

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
PRESENTATION DE L'ENTREPRISE	2
CHAPITRE 1 :	
LA LEVURE SACCHAROMYCES CEREVISIAE	
ET	
SA CHAINE DE PRODUCTION	6
I. LA LEVURE SACCHAROMYCES CEREVISIAE	7
II. LA CHAINE DE PRODUCTION	10
CHAPITRE 2 :	
LA MELASSE, CIRCUIT GENERAL ET CLARIFICATION	15
I. LA MELASSE	16
II. CIRCUIT DE LA MELASSE ET CLARIFICATION.....	18
CHAPITRE 3 :	
MATERIELS, METHODES ET RESULTATS	21
I. OBJECTIFS DE L'ETUDE	22
II.MATERIELS ET METHODES.....	22
CHAPITRE 4 :	
ELABORATION DU TEST D'HYPOTHESE ET DISCUSSIONS	39
I. TEST D'HYPOTHESE SUR LA MOYENNE DES RENDEMENTS	40
II. DISCUSSIONS.....	42
CONCLUSION	47
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	48
ANNEXES	49

LISTE DES TABLEAUX

Tableau1. Culture en Fed batch.....	12
Tableau 2. Besoins nutritifs en masse de la levure pour 1Kg de glucose dans le milieu.....	16
Tableau 3. Composition types de mélasse de canne et de betterave en pourcentage Massique de matières sèches totales.....	17
Tableau 4. Résultats obtenus sur les échantillons moyens après la 1 ^{ère} méthode.....	24
Tableau 5. Résultats des calculs des critères du test de SHAPIRO et WILK.....	26
Tableau 6. Test d'homogénéité des variances de la 1 ^{ère} méthode.....	27
Tableau 7. Test de GRUBBS simple de la 1 ^{ère} méthode.....	28
Tableau 8. Calculs de la répétabilité de la 1 ^{ère} méthode.....	29
Tableau 9. Test de COCHRAN de la 2 ^{ème} méthode.....	30
Tableau 10. Test de GRUBBS de la 2 ^{ème} méthode.....	30
Tableau 11. Calculs de la répétabilité de la 2 ^{ème} méthode.....	31
Tableau 12. Résultats de l'évaluation du rendement de la 2 ^{ème} méthode.....	32
Tableau 13. Relevés d'évaluation du rendement de la 3 ^{ème} méthode.....	34
Tableau 14. Test de COCHRAN 3 ^{ème} méthode.....	35
Tableau 15.1 ^{ère} série suspecte croissante de variance aberrante.....	35
Tableau 16.1 ^{ère} série suspecte après élimination de la 1 ^{ère} valeur aberrante.....	36
Tableau 17.1 ^{ère} série suspecte après élimination de la 2 ^{ème} valeur aberrante.....	36
Tableau 18. Relevés finaux de la 3 ^{ème} méthode après test d'aberration de la 1 ^{ère} série.....	37
Tableau 19. Homogénéité des variances du relevé final de la 3 ^{ème} méthode.....	37
Tableau 20. GRUBBS simple de la 3 ^{ème} méthode.....	37
Tableau 21. Calculs des critères de répétabilité de la 3 ^{ème} méthode.....	38
Tableau 22. Comparaison des Cv des 3 méthodes.....	38
Tableau 23. Relevés de rendements sur 31 individus en fonctions du pH et du débit.....	41

LISTE DES FIGURES

Figure 1. Organigramme de l'entreprise LESAFFRE-MAROC.....	3
Figure 2. Schéma d'une cellule de levure boulangère.....	7
Figure 3. Les modes de reproduction de la levure.....	9
Figure 4. La chaîne de production de levure de LESAFFRE-MAROC.....	11
Figure 5. Filtre sous vide à tambour rotatif.....	13
Figure 6. Circuit de la mélasse de LESAFFRE-MAROC.....	18
Figure 7. Clarificateur autodébourbeur de mélasse.....	19
Figure 8. Schéma optimisé d'un bassin de sédimentation des boues de mélasse.....	46

LISTE DES GRAPHES

Graphe 1. Effectifs observés et théoriques.....	25
Graphe 2. Histogramme.....	25
Graphe 3. Corrélation Rendement-pH.....	43
Graphe 4. Corrélation Rendement-Débit.....	44

Introduction

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

Toutefois cette importance ne saurait éclipser celle de la mélasse, principale source de carbone de la levure et dont l'une de ses étapes déterminantes lors de sa production industrielle reste et demeure la clarification. Fort de cette importance et dans ce contexte assez exigeant, le sujet : « *EVALUATION STATISTIQUE DU RENDEMENT DE LA CLARIFICATION DE MELASSE* » m'a été proposé. Ceci dans le but de :

-trouver un mode opératoire de mesure du rendement afin de prendre une décision sur l'aptitude de ce système de mesure à assurer sa fonction d'évaluation au regard des exigences expérimentales.

-déterminer la quantité de boues (colloïdes toxiques à la multiplication de la levure) contenue dans la mélasse à l'entrée et à la sortie du clarificateur de mélasse.

-confirmer ou infirmer si le rendement du clarificateur est inférieur à 50%

(Objectif de l'étude), conclusion scientifique devant servir de base à une éventuelle optimisation de la clarification, assurant le passage directement aux plans d'expériences, lesquels pour la période de stage choisie pourraient empiéter sur les exigences quantitatives de production.

-envisager des solutions dans le cas affirmatif en vue de réduire l'effet de l'inhibition du substrat et au final améliorer la récolte des fermenteurs.

Cependant le bon sens exige de présenter avant tout développement, le lieu de travail qu'est LESAFFE-MAROC. Après s'être imprégné de son domaine d'activité et son organisation, nous serons à même d'avoir des notions sur la levure et le descriptif de sa chaîne de production. Armés de ce savoir, il sera plus facile de prendre connaissance du sujet objet de notre étude, de son contexte et sa problématique, la méthodologie de travail et du matériel utilisé, des résultats et discussions afin d'en ressortir une conclusion.

Présentation de l'Entreprise

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

a. Historique du groupe

L'histoire raconte qu'en **1853** deux frères Louis Lesaffre-Roussel et Louis Bonduelle-Dalle créent une distillerie d'alcool de grains et de genièvre à Marquette-lez-Lille. Un premier moulin est acquis en **1863** à Marcq-en-Barœul. Mais l'industrie de la levure démarre réellement en Autriche en **1867** avec le procédé **Mautner**. Ce procédé empirique consistait à préparer un moût de grains, de telle sorte que le dégagement gazeux entraînait la levure à la surface où elle était recueillie. Lorsqu'en **1871**, le baron autrichien Max de Springer, propriétaire à Maisons-Alfort près de Paris d'une très belle distillerie, rapporte de chez Mautner [2], à Vienne, l'idée d'extraire la levure des moûts de fermentation des grains et de la vendre aux boulanger ; Lesaffre & Bonduelle décident à leur tour en **1873** de développer la fabrication de levure fraîche à Marcq-en-Barœul, à la place de l'ancien moulin. Mais contre toute attente en **1901**, les familles Lesaffre et Bonduelle décident de poursuivre séparément leurs activités. L'entreprise est partagée en 3 branches :

- Lesaffre & Cie (alcool et levure)
- Lesaffre Frères (sucrerie et distillerie).
- Bonduelle est aujourd'hui un acteur reconnu sur le marché du légume.

Mais en **1910**, l'usine de Marcq-en-Barœul subit un grand incendie qui la détruit totalement, elle est reconstruite. **1923** avec la crise de l'alcool de grains, l'Etat français décide brutalement d'augmenter les prix, rendant sa production économiquement impossible. Une nouvelle matière première pour la levure sera trouvée, la **mélasse**, moyennant quelques aménagements techniques. De **1939-1945** lors de la seconde guerre mondiale, Lesaffre met au point des produits à base de levure destinés à atténuer la pénurie alimentaire : production de la première levure sèche active. L'envolée vers l'international aura lieu entre 1963 et 2000 dont une implantation au Maroc.

b. Lesaffre-Maroc

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

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

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

c. Produits et marques de référence

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

-La **SPI**: levure sèche instantanée.

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

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

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

d. Organigramme de l'entreprise

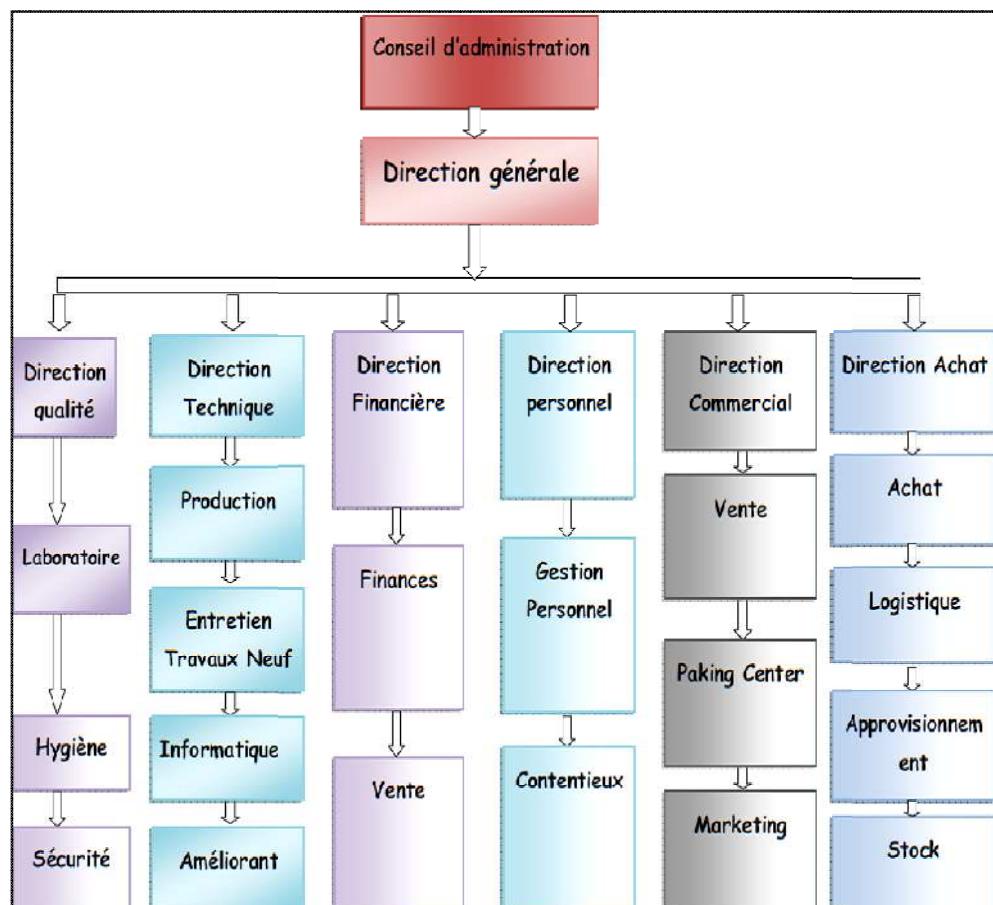


Figure.1 organigramme de l'entreprise LESAFFRE-MAROC

e. Présentation du service en charge du stage

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

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

- Aspects et caractères organoleptiques :

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

- Composition biochimique :

Le contrôle porte sur le taux :

- ✓ de matières sèches par pesée et séchage à l'étuve,
- ✓ d'azote par la méthode de Kjeldhal pour évaluer la teneur en protéines de la crème (voir la 1ère partie) au produit fini,
- ✓ du phosphore par spectrométrie.

- Activité fermentaire

L'aptitude à fermenter la pâte à pain est vérifiée sur chaque lot. Différentes méthodes sont utilisées permettant de mesurer la vitesse du dégagement de gaz carbonique sur des pâtons à base de farine de blé auxquels sont ajoutés les principaux ingrédients rencontrés dans les formules de panification à savoir :

- ✓ chlorure de sodium,
- ✓ sucre,
- ✓ sels d'acides faibles.

Les plus répandues utilisent le **fermentomètre de Burrows et Harrison**, qui permet douze mesures simultanées sur des pâtons à base de 20 g de farine, le **Risograph** matériel proche du fermentomètre qui permet l'enregistrement des volumes gazeux en fonction du temps sur douze réacteurs contenant 100 g de pâte, le **fermentographe SJA**, le **rhéofermentomètre de Chopin** [2]. Ces deux derniers appareils, qui permettent de travailler sur des pâtons de 250 à 400 g, sont plus proches de la panification mais plus lourds à mettre en œuvre en routine.

- Bonne aptitude à la conservation

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

Chapitre 1 : **La levure *Saccharomyces Cerevisiae*** Et **Sa Chaîne de Production**

I. La levure *Saccharomyces Cerevisiae*

I.1. Principales caractéristiques

La levure de boulangerie est un champignon unicellulaire, de la classe des Ascomycètes (présence de sacs renfermant des spores), du genre *Saccharomyces* (le nom réfère à son affinité pour le sucre) et de l'espèce *Cerevisiae* (le nom évoquant celui de cervoise, jadis donné à la bière) [3] ; le nom *Saccharomyces Cerevisiae* a été donné à la levure de bière en 1838 par Meyer [2]. Au microscope optique, elle a une forme ovoïde, de 4 à 10 µm de diamètre. Un gramme de levure pressée contient 8 à 10 milliards de cellules. Sur une coupe observée en microscopie électronique, on distingue comme le montre la figure ci-dessous les différentes parties de la levure :

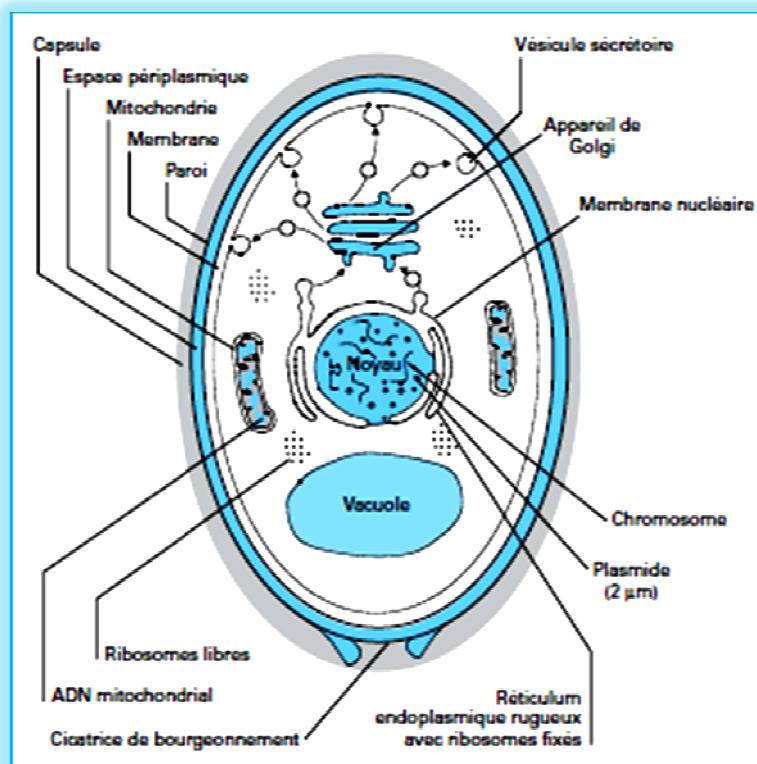


Figure 2.Schéma d'une cellule de levure de boulangerie

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

I.2. Composition chimique

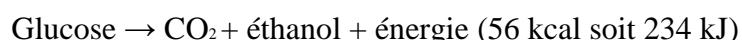
La composition de la levure dépend de ses caractéristiques et de ses conditions de conservation (Annexes1.). Les protéines, avec une forte proportion d'enzymes, sont l'image d'une activité métabolique potentiellement importante et d'un pouvoir fermentatif élevé. La paroi cellulaire, d'une épaisseur de 70 +/- 10 nm, représente 15 à 18 % des matières sèches cellulaires.

Les glucides sont principalement des glycanes et des mannanes constitutifs de la paroi, du glycogène (macromolécule de réserve utilisée en cas de longue carence en éléments nutritifs) et du tréhalose (disaccharide mobilisé préférentiellement en cas de carence courte). Les lipides tels que les lipoprotéines et les phospholipides qui constituent la membrane cytoplasmique sont d'une importance capitale dans le maintien de ses propriétés au cours des différents procédés de séchage pour les levures sèches actives. Le phosphore, un des nombreux minéraux, est impliqué dans la constitution des acides nucléiques, des membranes et des molécules à fort potentiel énergétique [3].

I.3. Métabolisme

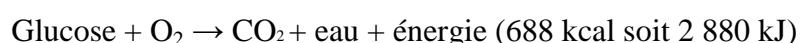
La levure de boulangerie appartient à un groupe relativement mineur de levures : les levures aérobies facultatives et fermentaires, capables d'utiliser le glucose en présence ou en absence d'oxygène et de fermenter le glucose même en présence d'air. La levure tire son énergie du glucose. Lors de l'oxydation du glucose, deux cas de figures peuvent apparaître selon que l'on est en présence ou en absence d'oxygène. Les quantités d'énergie libérées sont alors différentes.

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



Cette voie métabolique, appelée glycolyse, fait intervenir pas moins de 12 enzymes, qui constituent de 30 à 65 % des protéines cytosoliques selon les cas. On estime que 95 % du glucose est transformé en CO₂ plus alcool et que 5 % aboutit à des produits de fermentations secondaires : glycérol, acides organiques, aldéhydes, esters, alcools supérieurs, etc. L'ensemble de ces réactions est la base de la fermentation panaire : le gaz carbonique provoque la levée de la pâte tandis que les métabolites secondaires contribuent à la création du goût et de l'arôme du pain.

En **aérobiose**, l'oxydation du glucose est complète :



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

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

I.4. Mode de reproduction

Elle a 2 modes : par bourgeonnement et une reproduction sexuée lorsqu'il y a carence en nutriments et en présence d'acétate. (Figure 3.)

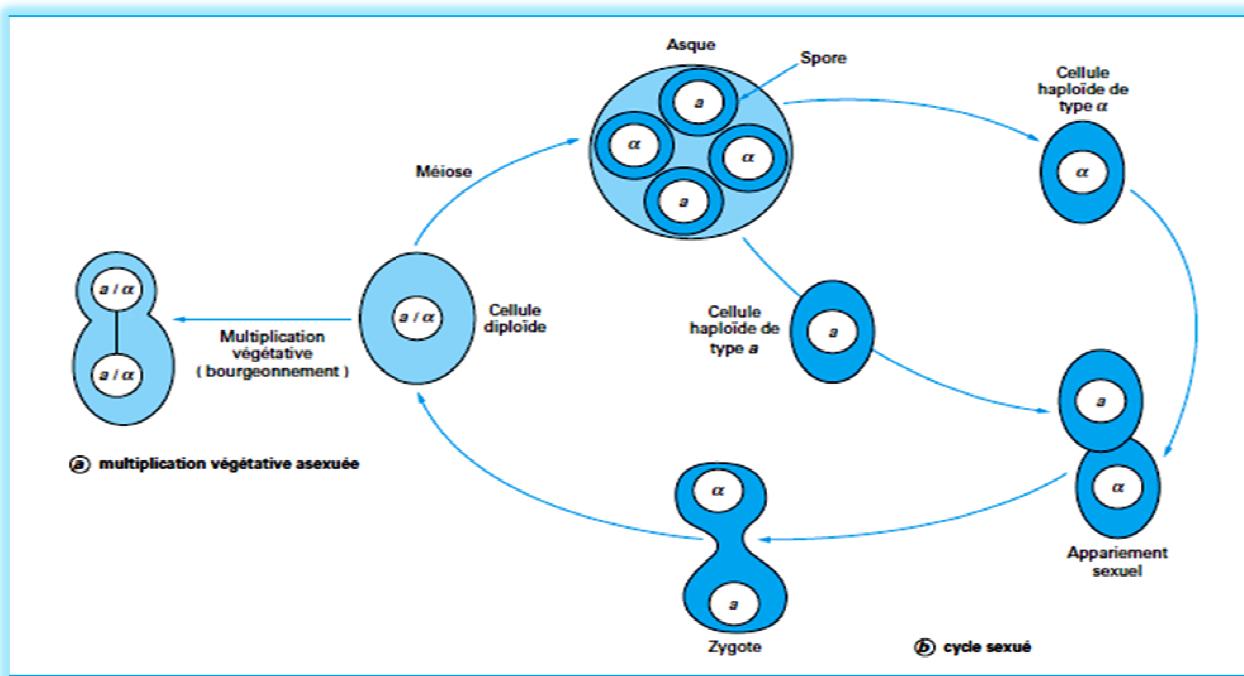


Figure 3. Les Modes de reproduction d'une levure

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

Ces différentes souches s'adaptent donc à différentes chaînes de production dont celle de LESAFFRE-MAROC.

II. La chaîne de production

L'objectif des fabricants de levures est de produire un nombre important de levures capable de garder leur aptitude à fermenter pendant un minimum de 4 semaines dans des conditions de stockage de 4°C. Une composition type du milieu de fabrication a été donnée dans le brevet de plomb [4] et repris dans le tableau 2. Les levures se multiplient par bourgeonnement, en fermentation aérobie avec un temps de dédoublement de 1h30min. Les étapes de fabrication sont sur la figure 4. Et subdivisées comme suit :

- ✓ Phase laboratoire
- ✓ Phase de préfermentation
- ✓ Phase de fermentation
- ✓ Phase de séparation par centrifugation
- ✓ Phase de filtration sous vide
- ✓ Phase de conditionnement

II.1. La phase laboratoire

Ses étapes effectuées dans des conditions stériles sont appelées cultures pures [3].

2 souches sont réceptionnées chaque mois par LESAFFRE-MAROC, une pour la levure fraîche et l'autre pour la sèche dans des tubes conservées à 4°C. Ces dernières sont régénérées dans 4 tubes (2 pour chacune) dans un milieu gélosé contenant du saccharose et incubées à 30°C pendant 48H puis conservés à 4°C. De là, des prises sont faites pour être cultivées dans des petits cônes de 250 mL(Van Lear) en milieu liquide et incubées à 30°C pendant 12 à 18H.Puis on fait passer pour la suite de la culture dans de grands cônes(Carlsberg) et dans des cuves de 800L dans des conditions semi-aérobies.

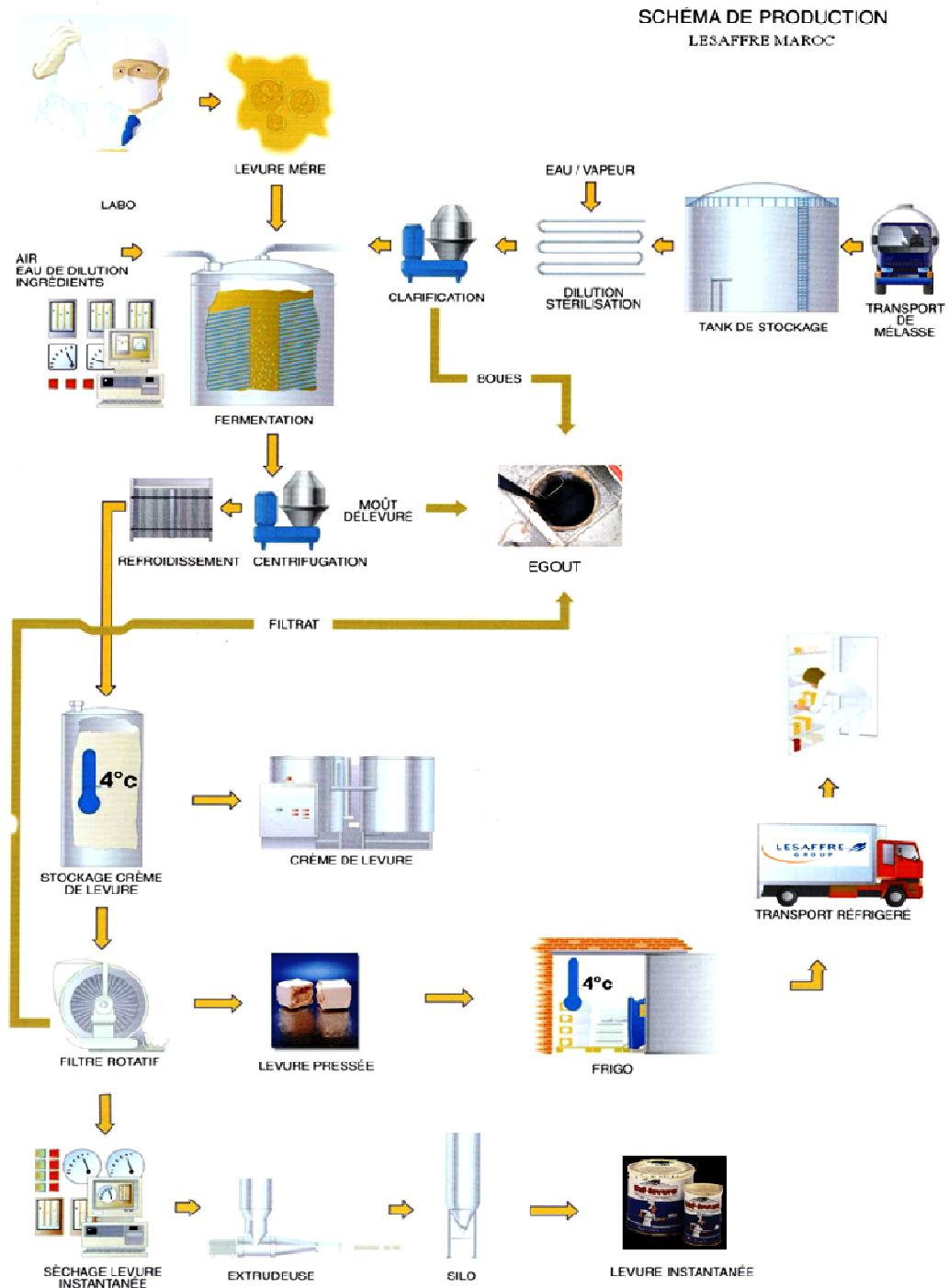


Figure.4 : La chaîne de production de la levure à
LESAFFRE-MAROC

II.2. La préfermentation

Une récolte de 500 g environ (exprimée en levure à 30 % de matières sèches) provenant des cuves de 800L sera suffisante pourensemencer un premier fermenteur industriel de 8 à 10 m³ dit préfermenteur. Conduite en batch, à pH (4-6), avec une faible aération, la mélasse lui sert de substrat. Il faut une vingtaine d'heures pour obtenir environ 200 kg de levure (soit un taux d'enrichissement de 400 fois) qui serviront à l'ensemencement de la cuve de première génération industrielle (G1) ou levure-mère.

II.3. La fermentation

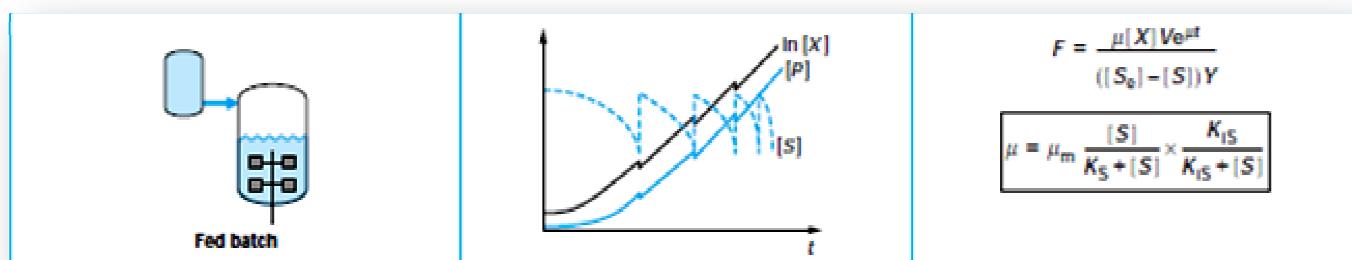
Bien que le terme fermentation soit un abus de langage car, il concerne la respiration anaérobiose selon Pasteur, il est par extension utilisé par le monde industriel pour désigner l'opération unitaire qui va permettre de réaliser les cultures cellulaires et d'effectuer les réactions de bioconversion,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

Dans le cadre de LESAFFRE-MAROC, elle se fait en Fed batch.

C'est une culture en alimentation programmée avec un apport progressif du substrat pour tenir compte de « L'effet Crabtree ».

En effet comme on peut le voir dans le tableau.1, le débit d'alimentation dans la formule notée F augmente de façon exponentielle en fonction du temps, ce qui explique l'augmentation exponentielle du nombre de microorganismes.

Tableau.1: culture en Fed batch [6]



μ	vitesse spécifique de croissance (h^{-1})
μ_m	vitesse spécifique de croissance maximale (h^{-1})
$[S]$	concentration en substrat ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
K_s	constante d'inhibition par insuffisance de substrat ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
K_{IP}	constante d'inhibition par le produit ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
$[P]$	concentration en produit ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
$[X]$	concentration en biomasse ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
V	volume de milieu (L)
K_{IS}	constante d'inhibition par le substrat ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)

D	taux de dilution (h^{-1})
(\dot{S})	concentration en substrat à l'équilibre ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
(\dot{X})	concentration en biomasse à l'équilibre ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
S_0	concentration en substrat à l'entrée ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
Y	rendement en biomasse par rapport au substrat ($\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)
ω	taux de recyclage
F	débit d'entrée ($\text{L} \cdot \text{h}^{-1}$)
F_c	débit de sortie de substrat utilisé et débarrassé des micro-organismes ($\text{L} \cdot \text{h}^{-1}$)
SEP	séparateur. Le milieu est séparé en biomasse concentrée et débarrassé des micro-organismes. Ce dernier sort avec le débit F_c .

La formule du taux de croissance μ dans le tableau 1 révèle le facteur K_{IS} d'inhibition par le substrat. Ce facteur va dépendre du pourcentage de toxiques contenus essentiellement dans la mélasse donc dans les boues de clarification. Par conséquent, un bon rendement de clarification permettra de diminuer le facteur K_{IS} , partant augmenter le taux de croissance. D'où notre souci d'évaluer ce rendement au cours de notre étude subséquente. D'autres paramètres à suivre sont la température ($32\text{--}34^\circ\text{C}$), le pH (4,5-5), le quotient respiratoire ($RQ=Q_{\text{CO}_2}/Q_{\text{O}_2}=1$), la mousse et le volume d'air soufflé (1,5 fois celui du liquide).

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

II.4. La séparation par centrifugation

On a 2 cycles de séparation :

La 1^{ère} permet de faire passer après séparation, la crème issue de la levure mère dans une cuve d'acidification pour lutter contre la flore indésirable,

Une 2^{ème} concerne les levures commerciales, elles sont après séparation refroidies, stockées à 4°C . La crème obtenue a une faible teneur en matières sèches (18 à 20%) d'où la nécessité d'aspirer son eau sur filtre afin d'atteindre 30 à 33% de matières sèches.

II.5. La filtration

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

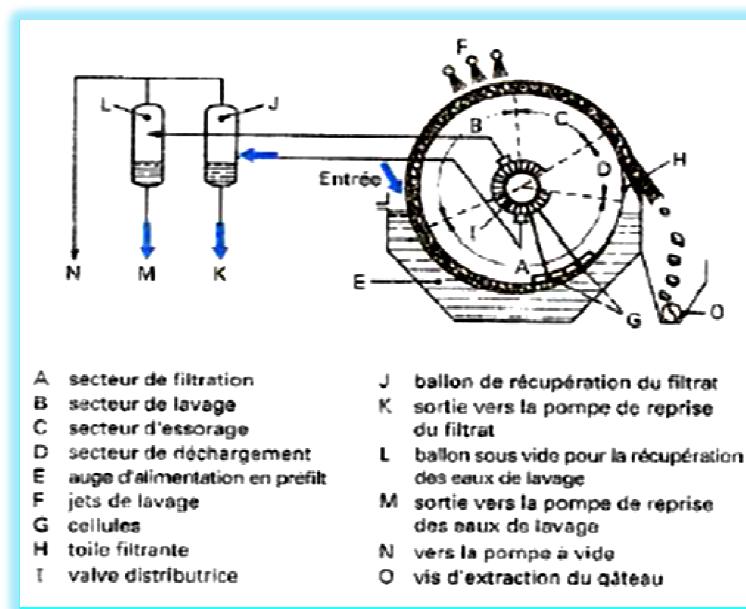


Figure 5.Filtre sous vide à tambour rotatif

➤ Principe de fonctionnement

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

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

II.6. Conditionnement

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

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

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

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

Chapitre 2 : La Mélasse, Circuit général et Clarification

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

I. La Mélasse

La levure est produite à partir d'un milieu bien défini et complémenté dont la composition théorique est donnée par le brevet de Plomb [4] dans le tableau.2

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

Matière première	Quantité	Matière première	Quantité
Sels minéraux		Vitamines	
K ₂ SO ₄	24 g	B1	25 mg
MgSO ₄ . 7H ₂ O	12 g	B2	1,25 mg
CaCl ₂ . 2H ₂ O	1,6 g	B5	95 mg
		B6	12 mg
Oligoéléments		Biotine	0,5 mg
Fe(NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂ . 6H ₂ O	1 025 mg	Acide p-aminobenzoïque	5,8 mg
ZnSO ₄ . 7 H ₂ O	192 mg	Acide nicotinique	40 mg
CuSO ₄ . 7H ₂ O	30 mg	Acide nicotinamide	40 mg
MnSO ₄ . H ₂ O	17 mg	Inositol	1 440 mg
H ₃ BO ₃	23 mg	Ribitol	43 mg
Na ₂ MoO ₄ . 2H ₂ O	23 mg		
KI	11 mg		

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

La mélasse est un résidu visqueux, incristallisable [7] issu du troisième jet de cristallisation de la fabrication du sucre [8].

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

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

La levure a besoin de **biotine** (vitamine H) pour sa croissance. Les mélasses de canne en sont riches (0,5 à 0,8 ppm). Dans le cas de fermentations sur mélasses de betterave ou d'autres substrats carbonés comme des hydrolysats d'amidon, cette vitamine doit être ajoutée à raison de 60 à 100 µg pour 100 g de matières sèches de levure produite [2]. Les autres vitamines sont habituellement présentes en quantités suffisantes dans les mélasses. Les vitamines B1 et B6 sont quelquefois ajoutées pour améliorer l'activité fermentative de la levure.

La composition des mélasses est variable et dépend des procédés sucriers dont elles sont issues ainsi que de la qualité des récoltes. On trouvera, dans le tableau 3, la composition type de mélasses de betterave et de canne, extraite du livre de Reed et Nagodawithana [9].

Tableau.3 composition types des mélasses de canne et betterave
(En % massique des matières sèches totales)

Matière première	Mélasse de betterave	Mélasse de canne
Sucre totaux	66,5	73,1
Saccharose	63,5	45,5
Raffinose	1,5	0
Sucre inverti	0	22,1
Autres	1,5	5,5
Composés organiques totaux	23,0	15,2
AG et PY (1)	4,0	2,4
Aminoacides	3,0	0
Bétaïne	5,5	0
Autres formes d'azote	0	3,1
Acides organiques	5,5	7,0
Pectines, etc.	5	2,7
Composés minéraux totaux	10,5	11,7
K₂O	6,0	5,3
Na₂O	1,0	0,1
CaO	0,2	0,2
MgO	0,2	1,0
Al₂O₃ ; Fe₂O₃	0,1	0
SiO₂	0,1	0
Cl	1,7	1,1
SO₂ + SO₃	0,5	2,3
P₂O₅	0,1	0,8
N₂O₅	0,4	0
Autres	0,2	0,9

(1) Acide glutamique + acide pyrrolidine carboxylique.

Cette composition sus présentée relève des pourcentages faibles (0,2-0,9%) de composés non cités relevant des rubriques autres. Ces derniers sont considérés comme des constituants indésirables (toxiques et inhibiteurs) pour la croissance, l'aspect de la levure et donc du rendement final de la fermentation. On distingue :

- ✓ L'ammonium quaternaire, les sulfites, fongicides, des minéraux en excès comme le Na⁺ provenant des techniques agricoles ou sucrières.
- ✓ Des acides gras à chaînes courtes, les cires et les graisses.
- ✓ Selon LAFAR une concentration de 6,8-9,2 mg/l de dioxyde de soufre a un effet défavorable sur l'activité fermentaire des levures [10].
- ✓ Les nitrites et le nitrates.

- ✓ Les acides organiques volatiles comme l'acide acétique, formique et butyrique qui ne doivent pas dépasser 0,1-0,3% en volume utile dans le fermenteur.
- ✓ Les substances colorantes comme le caramel, les mélanoïdines et les phénols de fer ne doivent pas dépasser 0,6% en volume utile pour limiter leurs effets sur la coloration du produit fini.
- ✓ Les colloïdes et les matières en suspension faites de composés d'adsorption comme la pectine, les substances gommeuses et la mucine.

Cet ensemble complexe de composés inhibiteurs ne sauraient être conservés dans la mélasse finale, ils sont séparés au cours de l'étape de clarification, essentielle à la pureté de la mélasse. Toutefois, la présence d'une microflore faite de bactéries lactiques, de levures sauvages exige que la mélasse passe par un prétraitement élaboré en circuit.

II. Circuit de la mélasse et clarification

Il est représenté par la figure suivante :

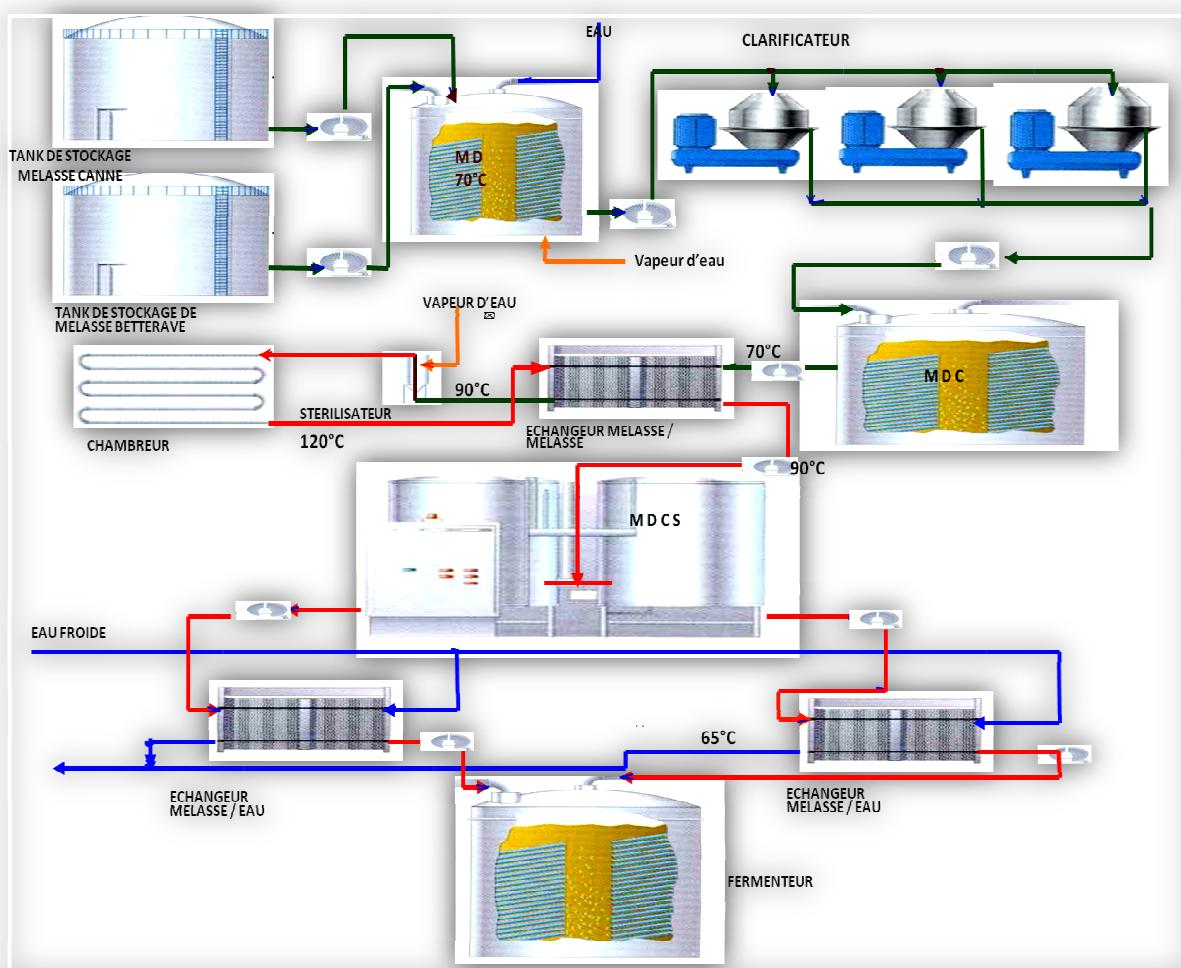


Figure.6 Circuit de la mélasse de LESAFFRE-MAROC

A LESAFFRE-MAROC les 2 types de mélasse, celles de canne et de betterave sont réceptionnées dans des tanks (figure.6) puis mélangées dans les proportions de 20% de canne pour 80% de betterave. Le mélange est ensuite dilué à 50%, mélasse diluée (MD) puis porté à la température de 70°C par la vapeur d'eau en vue d'une clarification facile.

II.1. La clarification

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

$$V_z = D^2 \Delta \rho r \omega^2 / 18 \eta \text{ en m/s avec } \omega = \pi N / 30$$

Avec D diamètre de particule (la particule est supposée sphérique) en m

$\Delta \rho$: différence de masses volumiques des phases à séparer en Kg m^{-3}

η : viscosité dynamique du liquide porteur en $\text{Kg m}^{-1} \text{s}^{-1}$

g : accélération due à la pesanteur en m s^{-2}

$r\omega^2$: accélération centrifuge en m s^{-2}

N : vitesse de rotation (en tr/s).

$$\text{Si on note } \xi = (r\omega^2 / g) \text{ on peut écrire } V_z = V_s \xi \text{ avec } V_s = D^2 \Delta \rho g / 18 \eta \text{ en m/s}$$

Avec ξ est appelé le facteur d'accélération ou nombre de g et dépend du type de bol. Le schéma d'un bol clarificateur est illustré par la figure 7 [11].

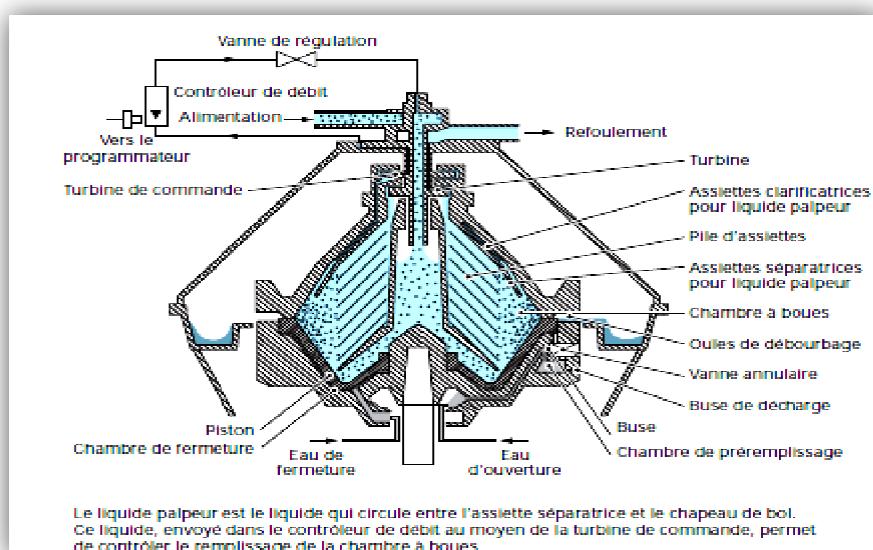


Figure 7.clarificateur auto débourbeur pour mélasse

Pour avoir l'innocuité de la mélasse diluée clarifiée (MDC), celle-ci est stérilisée sous un barème de stérilisation de 120°C pour un débit de 8 m³/h. Ceci permet de détruire toute la flore microbienne y compris les spores, d'où le nom de mélasse diluée clarifiée stérilisée (MDCS). Cette dernière est refroidie par un échangeur à plaques mélasse-eau afin d'abaisser la température à 34-36°C adéquate pour la fermentation.

L'objectif ultime et commun d'avoir une bonne fermentation, par conséquent une bonne productivité, devrait être soutenu par un bon réglage des paramètres machines relevés sur la figure.7 à savoir :

- ✓ la surface des assiettes séparatrices,
- ✓ le volume d'eau d'ouverture et de fermeture,
- ✓ la contenance des buses de décharge,
- ✓ le débit d'alimentation,
- ✓ la vitesse de rotation,
- ✓ le temps de clarification,
- ✓ les densités des phases à séparer

Pour cela le plan de réglage le plus approprié serait d'aborder les plans d'expériences, mais pour des raisons de maintien des ratios de productivité et surtout d'absence d'étude prouvant scientifiquement la défaillance de la clarification, nous avons été amenés à adopter et fixer une méthode d'évaluation de son rendement afin de dégager une interprétation et conclusion fiable servant de base à l'optimisation.

Chapitre 3 : Matériels, Méthodes Et Résultats

I. Objectifs de l'Etude

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

- Développer et proposer une méthode d'évaluation fiable du rendement, utilisable à long termes par le service qualité et pouvant être source de validation ultérieure.
- De vérifier statistiquement et confirmer que plus de 50g sur 100g de boues contenues dans la mélasse à l'entrée du clarificateur SB60 passe dans la mélasse clarifiée à la sortie donc signe d'un rendement inférieur à 50%, considéré comme assez faible pour assurer un bon rendement des fermenteurs.
- Proposer des solutions à court et long termes pour améliorer la clarification qui détient la clé de la récolte des fermenteurs.

Ce sujet est motivé par plusieurs raisons :

- La mélasse contient des toxiques qui inhiberaient la croissance des levures
- Le constat d'un rendement de 30% lors d'un contrôle qualité de routine
- L'importance de la mélasse qui constitue la seule source de carbone
- L'importance de la clarification sur la rentabilité financière de l'entreprise
- L'impossibilité de passer directement aux plans d'expériences pour l'entreprise sans une étude prouvant clairement et rigoureusement la défaillance de leur système de clarification, point de départ d'une éventuelle optimisation.

II. Matériels et Méthodes

Le clarificateur SB60 est un clarificateur à assiettes avec évacuation périodique des boues, sa capacité maximale est de 16m³. Son débit était de 7-10m³/h et varie selon les besoins de fermentations. Le fonctionnement régulier se fait de 13h à 8h du matin selon les étapes :

-La clarification dure 7 minutes (min), le temps entre l'entrée et la sortie de la mélasse est environ 18 secondes (s).

-Le déplacement tient à un rinçage du bol par un courant d'eau avec un débit de 8 m³/h et dure 30s.

-Le débourbage qui est l'élimination des boues accumulés pendant la période de clarification dure 10s.

-L'attente qui dure 1 min voit l'évacuation du reste de l'eau injectée avant de passer à nouveau à la clarification.

Donc le temps entre deux périodes de clarification est de 8min40s.

II.1. Méthodes

II.1.1. 1^{ère} Méthode d'évaluation du rendement

▪ L'échantillonnage :

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

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

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

▪ Préparation de l'échantillon moyen

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

E_1 et $S_1 \longrightarrow$ après 1 minute de clarification E (entrée d'alimentation) et S (sortie de refoulement)

E_2 et $S_2 \longrightarrow$ après 3 minutes de clarification

E_3 et $S_3 \longrightarrow$ après 5minutes de clarification

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

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

Calcul du rendement

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

$$(T_f - T_i / 50) * 100$$

Le rendement = $100 - ((\% \text{ des boues à la sortie} / \% \text{ des boues à l'entrée}) * 100)$

Les résultats obtenus après avoir récolté 10 échantillons sont mentionnés dans le tableau.4

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

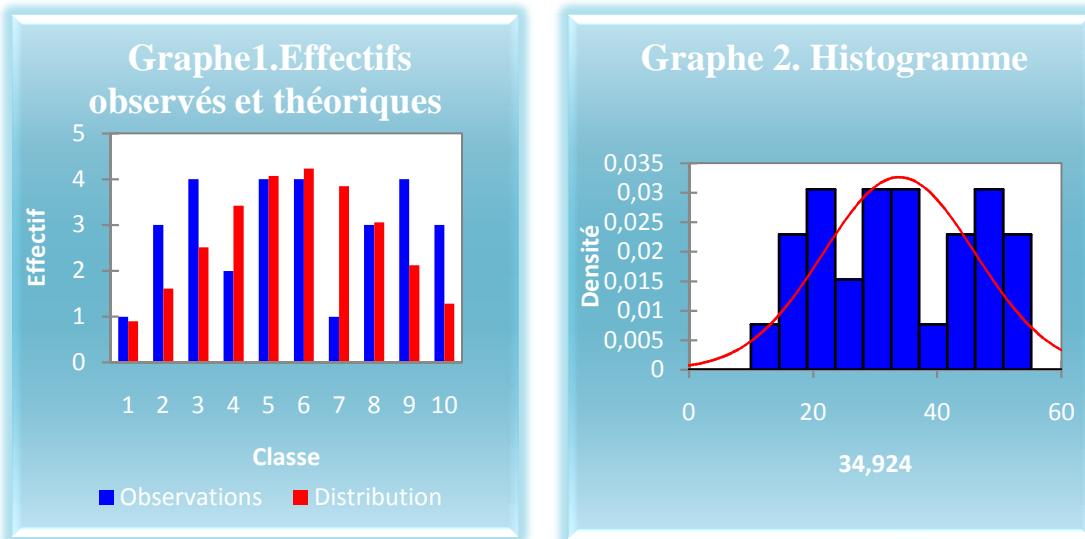
numero de série	pourcentage de boues à l'Entrée en%	pourcentage de boues à la Sortie en%	rendement de clarification (%)	moyenne de série en %	Variances de série S_i^2	SCEi $(n_i-1).S_i^2$
1	0,398	0,259	34,925	26,186		
	0,359	0,28	22,006		57,302	114,604
	0,356	0,279	21,629			
2	0,259	0,179	30,888	25,349		
	0,26	0,219	15,769		69,394	138,788
	0,279	0,197	29,391			
3	0,28	0,158	43,571	31,143		
	0,26	0,218	16,154		192,852	385,703
	0,359	0,238	33,705			
4	0,24	0,159	33,75	23,392		
	0,299	0,259	13,378		103,844	207,689
	0,256	0,197	23,047			
5	0,283	0,193	31,802	28,632		
	0,297	0,217	26,936		7,551	15,103
	0,313	0,228	27,157			
6	0,516	0,298	42,248	42,224		
	0,536	0,317	40,858		1,834	3,667
	0,544	0,307	43,566			
7	0,314	0,149	52,548	50,551		
	0,316	0,152	51,899		16,988	22,015
	0,358	0,189	47,207			
8	0,292	0,134	54,11	40,916		
	0,342	0,23	32,749		133,017	266,035
	0,365	0,234	35,89			
9	0,297	0,207	30,303	23,046		
	0,318	0,263	17,296		44,002	88,004
	0,325	0,255	21,538			
10	0,493	0,262	46,856	47,594		
	0,527	0,282	46,49		2,579	5,158
	0,532	0,269	49,436			

3 répétitions sont effectuées sur chaque échantillon moyen obtenu après chaque prélèvement, constituant ainsi une série. On remarque une distribution assez aléatoire des 3 rendements de chacune des 10 séries (tableau 4) d'un même échantillon moyen. Ce qui reste anormal puisque les mesures sont faites sur un même échantillon qui devrait donner une variation non significative sur les 3 répétitions. Il est alors plus indiqué de procéder à une étude de répétabilité afin d'évaluer l'erreur expérimentale et s'assurer de la maîtrise des facteurs aléatoires.

L'illustration par barres de données en 3 couleurs différentes du rendement, de la moyenne et de la variance de chaque série dans le tableau précédent, réitère la conjecture précédente des rendements de chaque série et une fluctuation à priori des moyennes et variances. Mais l'étude de répétabilité étant liée à la distribution normale, procédons à un test de normalité du rendement. Pour cela faisons un test grossier graphique illustré par histogramme puis à un test plus précis de SHAPIRO et WILK portant sur des échantillons faibles $5 < n < 38$. [12].

- **Normalité des données**

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



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

Test de SHAPIRO et WILK

On formule deux hypothèses :

H_0 : la série suit une loi normale.

H_1 : la série est significativement différente d'une loi normale.

La démarche du test :

Ordonner les valeurs par ordre croissant, ici les rendements des séries

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

Calculer la moyenne des rendements
De chaque série soit :

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

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

Et on calcule le nombre T_n :

Puis on calcule les différences $d_1 = y_n - y_1$ $d_2 = y_{n-1} - y_2$ $d_i = y_{n-i+1} - y_i$. Remarquons que si $n = 2p$ (n : taille de l'échantillon pair) on aura p différences et si $n = 2p+1$ on aura aussi p différences sauf que l'observation médiane n'intervient pas.

On calcule alors W :

$$W = \frac{\left(\sum_{j=1}^{j=p} adj \right)^2}{Tn}$$

Où les coefficients aj sont donnés par la table de SHAPIRO et WILK (annexe. 2). La règle du test est la suivante :

Si $W_{\text{observé}} (calculé sur les données}) > W_{\text{critique}}$ (lue sur la table de SHAPIRO et WILK), on accepte H_0 au risque choisi ($\alpha = 5\%$) sur n observations.

Si $W_{\text{observé}} (W_{\text{obs}}) < W_{\text{critique}} (W_{\text{crit}})$, on rejette l'hypothèse de normalité des mesures. Les calculs sont résumés dans le tableau suivant :

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

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

$W_{\text{obs}} > W_{\text{crit}}$ illustré aussi par les barres données en bleu (tableau5), on accepte H_0 , donc l'hypothèse de normalité de nos données. Ce qui nous permet de passer à la répétabilité.

Répétabilité de la 1^{ère} Méthode

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



Homogénéité des variances (Test de Cochran)

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

Déroulement : on calcule la variance des rendements des 3 répétitions de chacune des 10 séries d'après la formule :

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} (x_i - \bar{x}_n)^2}{n - 1}$$

Et la variance maximale est notée S^2_{max} . On fait le calcul de la somme des variances : $\sum S_j^2$ puis on calcule le rapport C_0 tel que :

$$C_0 = \frac{S^2_{max}}{\sum_{j=1}^{j=p} S_j^2}$$

La règle de décision est : $C_0 \leq C_{table}$ lire dans la table de Cochran au risque 5% pour n répétitions et p séries ; on accepte l'homogénéité des variances sinon on rejette et on procède aux tests de DIXON ou GRUBBS des valeurs aberrantes de chaque série. L'application est faite dans le tableau ci-après :

Tableau 6. Test d'homogénéité des Variances de la 1^{ère} méthode

TEST DE COCHRAN			
S^2_{max}	$\sum S_i^2$	C_0 calculé	C (5%, 10,3)
192,852	620,869	0,307	0,445

C_0 calculé < C (5%, 10,3) dans le tableau.6 donc on accepte l'homogénéité des variances des 10 séries d'où une dispersion non hétérogène commune aux 3 répétitions de toutes les séries.

Homogénéité des moyennes (Test de GRUBBS simple)

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

On calcule

$$G_1 = |\bar{X}_{imax/min} - \bar{X}| / \sigma(\bar{X}_l)$$

Où $\bar{X}_{imax/min}$ est la moyenne maximale ou minimale suspectée, \bar{X} est la moyenne générale des N mesures et $\sigma(\bar{X}_l)$ l'écart-type des moyennes de chaque série. Si $G_1 < G_{1table}$ on accepte l'homogénéité des moyennes. Dans notre cas on a $\bar{X}=33,903$ et l'écart-type $\sigma(\bar{X}_l) = 10,339$ D'où le tableau suivant :

Tableau 7. Test de GRUBBS simple
De la 1^{ère} méthode

TEST D'HOMOGENEITE DES MOYENNES			
		G ₁ calculé	G ₁ table (5%)
X _{max}	50,551	1,61	
X _{min}	23,046	1,05	2,29

Les 2 G₁ sont inférieures à G_{table} (tableau7), donc les deux moyennes maximale et minimale de rendement de chaque série ne sont pas aberrantes. Partant pas de différences significatives entre les échantillons testés.

Répétabilité :

Selon la norme ISO 5725 la limite de répétabilité ou répétabilité (notée r) est l'écart maximal au niveau de confiance de 95 % entre deux résultats obtenus selon des conditions de répétabilité. Les conditions de répétabilité existent lorsque « les résultats d'essai indépendants sont obtenus par la même méthode, sur des individus d'essai identiques, dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps » [13]. Avec

$$r = ks_r\sqrt{2}$$

Où sr est l'écart-type de répétabilité et k coefficient qui rend compte du risque d'erreur. Si les mesures suivent une loi normale, les différences se distribuent selon une loi de Student à N – P degré de liberté. Comme N est généralement grand, pour un risque de 5 %, on prend

k = t_{0,975} ≈ 2 dans la table de Student. Puisque, 2√2 = 2,83 on a finalement r = 2,83sr.

Or

$$sr = \sqrt{\frac{SCEr}{N - P}}$$

Et

$$SCEr = \sum_{i=1}^p SCEi$$

Avec SCEr : somme des carrés des écarts de répétabilité et SCEi : somme des carrés des écarts pour la série i. les résultats sont résumés dans le tableau 8.

Tableau 8. Calculs de la répétabilité de la 1^{ère} méthode

Répétabilité					
SCEr	N	p	ni	Sr	r
1241,739	30	10	3	7,895	22,344

On calcule le coefficient de Variation C_V par :

$$C_V = \frac{S_r}{\bar{x}} \times 100$$

On peut joindre à ce seuil, un coefficient de variation $C_v = 23,287\%$, trop élevé pour une méthode d'analyse. L'écart maximal entre deux mesures du rendement de clarification est de $r = 22,344$ (tableau 8) dans des conditions de répétabilité. Ce qui implique une différence maximale de 22,344 entre la plus petite et la plus grande valeur du rendement d'une même série. Dispersion trop importante pour adopter cette 1^{ère} méthode comme fiable car, elle ne tient pas compte de la variabilité de tous les paramètres aléatoires. Les principaux facteurs à fixer après cette 1^{ère} méthode pouvant réduire le seuil de répétabilité sont les suivants :

- ✓ Système d'échantillonnage (non probabiliste)
- ✓ Quantité de prise de mélasse (50g)
- ✓ Répartition des prises au cours du prélèvement (1^{ère}, 3^{ème} et 5^{ème} minute)
- ✓ Temps d'agitation après prélèvement des 80mL (1min)
- ✓ Temps d'agitation de l'échantillon moyen (3min)
- ✓ Temps de repos avant centrifugation (20min)
- ✓ Temps de centrifugation (20 min)
- ✓ Temps d'égouttage (10min)
- ✓ Temps d'étuvage (2h)
- ✓ Temps de dessiccation (20min)

D'où la nécessité d'adopter une deuxième méthode par modification de certains paramètres du 1^{er} mode opératoire jugés influents.

II.1.2. 2^{ème} Méthode d'évaluation du rendement :

Les changements apportés sont :

- le temps d'agitation de l'échantillon moyen passe de 3 à 5 min : afin de mieux homogénéiser la solution.
- Centrifugation directement après pesage : afin d'éviter un temps de sédimentation des boues qui évolue selon l'ordre de passage à la centrifugeuse.

-changement de quantité de prise de mélasse de 50g à 30g : pour que le temps de centrifugation soit suffisant pour la totalité des boues contenues dans 30g.

- passage de 20 à 30 min de centrifugation: car, il y a une évolution du pourcentage des boues entre la première, la deuxième et la troisième, expliquée par le fait que :

La 1^{ère} subit 20 minutes de centrifugation normale.

La 2^{ème} subit 20 minutes de sédimentation au repos plus 20 minutes de centrifugation.

La 3^{ème} subit 40 minutes de sédimentation plus 20 minutes de centrifugation ; faisant augmenter proportionnellement la quantité des boues en fonction de la prise.

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

-augmentation du temps d'étuvage de 2 à 3 h : pour éliminer le maximum de traces d'eau.

Résultats

Ils sont donnés par le tableau 12. La mise en forme par barre de données du rendement, des variances et moyennes de chaque série illustre à priori une diminution assez importante de la variabilité du rendement, des moyennes et variances laissant conjecturer

Une homogénéité des variances, moyennes et un seuil de répétabilité revu à la baisse. Cependant les tests de COCHRAN et GRUBBS donneront une idée précise.

Test de Cochran (homogénéité des variances)

Les résultats du calcul sont consignés dans le tableau 9.

Tableau 9. Homogénéité des variances de la 2^{ème} méthode

TEST DE COCHRAN			
S^2_{\max}	$\sum^p S_i^2$	C_0 calculé	C table(5%, 6,3)
7,777	22,276	0,346	0,616

C_0 calculé < C table donc on accepte l'homogénéité des variances ce qui confirme l'observation visuelle en barres de données dans le tableau 9.

Test de GRUBBS (homogénéité des moyennes)

Tableau 10. Test de moyennes aberrantes De la 2^{ème} méthode

TEST DES MOYENNES			
		G_1 calculé	G_1 table(5%)
$X_{i\max}$	48,533	1,323	1,887
$X_{i\min}$	24,42	1,639	

Les G_1 calculé sont inférieurs au G_1 lue dans la table au risque d'erreur 5%. Donc l'hypothèse d'homogénéité des moyennes est vérifiée. pas de différences significatives entre les 6 séries.

Répétabilité

Avec les différentes modifications apportées en vue de mieux maîtriser tous les facteurs influençant la méthode de mesure, essayons de calculer le seuil de répétabilité : Tableau 11.

Tableau 11. Calculs de répétabilité de la 2^{ème} méthode

Répétabilité						
SCEr	N	p	ni	Sr	r	
44,552	18	6	3	1,927	5,749	

On peut joindre à ce seuil $r = 5,749$, le coefficient de variation $C_v = 5,102\%$. Par rapport donc à la 1^{ère} méthode, les améliorations et changements apportés à la 2^{ème} s'avèrent significativement efficaces et résolument tournés vers une maîtrise du mode opératoire testé, puisque on passe d'un $C_v = 23,287\%$ de la 1^{ère} méthode à $C_v = 5,102\%$ à la 2^{ème} soit une réduction de 18,185% de l'erreur expérimentale. Cependant un seuil de 5,749 est encore assez important pour que la méthode soit une base fiable d'évaluation. Il nous faut penser à d'autres apports. À la 2^{ème} méthode les paramètres restent :

- ✓ Système d'échantillonnage (non probabiliste)
- ✓ Quantité de prise de mélasse (30g)
- ✓ Répartition des prises au cours du prélèvement (1^{ère}, 3^{ème} et 5^{ème} minute)
- ✓ Temps d'agitation après prélèvement des 80mL (1min)
- ✓ Temps d'agitation de l'échantillon moyen (5min)
- ✓ Temps de repos avant centrifugation (0min)
- ✓ Temps de centrifugation (30 min)
- ✓ Temps d'égouttage (10min)
- ✓ Temps d'étuvage (3h)
- ✓ Temps de dessiccation (20min)

Les changements apportés au niveau des paramètres sont insuffisants, leur impact sur Le mode opératoire est encore sensible $r = 5,749$. passons dès lors à une 3^{ème} méthode.

**Tableau 12. Résultats de l'évaluation du rendement après la 2^{ème} méthode
(Pourcentage massique)**

numero de séries	pourcentage de boues à entrée en(%)	pourcentage de boues à la sortie en	rendement de clarification	moyenne de série	variance de série S_i^2	SCEi $(n-1)S_i^2$
1	0,445	0,266	40,225	40,003		
	0,502	0,306	39,044		0,757	1,513
	0,54	0,32	40,741			
2	0,451	0,22	51,22	48,533		
	0,506	0,275	45,652		7,777	15,555
	0,511	0,262	48,728			
3	0,59	0,367	37,797	38,974		
	0,622	0,382	38,585		1,996	3,991
	0,592	0,352	40,541			
4	0,573	0,331	42,234	41,236		
	0,625	0,381	39,04		3,626	7,253
	0,641	0,369	42,434			
5	0,464	0,306	34,052	33,412		
	0,485	0,321	33,814		0,827	1,655
	0,485	0,328	32,371			
6	0,337	0,264	21,662	24,42		
	0,326	0,246	24,54		7,293	14,586
	0,34	0,248	27,059			

II.1.3. 3^{ème} Méthode d'évaluation du rendement

Les changements suggérés :

- Du fait de la stratification de la mélasse d'un même tank, il a été préférable de raccourcir l'intervalle de temps d'analyses qui passe d'une semaine à 3 jours.
- Augmenter le nombre de répétitions à 6 au lieu de 3 pour minimiser la dispersion.
- Changer de méthode d'échantillonnage passant d'un non probabiliste à un probabiliste précisément systématique ou par intervalle afin d'avoir des échantillons sur toute la période de fonctionnement du clarificateur.

L'échantillonnage systématique signifie qu'il existe un écart entre chaque unité sélectionnée incluse dans la population de taille N.

- Temps d'égouttage passe à 20 min.

Construction de l'échantillon par tirage systématique

On calcule le rapport $\frac{N}{n} = \text{pas} = K$ qui est l'intervalle fixe à respecter entre de 2 tirages, avec n la taille de l'échantillon à constituer, ici n = 6 et N la taille de la population.

On choisit chaque cycle de clarification comme un individu et pour des raisons pratiques la durée de l'étude a été étalée sur 4h. De ce fait, on calcule le nombre de cycles pendant 4h soit N.

On sait qu' 1cycle = 8min 40s = 520s et 4h = 14400s.

D'où $N = \frac{14400}{520} = 27,69$ soit 27 cycles de clarification.

Donc $K = \frac{27}{6} = 4,61$ soit 4.

On construit donc la série d'échantillon de la façon suivante : on choisit de façon aléatoire (table des nombres aléatoires) le 1^{er} individu dont le numéro doit se situer entre 1 et K [12]. Si « a » est le 1^{er} numéro choisi, l'échantillon de taille n sera composé d'individus de rangs

- a : 1^{er} individu
- a+K : 2^{ème} individu
- a+2K ; ; a+ (n-1) K : 3^{ème} jusqu'au n^{ième} individu

Soit a = 1 on a dans notre cas à prélever aux 1ers, 5^{ème}, 10^{ème}, 15^{ème}, 20^{ème}, 25^{ème} cycles sur les 27 existants. À chaque cycle, on fait une prise à la 1^{ère}, 3^{ème} et 5^{ème} minute de clarification.

Chaque jour on fait une série de mesures ; pour ce faire on mélange 60g de chacune des trois prises faites par clarification. Donc chaque cycle dispose de 180g de mélasse pour l'entrée ou la sortie du clarificateur. On prépare ainsi l'échantillon moyen par mélange des 180g des 6 cycles prélevés soit un total de 1080g pour l'entrée ou la sortie.

Par la suite 6 répétitions sont faites sur chaque échantillon moyen en pesant 30g de mélasse pour chaque répétition entrée ou sortie et en maintenant les autres paramètres comme mentionnés dans la 2^{ème} méthode. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 13.

**Tableau 13. Relevés d'évaluation du rendement de la 3^{ème} Méthode
En pourcentage massique**

numero de Séries	nombre de répétitions ni	rendement de clarification Xij en %	moyenne de série Xi en %	variances de série Si2	SCEi (ni-1).Si2
1	6	23,851 11,789 20,006 25,419 24,770 25,385	21,870	28,477	142,386
2	6	24,751 25,422 25,250 24,562 25,532 25,107	25,104	0,145	0,724
3	6	25,586 24,390 24,560 24,412 25,474 25,500	24,987	0,346	1,729
p	N	La moyenne générale	écart-types des moyennes		SCEr
3	18	23,987	1,834		144,839

Les barres de données d'après le tableau précédent, montrent une faible variabilité du rendement et de la moyenne entre les séries, par contre une variation significative des valeurs est remarquable au niveau des variances, faisant planer le spectre variances aberrantes.

Test de COCHRAN d'homogénéité des variances

Tableau 14. TEST DE COCHRAN de la 3^{ème} méthode

TEST DE COCHRAN			
s_{\max}^2	$\sum s_i^2$	C_0 calculé	$C_{(5\%, 3,6)}$
28,477	28,968	0,983	0,707

Le C_0 calculé dans le tableau précédent ne confirme pas l'homogénéité des variances des différentes séries puisque est supérieure à celle lue : $C_0 = 0,983 > C_{\text{table}} = 0,707$. Donc il y a une probable existence de points aberrants dans la série ayant la variance la plus élevée.

Recherche des points aberrants :

Un point aberrant est une valeur qui diffère d'une façon significative de la tendance globale des autres observations, pour un ensemble de données ayant des caractéristiques communes (rendement).

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

La série suspecte est la première ; pour effectuer ce test on doit classer nos données de rendement par ordre croissant ; puis tester la valeur qu'on trouve la plus éloignée des 6 valeurs qu'on a « soit la plus petite ou la plus grande ».

On calcule G selon

$$G_1 = \frac{|X_{\text{suspect}} - \bar{X}|}{\sigma_X}$$

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

\bar{X} : La moyenne de la série suspecte.

σ_X : L'écart-type des valeurs du rendement de la série suspecte.

On compare G_1 calculé avec $G_{1\text{table}}$ de GRUBBS simple au risque 5%, les mêmes règles de décisions sont appliquées comme précédemment.

Application

La série suspecte est donnée au tableau 15.

Tableau 15. 1^{ère} série suspecte croissante de la variance aberrante

11,789	20,006	23,851	24,77	25,385	25,419
--------	--------	--------	-------	--------	--------

On calcule la moyenne et l'écart-type de cette série suspecte : $\bar{X} = 21,87$ et

$$\sigma_X = 5,336$$

On calcule G

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

$$G = 1,889$$

Décision :

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

Tableau 16. 1^{ère} série suspecte après élimination
De la 1^{ère} valeur aberrante

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

Donc on recalcule la nouvelle moyenne et écart-type de notre nouvelle série;

$$\bar{X} = 23,886$$

$$\sigma_X = 2,26$$

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

$$G = 1,717$$

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

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

Tableau 17. 1^{ère} série suspecte après élimination
De la 2^{ème} valeur aberrante

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

$$\bar{X} = 24,856$$

$$\sigma_X = 0,733$$

$$G = |(23,851 - 24,856)| / 0,733$$

$$G = 1,370$$

$G_{\text{calculé}}$ est inférieur à G_{table} de GRUBBS simple = 1,481 donc cette valeur n'est pas aberrante. Et cette série va contenir 4 répétitions.

Pour ne pas avoir une différence entre les nombres de répétitions par série on doit réduire les deux autres séries en éliminant les deux petites valeurs de rendement de chaque série. On obtient les résultats suivants enfin des comptes :



Tableau 18.Relevés finaux de la 3^{ème} méthode après les tests d'aberration des Valeurs De la 1^{ère} série (pourcentage massique)

Séries	n _i	X _{ij} en %	X _i en %	S _i ²	(n _i -1).S _i ²
1	4	23,851	24,856	0,538	1,614
		25,419			
		24,770			
		25,385			
2	4	25,107	25,328	0,035	0,105
		25,250			
		25,422			
		25,532			
3	4	24,560	25,280	0,233	0,698
		25,474			
		25,500			
		25,586			
3	12	la moyenne des moyennes	écart-type des moyennes		2,418
P	N	25,155	0,260		SCE

D'après le tableau précédent, les barres de données en bleu des moyennes et des variances apparaissent à la même longueur, ce qui présage visuellement une homogénéité de ces valeurs. Confirmons cela par des tests plus précis.

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

Tableau 19.Homogénéité des variances du relevé final de La 3^{ème} méthode

TEST DE COCHRAN				
S _i ² max	p $\sum S_i^2$ i=1	C ₀ calculé	C ₀ (5%, 3,4)	
0,538	0,806	0,668	0,798	

Décision :

C₀ calculé < C₀ (5%, 3,4) donc On peut dire avec un risque d'erreur de 5% qu'il y a une homogénéité des variances.

Tableau 20.GRUBBS simple 3^{ème} méthode

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

Décision :

Les deux G_1 trouvées sont inférieure à la valeur lue sur la table de GRUBBS, alors les moyennes testées sont considérées comme correctes au seuil de probabilité de 5%.

Répétabilité de la 3^{ème} méthode

Le tableau des critères de répétabilité est le suivant :

Tableau 21. Calculs des critères de répétabilité de la 3^{ème} méthode

Répétabilité				
N	p	ni	Sr	r
12	3	4	0,518	1,612

Interprétation

On trouve dès lors un seuil de répétabilité égal à 1,612 (tableau 21), ce qui prouve que les différentes modifications apportées à la 3^{ème} méthode à savoir le temps court d'analyses, l'augmentation du nombre de répétitions et du temps d'égouttage ont permis de n'évaluer que l'erreur expérimental, qui est assez très faible par rapport aux 2 autres erreurs des 2 méthodes précédentes qui ne dépendaient pas que de l'expérimentateur. Par conséquent nous pouvons baser notre évaluation du rendement ; objectif ultime de notre étude, sur cette troisième méthode qui donne des résultats assez fidèles à l'échantillon analysé et dont la fiabilité ne relève que de l'expérimentateur.

Pour confirmer de plus que la troisième méthode est la meilleure les coefficients de variation des trois méthodes ont été calculés et le tableau suivant nous donne les Cv « coefficient de variation » :

Tableau 22. Comparaison des Cv des 3 méthodes

les méthodes	les coefficients de variation
1ère	23,287
2ème	5,102
3ème	2,059

Cette régression illustrée par les barres de données en rouge montre que seule la troisième méthode nous permettra de passer un bon test d'hypothèse.

Chapitre 4 : Elaboration du test d'Hypothèse Et Discussions



I. Test d'hypothèse sur la moyenne des rendements

On décide de faire un test d'hypothèse pour prouver statistiquement que le rendement du clarificateur SB60 est inférieur à 50%.

Introduction :

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

Principe des tests :

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

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

Le mode d'échantillonnage reste dans notre cas toujours systématique

La méthode de recueil des données est basée sur la troisième méthode avec un seuil de répétabilité faible.

Le test portera sur le rendement moyen de l'échantillon de taille n qu'on comparera à 50%.

- Etapes du test :

- ✓ Hypothèses: $H_0: \mu = \mu_0 = 50\%$ ou $H_1 < 50\%$.
- ✓ Seuil de signification : $\alpha=0,05$.
- ✓ Conditions d'application du test: grand échantillon $n>30$ (tableau 23), une population de variance inconnue.
- ✓ La statistique qui convient pour le test \bar{X} est l'écart réduit

$$Z = \frac{\bar{X} - \mu_0}{S / \sqrt{n}}$$

Où $\mu_0=50$ et Z est distribué selon la loi normale centrée réduite.

- ✓ Règle de décision

D'après H_1 et au seuil : $\alpha=0,05$.les valeurs critiques de l'écart réduit sont $Z_\alpha = 1,96$ et $-Z_\alpha = -1,96$ (test unilatéral).On adoptera la règle de décision suivante : rejeter H_0 si $Z < -1,96$ sinon ne pas rejeter H_0 .

Les résultats obtenus après avoir prélevé un échantillon de taille n =31 du rendement en fonction du pH et du débit, facteurs qui influenceraient le rendement.

Tableau 23. Relevés de rendements sur un échantillon de taille n = 31 en fonction du pH et du débit (pourcentage massique)

pourcentage des boues à la Sortie	pourcentage des boues à l'Entrée	rendement en %	pH d'entrée	débit d'entrée
0,3	0,379	20,844	6,46	6,8
0,349	0,441	20,862	6,4	9,7
0,288	0,367	21,526	6,42	7,4
0,299	0,385	22,338	6,42	10,3
0,27	0,349	22,636	6,42	10,4
0,248	0,321	22,741	6,45	9,4
0,298	0,389	23,393	6,52	8,9
0,253	0,334	24,251	6,3	9,4
0,353	0,468	24,573	6,31	8,9
0,245	0,331	25,982	6,35	10,1
0,344	0,466	26,18	6,33	9,5
0,232	0,321	27,726	6,42	9,2
0,278	0,397	29,975	6,51	7
0,294	0,422	30,332	6,45	10
0,306	0,442	30,769	6,44	9,5
0,33	0,48	31,25	6,37	9,1
0,221	0,322	31,366	6,37	8,6
0,403	0,59	31,695	6,33	9,9
0,316	0,465	32,043	6,3	10
0,239	0,352	32,102	6,43	7,3
0,217	0,337	35,608	6,42	9,2
0,586	0,376	35,836	6,23	10,4
0,324	0,506	35,968	6,3	10,2
0,18	0,299	39,799	6,4	9,3
0,133	0,245	45,714	6,55	9,5
0,175	0,35	50	6,44	9,2
0,143	0,288	50,347	6,48	9,4
0,156	0,326	52,147	6,34	8,7
0,131	0,296	55,743	6,45	8,7
0,118	0,308	61,688	6,48	8,9
0,145	0,414	64,976	6,43	9,3
moyenne calculée sur les 31 échantillons		34,207		
Moyenne théorique		50		

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

La moyenne =34,207

L'écart-type=12,453

$$G_{1\min} = |20,844 - 34,207| / 12,453 \\ G_{1\min} = 1,073$$

$$G_{1\max} = |64,976 - 34,207| / 12,453 \\ G_{1\max} = 2,471$$

On a $G_{1\min}$ et $G_{1\max} < G_{lue} = 2,924$

Donc ces deux valeurs suspectes ne sont pas aberrantes donc on calcul l'écart réduit Z.

Calcul

On a $\bar{X} = 34,207$, $s = 12,453$, $n=31$ et $\mu_0=50$.

$$Z = \frac{34,207 - 50}{12,453 / \sqrt{31}} = -7,061.$$

Décision

La valeur $Z = -7,061 \ll -1,96$ se situe dans la région de rejet de H_0 . On peut admettre l'écart observé entre \bar{X} et μ_0 soit $50 - 34,207 = 15,793$ est statistiquement significatif au seuil $\alpha = 5\%$.

Le rendement du clarificateur SB60 est inférieur à 50% au risque d'erreur 5%

Déjà un rendement de 50% est le minimum que la société voudrait avoir pour garantir une bonne productivité de ces fermenteurs, mais un rendement inférieur à 50% reste assez faible, signifiant que le clarificateur sur 100g de boues dans la mélasse avant clarification, laisse plus de 50g de ces boues qui passent aux fermenteurs. Nul doute , diminuant de plus de la moitié la masse de produit fini que l'on devait obtenir en absence totale des 100g de boues, partant une perte financière du même ordre et moins d'investissements qualitatifs dans la part de l'entreprise, puisque les bénéfices seraient diminués mais les charges fixes demeurent comme le coût de la mélasse.

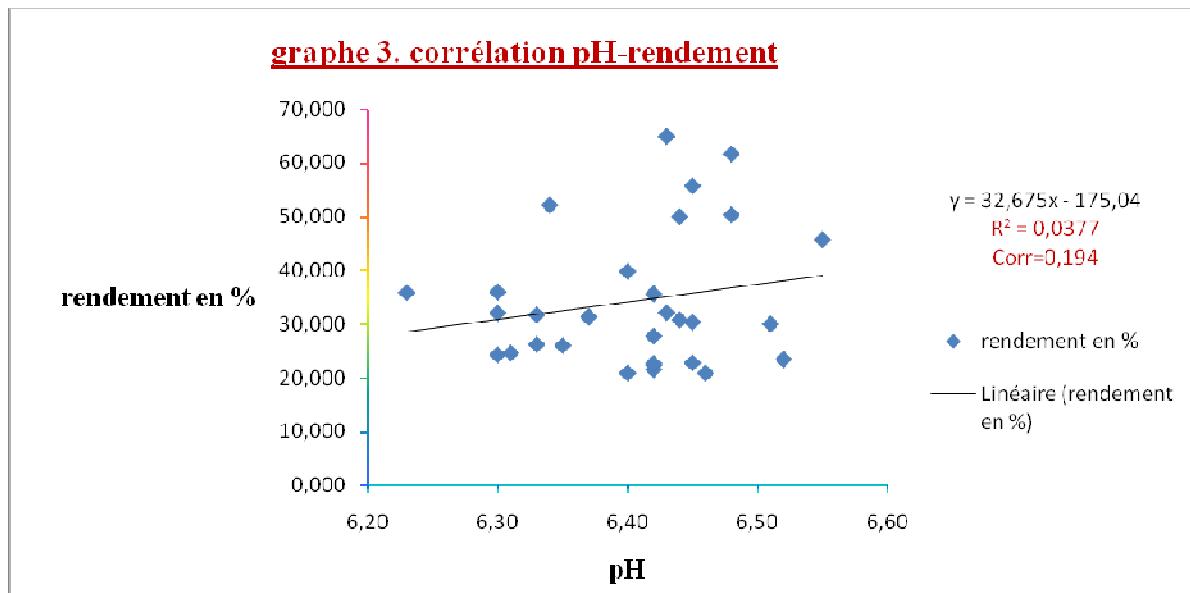
II. Discussions

Les étapes d'évaluation du rendement nous ont amenés à acquérir une nouvelle méthode d'évaluation pour l'entreprise, laquelle basée déjà sur une répétabilité faible pourra faire l'objet d'une validation et donc d'un nouveau mode opératoire. Fort de cette approche rigoureuse pouvant prouver statistiquement la défaillance du clarificateur, le test sur la moyenne des rendements a été effectué. Résultat fort intéressant devant ouvrir la voie à une optimisation. Ce qui pour des raisons déjà évoquées n'a pas été abordé. Cependant à travers la méthodologie de travail des paramètres mesurables et optimisables en ressortent, ce qui entame déjà la première étape des plans d'expérience sur la recherche des facteurs pour les plans de criblage.

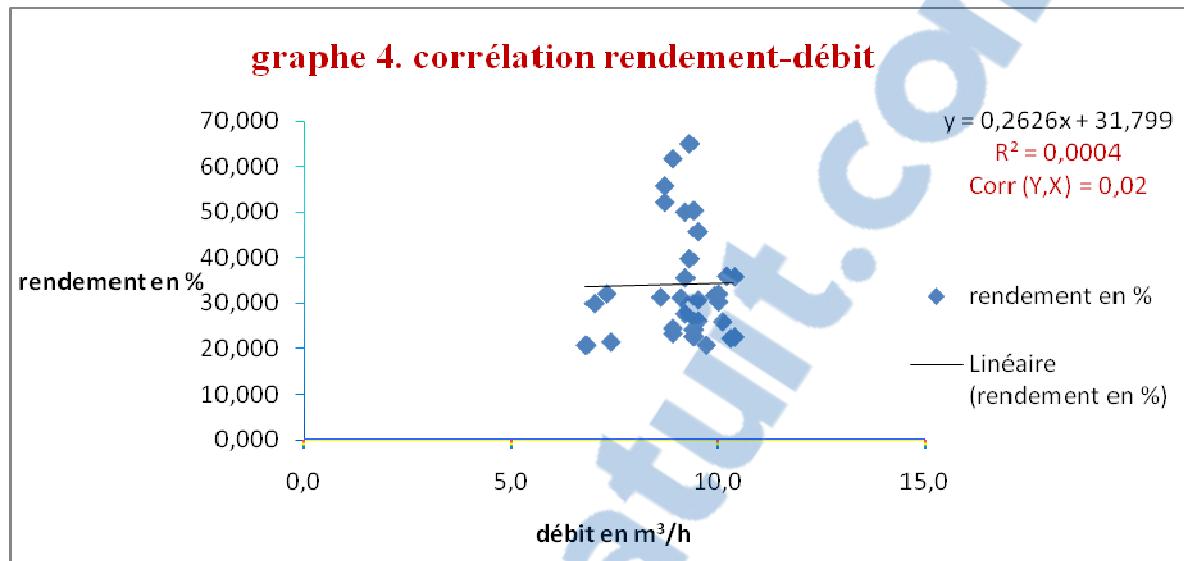
Evoquons d'abord les principales causes de cet état des lieux :

- ✓ l'absence de réglages adéquats des paramètres influençant la clarification de la mélasse notamment le débit de mélasse à l'entrée qui doit varier linéairement avec la vitesse de rotation du clarificateur , la température d'entrée qui doivent tenir compte du type de mélasse et des proportions entre mélasse de canne et betterave .
- ✓ l'ancienneté du clarificateur qui a vu son efficacité diminué au fil du temps et donc ne pouvant plus faire face aux exigences de production.
- ✓ le souci permanent de pourvoir à la demande des fermenteurs en forçant sur le temps de clarification qui se voit augmenté par augmentation du débit au détriment des autres facteurs de clarification.
- ✓ Les buses de décharges qui se voient bouchées par la fréquence de débourbage, de lavage et rinçage.
- ✓ la qualité de la mélasse brute et du type de procédé utilisé au amont dans la sucrerie extractrice, sont des éléments déterminants du circuit de la mélasse et de surcroît la clarification
- ✓ le non-respect éventuel des procédures de dilution et des facteurs de dilution qui doivent s'adapter aux paramètres de la mélasse (viscosité, point d'extinction...).

Toutefois évaluons la corrélation des paramètres mesurables et qui ont eu à varier au cours de notre période d'étude : pH et débit



Visiblement la répartition des points étant de part et d'autres et de façon aléatoire nous déduisons qu'aucune tendance de corrélation n'est envisageable entre le pH et le rendement, vu un coefficient de détermination faible l'équation de la droite ne peut être validée.



Interprétation

Il n'y a pas de corrélation notable entre le rendement et le débit (graphe.2) ou le rendement et le pH (graphe 1) car, respectivement on a des coefficients de corrélation de 0,02 et 0,194, ce qui semble assez illogique pour le débit, puisque l'augmentation du débit devrait être suivie d'une baisse de rendement car, la mélasse passerait moins de temps en clarification à moins que la vitesse de rotation soit augmentée, pour éléver le facteur d'accélération ξ . La droite de régression du rendement en fonction du débit n'est pas prédictive du tout car R^2 pratiquement nul. On conjecture donc l'indépendance du rendement vis-à-vis du pH, du débit et l'existence d'une autre forme de corrélation qui n'est pas linéaire mais soit sphérique ou du second degré du moins. Par conséquent, il existerait d'autres facteurs ou un autre facteur plus influent que le débit et le pH ou qui sont en interaction avec ces derniers ou que le pH et le débit agissent en interaction entre eux, avec comme réponse le rendement (facteurs d'optimisation).

Conclusion technique

Une nouvelle méthode d'évaluation du rendement est acquise pour l'entreprise.

Le test d'hypothèse nous a permis de confirmer que le clarificateur de mélasse a un rendement inférieur à 50% avec un risque d'erreur de 5%. Résultat non souhaitable pour l'entreprise qui court à des baisses de productivité et à un investissement à rentabilité coupée en 2 : une 1^{ère} obtenue par la production de tous les jours et une 2^{ème} absorbée par les inhibiteurs non clarifiés contenus dans la mélasse.

Ceci dit pour apporter un palliatif à cette défaillance plusieurs solutions ont été envisagées à long et à court terme.

Solutions à court termes

Selon les moyens de l'entreprise, pourvoir à l'achat d'un clarificateur à débourbage continu pour purger permanemment les boues au fil de la clarification afin d'éviter le colmatage et l'accumulation des boues. Ce qui limite la fin de la clarification et partant le rendement global. Ce qui est observé dans le cas du clarificateur SB60 objet de l'étude muni d'un débourbage périodique.

Songer peut-être à une deuxième clarification après rinçage pour augmenter le rendement après étude de coût.

Solutions à long termes

La construction d'un bassin de sédimentation des boues rejetées après une étude approfondie du coût et de l'impact environnemental. Car, selon une autre étude le surnageant de ces boues rejetées dans les égouts contiendraient 12% de saccharose, ce qui n'est pas rien vis-à-vis de l'intérêt que ce sucre revêt à la fermentation des levures. Ce bassin permettra de séparer sans apport d'énergie les boues donc faciliter la récupération d'une bonne partie des 12% de saccharose rejeté pour complémenter le milieu.

Ceci afin de limiter les pertes en saccharose dues à la clarification et combler les lacunes de la clarification par une autre, sans consommation d'énergie car sous l'effet de l'accélération terrestre.

De plus on pourrait ajouter quelques agents de flocculation et de précipitation pour accélérer la décantation. Mais l'inquiétude qui subsiste est l'impact de ces agents sur la croissance des levures. Nous pourrons de ce fait estimer le temps de sédimentation du bassin à construire selon la formule suivante si on suppose que les particules à sédimenter sont de formes sphériques.

La vitesse de sédimentation dans le champ de pesanteur est donnée par :

$$V_s = \frac{D^2 \Delta \varphi g}{18 \eta} \text{ en } m/s$$

Connaissant la distance parcourue par une particule depuis la surface du bassin jusqu'au fond soit la hauteur h du bassin on peut estimer le temps de sédimentation maximum t . par équivalence :

$$V_s = V = \frac{h}{t} \leftrightarrow t = \frac{h}{V_s} \text{ en } s$$

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

$$Q_{limit} = VS = \frac{D_{limit}^2 \Delta \varphi g S}{18 \eta} \text{ en } m^3/s$$

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

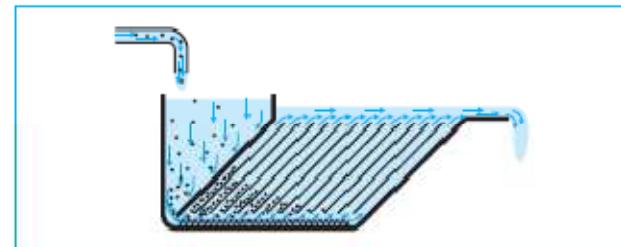


FIGURE 8.schéma optimisé d'un bassin

De sédimentation Des boues de

Le débit limite devient donc alors :

$$Q_{lim} = V_s S_n \text{ en } m^3/s$$

Une optimisation par plans d'expériences est nécessaire afin de devenir maître du procédé de clarification et assurer la prédiction du rendement selon les réglages possibles. Pour cela les paramètres importants sont ceux de la machine et de la mélasse.

Paramètres mélasse

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

Ils permettront d'optimiser le temps de sédimentation.

Paramètres machines

-force appliquée (vitesse, diamètre du bol...) ;
-durée de la décantation (nombre d'assiettes, diamètre du bol...). Leurs effets optimisent la surface de clarification

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



CONCLUSION

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

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

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

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

Au terme de ce stage, et d'après les différentes analyses effectuées sur les données collectées nous pouvons affirmer que le rendement de clarification est inférieur à 50%. Globalement le résultat obtenu n'est pas satisfaisant.

Une analyse plus détaillée de cette faible clarification nous a permis de déterminer ses différentes origines : le manque de réglage adéquat des paramètres influençant la clarification, obnubilé par les ratios de production.

Cependant les solutions que nous avons proposées ne pourront être efficaces sans la ferme volonté et l'engagement sans faille de la Direction. Elle sera la garante de la mise en place effective de ces mesures, de leur suivi et elle jugera de leur efficacité. L'engagement total de la Direction sera la garantie de l'allocation des différents moyens nécessaires à l'efficacité des actions recommandées dans ce présent rapport. L'achat récemment d'un nouveau clarificateur de grande capacité et à débourbage continu en est une preuve.

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

A la lumière des analyses faites, le bilan de ce stage s'avère extrêmement positif, car il nous a permis de perfectionner et de confronter nos connaissances théoriques, les relations interpersonnelles, une méthode de travail et de la discipline de soi. Il nous a permis d'améliorer nos connaissances en matière de d'évaluation statistique de procédés. Toutes ces connaissances viennent s'ajouter à celles acquises durant notre formation, lesquelles sont nécessaires pour l'équilibre et la stabilité d'un futur ingénieur.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Ministère de l'alimentation, de l'agriculture et de la pêche française, *Enjeux et défis des industries agroalimentaires*, 2010.
- [2] Annie LOÏEZ, *production de la levure de panification par biotechnologie*, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mars 2003.
- [3] Richard REVY, *Les levures biologiques alimentaires et poudres levantes* ; les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mars 2005.
- [4] SMET, PETER, RENE et ANNA, Brevet *de conditionnement de la levure*, Brevet de plomb, 23 septembre 2003.
- [5] Georges MERIGUET, *Filtration technologie*, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 septembre 1997.
- [6] Patrice COGNART, Françoise RERGOAT, Maurice NONUS, Jean-Michel LEBEAUT, *Fermenteurs industriels-conception et réalisation*, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mai 2008.
- [7] Alfa ARZATE, *Extraction et raffinage du sucre de canne*, Saint Norbert d'Athabaska, 25 novembre 2005.
- [8] Martine DELCOUX, *Procédés de transformation en sucrerie (partie2)*, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mars 2003.
- [9], Reed FISH, Nagodawithana BROWN, *la levure sous toutes ses formes*, livre de Reed et Nagodawithana, volume 2, pages 139-140, Mai 2007
- [10] Hubert OLBRICH, *Fermentation technologist*, Institut für Zuckerindustrie, Berlin (Germany), 1963
- [11] Pascal POTTIER, Bernard VEYNACHTER, *Centrifugation et Décantation*, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 mars 2007.
- [12] Gerald BAILLARGEON, *Statistique appliquée pour les sciences de la gestion et les sciences économiques, exemples de traitement de données avec Excel et Minitab*, Université de QUEBEC à trois rivières. Juin 2003 Page 293.
- [13] Gerald LAMARQUE, Max FEINBERG, *Validation des méthodes externe d'analyses*, les Essentiels, www.techniques-ingénieur.fr, 10 décembre 2004.

ANNEXES

ANNEXE 1. Composition de la levure

Tableau 3 – Valeurs moyennes indicatives pour des levures prélevées à l'état frais

Composition	Teneur (%)	Éléments constitutifs	Teneur (%)
Matières sèches	30,0 à 33,0		
Protéines	40,6 à 58,0	Glutathion (1)	0,5 à 1,5
Glucides	35,0 à 45,0	Glycogène	5 à 10
		Tréhalose (2)	8 à 20
Lipides	4,0 à 6,0	Phospholipides	1 à 2
Minéraux	5,0 à 7,5	Potassium	0,8 à 2,0
		Sodium	0,01 à 0,2
		Calcium	0,02 à 0,15
		Magnésium	0,04 à 0,18
		Phosphore	0,8 à 1,3
		Sous forme P ₂ O ₅	2,0 à 3,0
Vitamines	0,002 à 0,05	Thiamine (B1)	0,002 à 0,015
		Riboflavine (B2)	0,002 à 0,008
		Pyridoxine (B6)	0,002 à 0,006
		Niacine (PP)	0,010 à 0,050

(1) Glutathion : tripeptide contenant un groupe sulphydryle ; c'est un dérivé d'acide aminé.

(2) Trehalose : diholoside que l'on rencontre dans de nombreux champignons, levures, algues.

ANNEXE 2. Tableau des coefficients ai du test de SHAPIRO et WILK

i	n	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
1		0,3989	0,3964	0,3940	0,3917	0,3894	0,3872	0,3850	0,3830	0,3808	0,3789	0,3770	0,3751
2		0,2755	0,2737	0,2719	0,2701	0,2684	0,2667	0,2651	0,2635	0,2620	0,2604	0,2589	0,2574
3		0,2380	0,2368	0,2357	0,2345	0,2334	0,2323	0,2313	0,2302	0,2291	0,2281	0,2271	0,2260
4		0,2104	0,2098	0,2091	0,2085	0,2078	0,2072	0,2065	0,2058	0,2052	0,2045	0,2038	0,2032
5		0,1880	0,1878	0,1876	0,1874	0,1871	0,1868	0,1865	0,1862	0,1859	0,1855	0,1851	0,1847
6		0,1689	0,1691	0,1693	0,1694	0,1695	0,1695	0,1695	0,1695	0,1695	0,1693	0,1692	0,1691
7		0,1520	0,1526	0,1531	0,1535	0,1539	0,1542	0,1545	0,1548	0,1550	0,1551	0,1553	0,1554
8		0,1366	0,1376	0,1384	0,1392	0,1398	0,1405	0,1410	0,1415	0,1420	0,1423	0,1427	0,1430
9		0,1225	0,1237	0,1249	0,1259	0,1269	0,1278	0,1286	0,1293	0,1300	0,1306	0,1312	0,1317
10		0,1092	0,1108	0,1123	0,1136	0,1149	0,1160	0,1170	0,1180	0,1189	0,1197	0,1205	0,1212
11		0,0967	0,0986	0,1004	0,1020	0,1035	0,1049	0,1062	0,1073	0,1085	0,1095	0,1105	0,1113
12		0,0848	0,0870	0,0891	0,0909	0,0927	0,0943	0,0959	0,0972	0,0986	0,0998	0,1010	0,1020
13		0,0733	0,0759	0,0782	0,0804	0,0824	0,0842	0,0860	0,0876	0,0892	0,0906	0,0919	0,0932
14		0,0622	0,0651	0,0677	0,0701	0,0724	0,0745	0,0765	0,0783	0,0801	0,0817	0,0832	0,0846
15		0,0515	0,0546	0,0575	0,0602	0,0628	0,0651	0,0673	0,0694	0,0713	0,0731	0,0748	0,0764
16		0,0409	0,0444	0,0476	0,0506	0,0534	0,0560	0,0584	0,0607	0,0628	0,0648	0,0667	0,0685
17		0,0305	0,0343	0,0379	0,0411	0,0442	0,0471	0,0497	0,0522	0,0546	0,0568	0,0588	0,0608
18		0,0203	0,0244	0,0283	0,0318	0,0352	0,0383	0,0412	0,0439	0,0465	0,0489	0,0511	0,0532
19		0,0101	0,0146	0,0188	0,0227	0,0263	0,0296	0,0328	0,0357	0,0385	0,0411	0,0436	0,0459
20		0,0000	0,0049	0,0094	0,0136	0,0175	0,0211	0,0245	0,0277	0,0307	0,0335	0,0361	0,0386
21			0,0000	0,0045	0,0087	0,0126	0,0163	0,0197	0,0229	0,0259	0,0288	0,0314	
22					0,0000	0,0042	0,0081	0,0118	0,0153	0,0185	0,0215	0,0244	
23							0,0000	0,0039	0,0076	0,0111	0,0143	0,0174	
24									0,0000	0,0037	0,0071	0,0104	
25										0,0000	0,0035		

**Filière Ingénieurs IAA****Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme d'ingénieur d'Etat****Nom et prénom: AGBA-ALOULA Mabissaa****Année Universitaire : 2010/2011****Titre: *Evaluation Statistique du Rendement de Clarification de mélasse*****Résumé**

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

Profitant de leur expertise et dans un souci d'augmentation de la productivité, j'ai soumis le sujet intitulé : « *EVALUATION DU RENDEMENT DE LA CLARIFICATION DE MELASSE* » au service qualité en charge de mon stage. Pendant toute la période de stage, le travail a été séquencé d'abord en une quantification de la dispersion du système de mesure du rendement qui nous a été soumis par le service opérant, propre à des effets aléatoires. Pour cela, il a fallu étudier la répétabilité de ce mode opératoire sur 3 séries de prise de mélasse contenant 6 échantillons chacune afin de s'assurer de la fiabilité du mode opératoire évaluant le rendement. Par la suite, un échantillonnage systématique a été fait dans le but de procéder à un test d'hypothèse de la moyenne des rendements calculés sur chaque échantillon. Dès lors, on a été amené à vérifier les hypothèses suivantes : H₀ : $\mu=50\%$; H₁ : $\mu<50\%$. L'objectif de l'entreprise étant d'avoir au moins un rendement de 50% pour le clarificateur de mélasse SB60.

Mots clés : rendement ; répétabilité ; clarification ; mélasse ; test

ABSTRACT

This project graduation conducted from February 1 to May 31, 2011 was motivated by the need to deep my knowledge in the field of yeast producers, which admittedly ancient but ever-changing with biotechnology. This was held in the company LESAFFRE-MOROCCO world's number one manufacturing baker's yeast and bread improvers.

Taking advantage of their expertise and in order to increase productivity, I submitted the topic: "ASSESSMENT OF PERFORMANCE OF THE CLARIFICATION OF MOLASSES" quality service in charge of my internship. Throughout the probationary period the work has been sequenced in a quantifying the dispersion of performance measurement system that has been submitted by the service operates specific random effects. Why it was necessary to study the repeatability of this procedure on 3 series making molasses samples each containing 6 to ensure the reliability of the procedure evaluating performance. Subsequently, a systematic sampling was done in order to conduct a hypothesis test of the average yield calculated for each sample. Therefore, we have been led to verify the following hypotheses: H₀: $\mu = 50\%$; H₁: $\mu < 50\%$. The company's goal is to have at least a 50% return for the clarifier molasses SB60.

Keywords: Yield; repeatability clarification, treacle; test







Rapport Gratuit.Com





















Rapport Gratuit.Com



Lesaffre

Maroc

30000 Fés



Sidi Brahim, rue Ibn Elbanaâ
UNIVERSITE SIDI MOHAMMED BEN ABDELLAH
Faculté des Sciences et Techniques
www.fst-usmba.ac.ma



0535 737 530 - 0535 737 557

0535 737 538

