactionnel 4,5 ; la température 50°C et la vitesse d'agitation 250 rpm.

Ensuite nous avons passé à la fermentation des sucres réducteurs obtenus par la levure *Saccharomyces cerevisiae* sous forme commercialisée. Après 7 jours de fermentation, nous avons obtenu le vin de fermentation dont son degré alcoolique est de 8,90° . La concentration en sucre résiduel de ce vin de fermentation est de 22,9 g / l.

Finalement, nous avons conçu une cuve d'hydrolyse et une cuve de fermentation alcoolique à l'échelle pilote. Le coût de construction de ces deux cuves est de 2 925 000 Fmg tandis que le coût d'une exploitation s'élève à 222 143 Fmg. Le prix du litre du vin est estimé à 5554 Fmg. Ce prix est un peu abordable mais pour avoir un prix plus rentable, le remplacement de l'électricité utilisée pendant l'hydrolyse par d'autres sources d'énergies est nécessaire.

BIBLIOGRAPHIE

- 1- A. MOURANCHE, C. COSTES , Hydrolyse et Dépolymérase. Enzyme d'intérêt industriel. Gauthier. Villars, Septembre 1985
- 2- ANDRIANANTENAINA F. N., Contribution à la valorisation des tubercules de patate douce par fermentation alcoolique. Mémoire DEA. Faculté des Sciences. Université d'Antananarivo, 1997
- 3- ANDRIANARISON Tinaina, Contribution à la valorisation des ressources naturelles malgaches, Fermentation alcoolique du manioc, Variété *Madarasy*
- 4- ANDRIANARY Philippe, Cours de catalyse 4^{ème} Année Génie Chimique. Département Génie chimique. ESPA, 1999 – 2000
- 5- ANONYME, Annuaire des statistiques agricoles. Service de la méthodologie et du traitement des informations statistiques. MEADR, 1993
- 6- APRIA, Microbiologie et Industrie Alimentaire. Paris. Annales du Congrès International. Octobre 1979
- 7- BISOA VICTOR, Contribution à l'hydrolyse enzymatique de l'amidon de riz par la méthode de maltage. Mémoire de DEA. Faculté des Sciences. Université d'Antananarivo, 1997
- 8- B. PAVLOV, A. TEREENTIEV, Chimie organique. Edition MIR, 1977
- 9- CHEFTEL, Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Volume 1. Lavoisier. Technique et Documentation, 1977
- 10- COST et SILVESTRE, Manuel pratique de la culture de manioc. Paris. Maisonneuve et Larose, 1987
- 11- COURTS et FRITZ, Le manioc. Institut de recherche agronomique de Madagascar. Document N° 1. Janvier 1960
- 12- DELANDED, MAILLARD C., MAISONDIEU D., Vin : de l'analyse à l'élaboration. Paris. Technique de documentation, 1990
- 13- DURAND C. J., Du canne au sucre. Volume 1. Paris, 1982
- 14- FAO, Utilisation des aliments tropicaux : racines et tubercules. Rome : ONU, 1990
- 15- G. GOUTOULY, Génie enzymatique. Masson, Juin 1991
- 16- HEILBRON, Dictionary of Organic Compounds. Volume 3, 4^{ème} Edition
- 17- J. C. FAVIER, Valeur alimentaire de deux aliments de base africains : le manioc et le sorgho. ORSTOM. Paris, 1977

- 18- J. MUNCHNIK, D. VINCK, La transformation du manioc : technologie autochtone. ACCT. Presse universitaire de France, 1984
- 19- J. P. LARPENT, Biotechnologie des levures. Masson. Paris 1991
- 20- LELOUP, COLONNA, BULEON, Les transformations enzymatiques des glucides. APPRIA JNRA. Technique et Documentation. Lavoisier, 1991
- 21- LEVEAU, Cours de biotechnologie. 5^{ème} Edition
- 22- M. ANDRIAMAHEFA, J. H., Contribution à l'étude de glucose à partir de maïs. Mémoire d'Ingénieur. Département Génie Chimique. ESPA, 1993
- 23- MARILLER C., Distillerie Agricole et Industrielle – Levurerie. Librairie JB. Baillière et Fils. Paris, 1951
- 24- M. P. GRACE, Traitement du manioc. Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture. Rome, 1956
- 25- MOHAMED, Intérêt des techniques enzymatiques dans la production de sirop de glucose et sirop de fructose
- 26- P. SILVESTRE et M. ARRAUDEAU, Le manioc. ACCT. Edition Maisonneuve et Larose. Février 1983
- 27- RAKOTOSAONA Rijalalaina et ANDRIANONINTSOA Tolojanahary, Etude amylicées. Hydrolyse et Fermentation. Fabrication des Boissons alcoolisées. Mémoire de fin d'études. Département Génie Chimique. ESPA, 1999
- 28- RANDRIAMAHEFA Rausmann, Etude des paramètres physico-chimiques sur l'hydrolyse enzymatique de l'amidon. Mémoire DEA. Faculté des Sciences. Université d'Antananarivo, 2000
- 29- RATALATA Pascal, Contribution à l'étude de la biomasse. Filière Manioc. Ethanol. Thèse de doctorat de 3^{ème} Cycle. Université d'Antananarivo, 1989
- 30- RENE SCRIBAN, Biotechnologie. 4^{ème} Edition. Technique et Documentation. Lavoisier. Avril 1993
- 31- RIVOLALA BEZAKA, Essai d'hydrolyse enzymatique de la fécule de manioc en vue de l'obtention de sirop de glucose. Mémoire IAA. ESSA, 1995
- 32- SINAGRA P., Production de sirop de sucre. 1978
- 33- SECALINE, Situation Alimentaire et Nutritionnelle à Madagascar. Stratégie Nationale de Sécurité Alimentaire et Nutrition. 1997
- 34- VENE JEAN, LECORVAISER Hyacinthe, La bière et la brasserie. Presse universitaire de Paris. Paris 1967

Auteur _____ : PHARLIN Solofoandrianiaina

Titre _____ : " **Études des conditions d'obtention de vin de fermentation – Conception d'une cuve d'hydrolyse et d'une cuve de fermentation** "

Nombres de pages _____ : 66

Nombres de figures _____ : 14

Nombres de tableaux _____ : 20

RESUME

Dans ce mémoire, nous avons effectué une étude des conditions d'obtention de vin de fermentation et une conception d'une cuve d'hydrolyse et d'une cuve de fermentation.

Nous avons fait différentes expériences à l'échelle laboratoire après une étude bibliographique de fabrication.

Durant les expériences, nous avons pu déterminer les différents paramètres optimaux de fabrication.

Nous avons obtenu le vin de fermentation dont le degré alcoolique est de 8,90°.

Nous avons conçu un hydrolyseur et un fermenteur à l'échelle pilote. Du point de vue économique, l'installation de ces deux cuves sont rentables. Mais pour réduire le coût du vin obtenu, une étude sur l'énergie utilisée pendant l'hydrolyse est nécessaire.

Mots clés _____ : Hydrolyse, fermentation, vin, enzyme

Encadreur _____ : ANDRIANARY PHILIPPE

Adresse de l'auteur _____ : Logement Hôpital Manjakandriana 116