

**République algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université d'A. MIRA - Bejaia**

**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**  
**Département des Sciences Alimentaires**



Réf : .....

## **Mémoire de Fin de Cycle**

**En Vue de l'Obtention du Diplôme Master**

### **Thème**

*Optimisation de l'inversion de sucre liquide :  
influence de la concentration d'acide citrique  
et du temps de chauffage*

Soutenu le 23 juin 2018

**Présenté par :**

**Mr : BAHIRENE AMINE**

**Mlle : CHEFAI FERIEL**

**Devant le Jury :**

<b>Mr OUCHEMOUKH.S</b>	<b>MCA</b>	<b>Président</b>
<b>Mr TAMENDJARIA</b>	<b>Professeur</b>	<b>Encadreur</b>
<b>Mlle BRAHEMLN</b>	<b>MCB</b>	<b>Examinatrice</b>

Année universitaire : 2017 /2018

# Remerciements

Avant toute chose nous remercions **DIEU** le Tout Puissant, qui nous a donné la volonté, le courage, la persévérance et la santé afin de réaliser ce travail.

Nous remercions profondément notre promoteur **Mr TAMENDJARI** pour avoir accepté de nous encadrer tout le long de ce travail, en nous faisant bénéficier de ses connaissances, ainsi que pour son aide, ses critiques constructives, sa disponibilité, son suivi, ses conseils et orientations et son soutien en âme dynamique.

Nous remercions **Mr BACHIR BAI** et **Mme ABIDER** pour avoir accepté de nous aider et pour leur soutien.

Nous remercions très chaleureusement les membres de jury, à savoir :

- **Mr OUCHEMOUKH**, de nous avoir consacré de son temps en nous faisant l'honneur d'accepter de présider le jury ;
- **Mlle BRAHEMI**, pour nous avoir fait l'honneur d'accepter d'examiner notre travail.

Nous tenons à remercier **Mr HADJAL**, Responsable du département de recherche et développement du complexe agroalimentaire **CEVITAL**, notre encadreur pour son aide, ses conseils et son orientation durant la réalisation de notre travail.

Nos sincères remerciements s'adressent à **Mr BIREM**. Le responsable du laboratoire de la raffinerie de sucre 3000T à **CEVITAL** et **Mr KRIM**, **Mr SAHLI**, **Mr FARES**, **Mr ZIDELKHIL**, **Mme CHERCHAL** et **Mme TAZAROUT** pour l'aide qu'ils nous ont apportée, leurs orientations et conseils qui ont été très objectifs et pour leurs simplicité avec nous.

Enfin, nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

# Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

A mes parents pour qui aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour dont ils ne cessent de me combler. Que dieu leur procure bonne santé et longue vie.

A mon frère **AMINE** et à ma sœur **SABRINA** qui sont ce que j'ai de plus chère au monde

A toute ma famille, et mes amis **SOUAD, ANIS, KAHINA, MELISSA, BILAL, FARID, DIDOUCHE, SARAH, YAMINA et FARES.**

A mon binôme **AMINE** qui a été patient avec moi, et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci.

**FERIEL**

# Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

A mes parents .Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour Dont ils ne cessent de me combler

Que dieu leur procure bonne santé et longue vie.

A mes frères **KOCEILA, AHMED** et **LOUNES** ;

Et bien sur A ma sœur **CÉLIA** à qui je souhaite une vie en rose avec son époux

A ma très chère tante **HAYETTE**, son époux **RACHID** ainsi que leurs enfants

A toute ma famille, et mes amis, en particulier **BELHABIBE KOCEILA** ;

A ma binôme **Feriel**.

Et A tout mes collègues de la section QPSA.

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, Je dédie ce modeste travail à toutes les personnes chères à mon cœur.

Qu'elles trouvent ici l'expression de toutes mes gratitude et mes amours.

Je vous dis merci.

**AMINE**

# Liste des abréviations

**A.c** : Acide citrique.

**BBD** : Plan de Box Benhnken.

**IAA** : Industrie Agro-alimentaire.

**HPLC** : Chromatographie liquide haute performance.

**JMP** : en Anglais **-jump-** , logiciel informatique de statistiques.

**Min** : Minutes.

**Pol** : polarité.

**RID** : Refractive index detector.

**RMS** : Root Mean Square

**T°** : Température en degré Celsius.

**T.I** : Taux d'inversion.

# Liste des figures

Figure 1 : Saccharose (forme semi-développée) .....	2
Figure 2 : Représentation schématique de la canne à sucre adulte (A) et de la betterave sucrière (B)4	
Figure 3 : Hydrolyse de saccharose sous l'effet d'une enzyme ou d'un acide.....	5
Figure 4 : Diagramme générale fabrication du sucre dans le complexe CEVITAL.....	8
Figure 5 : Chromatographe HPLC .....	9
Figure 6 : Graphique des valeurs observées en fonction de valeurs prévues pour le brix du sucre inverti .....	24
Figure 7 : Graphique des valeurs observées en fonction de valeurs prévues pour la polarité du sucre inverti .....	27
Figure 8 : Graphique des valeurs observées en fonction de valeurs prévues pour la pureté du sucre inverti .....	30
Figure 9: Graphique des valeurs observées en fonction de valeurs prévues pour le taux d'inversion du sucre inverti .....	33
Figure 10 : Graphique des valeurs observées en fonction de valeurs prévues pour le glucose contenu dans le sucre inverti.....	35
Figure 11 : Graphique des valeurs observées en fonction de valeurs prévues pour le fructose contenu dans le sucre inverti.....	38
Figure 12 : Graphique des valeurs observées en fonction de valeurs prévues pour le saccharose contenu dans le sucre inverti .....	41
Figure 13 : Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le brix du sucre liquide inverti .....	43
Figure 14 : Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur la polarité du sucre liquide inverti.....	44
Figure 15 : Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur la pureté du sucre liquide inverti.....	44
Figure 16 : Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le taux d'inversion du sucre liquide inverti.....	45
Figure 17 : Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le glucose contenu dans le sucre liquide inverti.....	46
Figure 18 : Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le fructose contenu dans sucre liquide inverti.....	46
Figure 19 : Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le saccharose contenu dans le sucre liquide inverti.....	47

# Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition moyenne de la canne à sucre.....	3
Tableau 2 : Composition moyenne de la betterave sucrière.....	3
Tableau 3 : Propriétés physico-chimique de sucre liquide.....	6
Tableau 4 : Tests préliminaires.....	13
Tableau 5 : Les niveaux des paramètres choisis.....	14
Tableau 6: Le modèle expérimental utilisé.....	14
Tableau 7: Résultats des analyses physico-chimiques de la matière première.....	21
Tableau 8 : Résultats des tests préliminaires.....	21
Tableau 9 : Plan et résultats d'optimisation des conditions de l'inversion par le plan BBD.....	22
Tableau 10 : Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le Brix du sucre...	25
Tableau 11 : Paramètre des modèles de surfaces de réponse du Brix du sucre inversi.....	26
Tableau 12: Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour la polarité du sucre inversi.....	28
Tableau 13: Paramètre des modèles de surfaces de réponse de la polarité du sucre inversi.....	29
Tableau 14 : Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour la pureté du sucre inversi.....	31
Tableau 15: Paramètre des modèles de surfaces de réponse de la pureté du sucre inversi.....	32
Tableau 16: Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le taux d'inversion du sucre inversi.....	34
Tableau 17: Paramètre des modèles de surfaces de réponse du taux d'inversion du sucre inversi ..	34
Tableau 18 : Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le glucose contenu dans le sucre inversi.....	36
Tableau 19 : Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le glucose contenu dans le sucre inversi.....	37
Tableau 20 : Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le fructose contenu dans le sucre inversi.....	39
Tableau 21: Paramètre des modèles de surfaces de réponse du fructose contenu dans le sucre inversi.....	39
Tableau 22: Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le saccharose contenu dans le sucre inversi.....	42
Tableau 23: Paramètre des modèles de surfaces de réponse du saccharose contenu dans le sucre inversi.....	42
Tableau 24: Conditions optimales de l'inversion du sucre liquide.....	47
Tableau 25 : résultats d'analyses physico-chimiques du test pour les conditions optimales.....	48

# Table des matières

Liste des abréviations.	
Liste des figures.	
Liste des tableaux.	
Introduction .....	1
Synthèse bibliographique	
I-1: Généralités su les sucres .....	2
I-1.1: Saccharose .....	2
I-1.1.1: Les sources du saccharose .....	2
I-1.1.1.a: La canne à sucre et sa composition.....	3
I-1.1.1.b: La betterave sucrière et sa composition.....	3
I-1.1.2: Synthèse du saccharose dans les plantes .....	4
I-1.1.3: Hydrolyse du saccharose (inversion).....	4
I-1.2: Sucre liquide .....	6
I-1.2.1: Spécifications physico-chimiques .....	6
I-1.3: Sucre liquide inversé.....	6
I-1.3.1: Utilisation de sucre liquide inversé.....	7
I-1.4: Le procès de production de sucre .....	8
I-2: Généralités sur les plans d'expériences .....	9
I-2.1: Définition.....	9
I-2.2 : Terminologie .....	9
I-2.3: Plan de surface de réponse .....	10
Matériel et méthodes	
II-1 : Matériel utilisé.....	12
II-2 : Matière première utilisée.....	12
II-3 : Tests effectués .....	13
II-3.1 : Tests préliminaires effectués .....	13
II-3.2 : Tests de l'optimisation des conditions de l'inversion. ....	13
II-3.2.1 Application du plan Box-Behnken .....	13
II-3.3 : Test des conditions optimales de l'inversion.....	15
II-4: Méthodes d'analyses effectuées .....	15
II-4.1 : Analyses physico-chimiques .....	15



II-4.1.1 : Mesure du brix .....	15
II-4.1.2 : Mesure de la polarisation .....	16
II-4.1.3: Mesure du pH .....	17
II-4.1.4: Mesure de la couleur .....	17
II-4.1.5: Mesure de la pureté .....	18
II-4.1.6 : Mesure de taux d'inversion par chromatographie liquide haute performance (HPLC) ....	19
Résultats et discussions	
III-1: Matière première .....	21
III-2 : Optimisation des conditions d'inversion.....	21
III-2.1: Tests préliminaires .....	21
III-2.2 : Plan d'expérience Box-Behnken.....	22
III-2.2.1 : Analyse des résultats .....	22
III-2.2.1.1 : Validation du modèle pour le facteur Brix.....	23
III-2.2.1.2 : Validation de modèle pour le. facteur de polarisation .....	27
III-2.2.1.3 : Validation de modèle pour le facteur de Pureté .....	30
III-2.2.1.4 : Validation de modèle pour le facteur du taux d'inversion .....	32
III-2.2.1.5: Validation de modèle pour le facteur du Glucose .....	35
III-2.2.1.6 : Validation de modèle pour le facteur du Fructose .....	37
III-2.2.1.7 : Validation de modèle pour le facteur du Saccharose .....	40
III.2.2.2: Représentations spatiales et analyse des modèles de surfaces de réponses.....	43
III-2.2.3: Paramètres optimaux.....	47
III-2.2.3.1: Résultats d'analyse du test pour les conditions optimales .....	48
Conclusion .....	49
Références bibliographiques.	
Annexes.	

# Introduction

L'accroissement des revenus, le progrès technologique, l'urbanisation et les changements démographiques ont contribué à faire évoluer les modes de vie, notamment les habitudes alimentaires (**Ortiz Cerda, 2017**).

L'industrie sucrière compte parmi les industries agroalimentaires les plus connues et les plus répandues dans le monde. Elle est entrain de vivre une profonde mutation, le passage de stade artisanal à celui de la production totalement rationalisée et automatisée, une telle évolution entraine une adaptation profonde des matières premières. Le sucre liquide inverti en constitue un parfait exemple.

Le sucre procure plusieurs qualités fonctionnelles aux aliments naturels et transformés, qui sont importants pour assurer la qualité et la salubrité pour les consommateurs. La variété et le caractère unique de ces qualités fonctionnelles éliminent le besoin d'ajouter des additifs alimentaires qui seraient nécessaires si le sucre n'était pas présent dans les aliments. Ceci fait que le sucre est un ingrédient naturel utile et polyvalent et un nutriment important dans notre alimentation.

Autrefois, l'utilisateur (confiseur, biscuitier) fabriquait lui-même le sucre liquide inverti, de façons artisanale et discontinue : fonte de sucre, ajout d'acide alimentaire ... Actuellement, il est préparé dans des ateliers et délivré prêt à l'emploi.

L'unité de **CEVITAL** est le seul organisme au niveau national et continental qui fabrique le sucre liquide (sucre liquide saccharose et sucre liquide inverti), pour répondre à des exigences et spécifications industriels, ainsi qu'aux besoins des consommateurs.

Pour se faire, des installations, des équipements et des moyens adéquats sont mis en œuvre pour la fabrication du sucre liquide, l'utilisation d'un agent qui catalyse l'hydrolyse du saccharose comme l'acide citrique (le plus utilisé dans les IAA et industrie détergent) est incorporé à différentes concentration pour aboutir à un taux d'inversion bien précis.

Le **Groupe CEVITAL** leader de l'agroalimentaire veut diversifier sa production, et cela en élaborant un sucre liquide inverti qui sera une matrice en vue de la fabrication d'autres produits, comme le miel industriel, boisson gazeuse, sorbet...

Notre travail a été réalisé au niveau du laboratoire physicochimique de l'unité sucre liquide et de la raffinerie de sucre 3000T qui consiste à optimiser le paramètre d'inversion, qui est influencé par la concentration d'acide citrique et le temps de chauffage.

# Synthèse bibliographique

## I-1 Généralités sur les sucres

### I-1.1 Saccharose

Le saccharose est un composé organique mieux connu comme sucre de table. Il est parfois appelé aussi saccharose qui est inodore, blanc, poudre cristalline qui a un goût sucré et joue un rôle essentiel dans la nutrition humaine (Bryan, 1990).

Le saccharose est un disaccharide ou diholoside, non réducteur, cristallisé à l'état anhydre et très soluble dans l'eau (figure1), les deux oses qui le composent sont le dextrose (ou glucose) et le lévulose (ou fructose) qui sont réducteurs reliés par une liaison glycosidique. Il a pour formule brute  $C_{12}H_{22}O_{11}$ , sa masse moléculaire est de 342 g/mole. Sa dénomination chimique complète est :  $\alpha$ -D-glucopyranosyl (1→2)  $\beta$ -D-fructofuranoside (Multon, 1992).

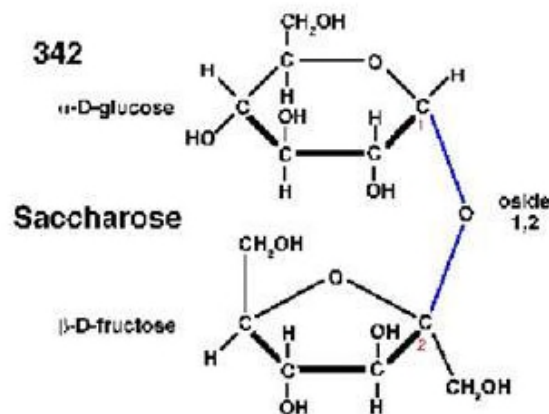


Figure 1 : Forme semi-développée du saccharose (Multon, 1992).

#### I-1.1.1 Les sources du saccharose

Le sucre existe dans toutes les plantes contenant de la chlorophylle. On le trouve dans presque tout les fruits, dans de nombreux arbres (dattier, érable, palmier, saule, mélèze, frêne etc.), dans les racines, les feuilles et les tiges des plantes (canne, betterave, carotte, petits pois, patate douce, etc.), dans les fleurs (dahlia, lupin, etc.), dans les sécrétions d'animaux (miel, lait, etc.). Si quelques-unes de ces sources sont exploitées (sucre d'érable au Canada, sucre de coco et de palme en Thaïlande, sirop de maïs aux USA.), c'est bien la betterave et la canne qui constituent les deux principales sources mondiales de sucre (Van Aelest, 2006).

### I-1.1.1.a La canne à sucre et sa composition

La canne à sucre « *Saccharum officinarum* » est une plante de la famille des Poacées (graminées). Toutes les espèces du genre « *Saccharum* » sont des graminées vivaces de grande longévité dont l'aspect rappelle celui du roseau (Figure 2). Il existe plusieurs variétés qui possèdent des caractéristiques diverses s'adaptant ainsi aux différentes régions de culture : robustesse, résistance aux maladies, teneur en sucre plus ou moins élevée...etc (**Ekpélikpézé et al., 2016**).

Les principaux constituants de la canne à sucre sont le sucre et les fibres. La Composition moyenne est présentée dans le tableau 1.

**Tableau 1 :** Composition moyenne de la canne à sucre (**Ekpélikpézé et al., 2016**).

Composants	Teneur (%)
Eau	70
Fibre ligneuse	14
Saccharose	14
Impureté	2

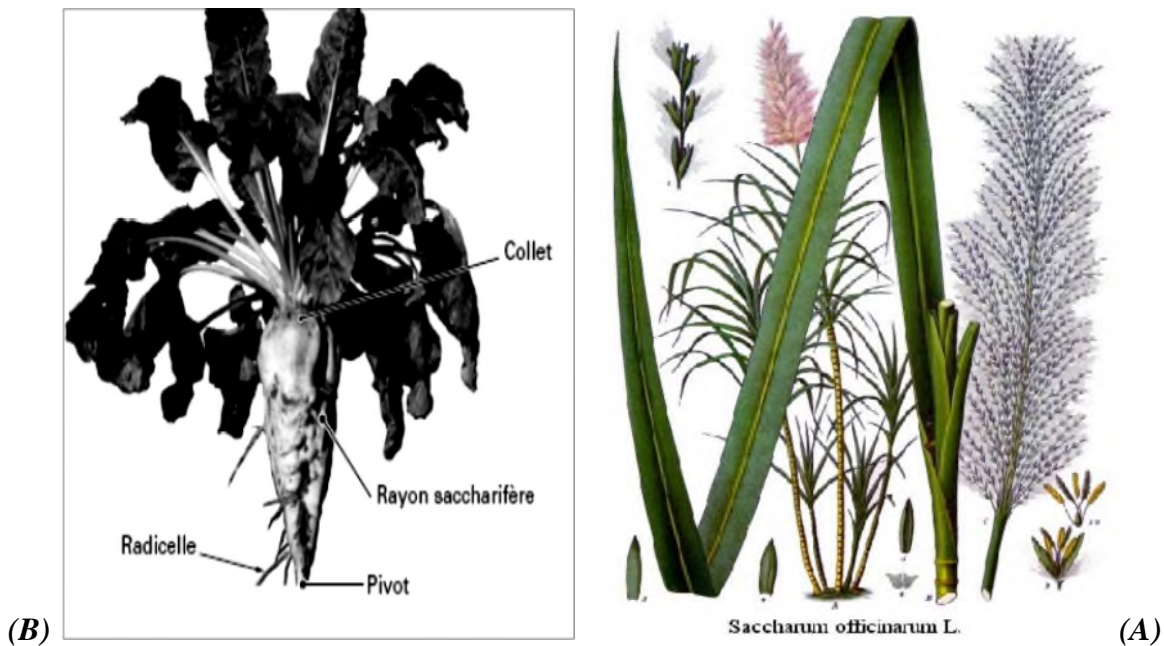
### I-1.1.1.b La betterave sucrière et sa composition

La betterave appartient à la famille des chénopodiacées. Les espèces du genre "Beta" peuvent être classées en quatre groupes principaux : Beta, Corollinae, Nanae, Procumbentes ; Beta maritima appartient au groupe des "Vulgares". On trouve plus particulièrement cette espèce le long des côtes atlantiques et méditerranéennes (figure 2).

La Composition moyenne de la betterave sucrière est présentée dans le tableau 2.

**Tableau 2 :** Composition moyenne de la betterave sucrière (**Belhamri, 2005**).

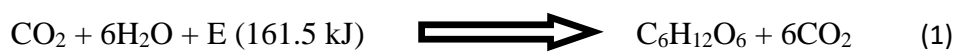
Composition	Teneur %
Matière sèche	23,5
Eau	76,5
Saccharose	17



**Figure 2 :** Représentation schématique de la canne à sucre adulte (A) (Gaudin, 1999) et de la betterave sucrière (B)(Decloux, 2002).

### I-1.1.2 Synthèse du saccharose dans les plantes

Dans les plantes, les glucides tels les sucres, l'amidon ou la cellulose, sont formés par photosynthèse selon la réaction (1). L'énergie solaire (la lumière) est nécessaire à cette réaction. Elle est captée par l'intermédiaire de la chlorophylle et assimilée par la plante afin de convertir l'énergie lumineuse en énergie chimique (Yahi *et al.*, 2017).



### I-1.1.3 Hydrolyse du saccharose (inversion)

L'hydrolyse de saccharose appelée « inversion », provoque la transformation du saccharose en un mélange équimolaire de glucose et de fructose (Dilmi-Bouras, 1998).

Les principales voies d'hydrolyse du saccharose sont la décomposition thermique du saccharose au-delà de 90 °C, l'inversion en milieu acide et l'hydrolyse enzymatique (Van der Poel, 1998).

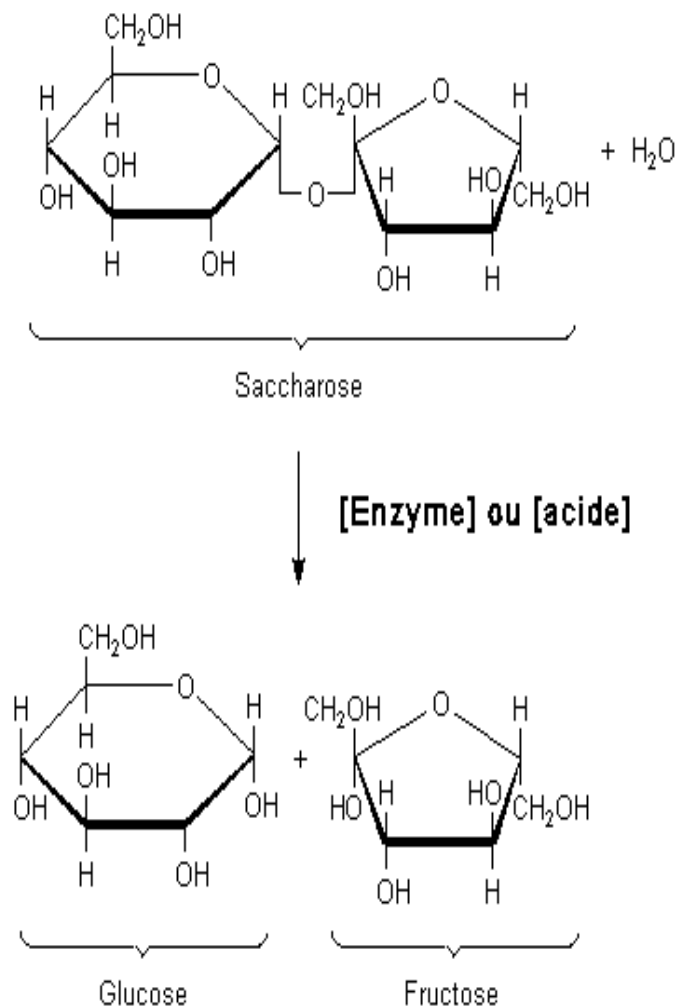
Il existe deux techniques d'hydrolyse :

- **Hydrolyse acide**

C'est une réaction irréversible où l'acide joue le rôle de catalyseur, le degré d'inversion dépend de trois facteurs : la concentration de l'acide, le temps de contact et de la température (Durand *et al.*, 1999).

- **Hydrolyse enzymatique ( $\alpha$ -amylase)**

Elle est particulièrement adaptée à la production de sucre inverti à très haut degré d'hydrolyse (Nasef *et al.*, 2005). A l'échelle industriel, les enzymes sont les plus utilisées pour la transformation du saccharose (figure 3) (Mai, 2004).



**Figure 3 :** Hydrolyse de saccharose sous l'effet d'une enzyme ou d'un acide (Mai, 2004).



### I-1.2 Sucre liquide

Le sucre liquide ou sirop de sucre est composé de saccharose, est fabriqué à partir du sirop décoloré issu de la raffinerie de sucre, après déminéralisation, polishing sur charbon actif, pasteurisation, filtration, stérilisante et concentration (**Lefrancois and Ruby, 2005**).

#### I-1.2.1 Spécifications physico-chimiques

Les propriétés physico-chimiques de sucre liquide sont représentées dans le tableau ci dessous.

**Tableau 3 : Propriétés physico-chimiques du sucre liquide.**

Caractéristiques	Spécifications	Unité	Normes d'essai
Pureté	Min 99.9	%	Calculée selon saccharose 100% moins les cendres
Brix	67 ± 1	%	ICUMSA GS 43//8-13 (2009)
Densité	1.32 - 1.34	-	Densimétrie
Ph	6.0 – 8.6	-	ICUMSA GS19/8/7/4/3/2/-23 (2009)
Couleur	Max 35	U. ICUMSA	SNFS Ch 1-15 (1999)
Cendres Conductimétriques	Max 0.05	% sur MS	ICUMSA GS 23//9 -17(2011)
Teneur en anhydride sulfureux SO <sub>2</sub>	≤ 10	Ppm	ICUMSA GS 27/1//9 - 33 (2011)

### I-1.3 Sucre liquide inverti

Le sucre liquide inverti est un mélange équimolaire de fructose et de glucose obtenu par hydrolyse de saccharose. Cette molécule est entièrement ou partiellement dissociée (**Guérin et al., 1978**).

Il possède un pouvoir sucrant supérieur à celui du saccharose, utilisé dans les industries agro-alimentaires et pharmaceutiques (**Kurup et al., 2005**). Le sucre inverti étant plus soluble que le saccharose, la teneur en inverti d'un sirop influence ses propriétés de cristallisation. Plus un sirop est inverti, moins il aura tendance à se cristalliser. Ainsi pour préparer des produits dérivés tels que le tire d'érable ou le caramel à l'érable qui doivent demeurer exempts de cristallisation, on utilise un sirop inverti (**Dumont, 1998**).

Le sucre liquide à différents pourcentages d'inversion est largement accepté, car une densité plus élevée des solutions les rend moins sensibles à la levure et à la croissance de moisissures. De plus, les densités plus élevées permettent le stockage de longue durée de sucre dans toutes les tailles de réservoir donné par rapport au sucre liquide. De plus, dans de nombreuses situations, le coût du fret par unité de volume est plus faible pour les sirops de haute densité. Cinquante pour cent du sucre liquide inversé ayant une concentration de 77% ne contient que 23% d'eau par rapport à 33.5% d'eau dans le liquide de saccharose (**Joslyn and Pilnik, 1961**).

### **I-1.3.1 Utilisation de sucre liquide inversé**

Le sucre liquide inversé est largement utilisé dans plusieurs activités :

En raison de ses propriétés hygroscopiques (rétention de l'humidité en vue du maintien du moelleux des produits) dans :

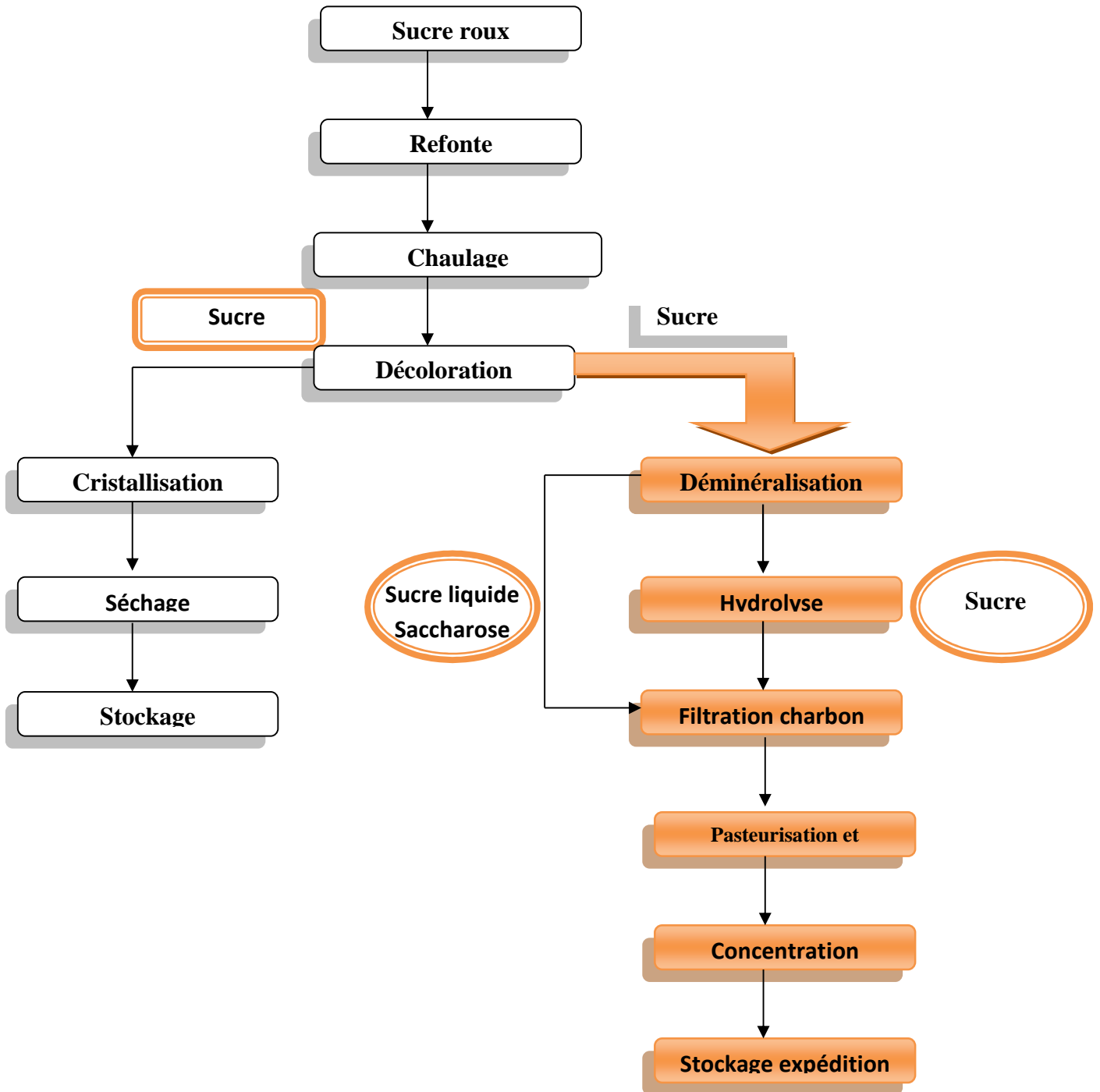
- La confiserie : article à la gélatine, pâtes de fruits.
- La pâtisserie industrielle : pain d'épices, madeleines, brioches, cakes.

En raison de ses propriétés physiques et organoleptiques particulières dans :

- Les crèmes glacées, les sorbets : dans les crèmes glacées, il est utilisé pour son pouvoir sucrant élevé (pour les sorbets, le sucre inversé, en abaissant la température de congélation, augmente le rapport phase liquide/phase solide et donc une texture plus souple).
- L'industrie de boisson : sodas, limonade, jus (**Nasef *et al.*, 2005**).

I-1.4 Le procès de fabrication de sucre

Le schéma ci-dessous représente les différentes étapes de fabrication de sucre.



**Figure 4 :** Diagramme générale fabrication du sucre dans le complexe CEVITAL (Rachdi, 2002).

## I-2 Généralités sur les plans d'expériences

### I-2.1 Définition

Les plans d'expériences obtenir sont des techniques qui permettent de quantifier les effets de divers facteurs sur une réponse et de les optimiser dans des domaines expérimentaux bien déterminés. On organise une suite d'essais consistant à manipuler les facteurs afin de décrire la méthode permettant d'obtenir la réponse optimale (**Fadil *et al.*, 2015**).

Ces méthodes permettent l'expérimentation dans un nombre minimal d'expériences (**Zeboudj *et al.*, 2005**), donnent aussi la possibilité du criblage des facteurs, du plus influent au moins influent, et l'optimisation des conditions opératoires afin d'avoir le résultat souhaité.

### I-2.2 Terminologie

Les principaux termes sont utilisés dans la science des plans d'expériences ou expérimentique : (**Fadil *et al.*, 2014**)

- **Facteur**

Les variables que l'on désire étudier sont appelées facteurs. Un facteur varie entre une borne inférieure et une borne supérieure, les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut s'appelle le domaine de variation du facteur.

- **Réponse**

Les grandeurs qui intéressent l'expérimentateur et qui sont mesurées à chaque expérience sont appelées réponses.

- **Surface de réponse**

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. L'ensemble des ces réponses forme la surface de réponse. En général, on ne connaît que quelques réponses, celles des points expérimentaux retenus par l'expérimentateur. On interpole les réponses connues pour obtenir une approximation de la surface de réponse.

- **Plan d'expériences**

Chaque point du domaine d'étude représente des conditions opératoires possibles, donc une expérience que l'opérateur peut réaliser.

- **Coordonnées centrées réduites**

Lorsqu'on attribue la valeur -1 au niveau bas d'un facteur et la valeur +1 au niveau haut, on effectue deux modifications (On change l'unité de mesure et on déplace l'origine des mesures). Ces modifications entraînent l'introduction de nouvelles variables que l'on appelle variables centrées réduites, qui indiquent le changement d'origine et la nouvelle unité.

- **Matrice d'expérience**

La matrice d'expérience définit les essais à réaliser. Le terme essai est l'équivalent de point d'expérience lorsque l'on emploie la représentation en tableau des plans d'expériences. Il existe de nombreux autres termes pour désigner un essai : traitement, combinaison, expérience...etc.

### **I-2.3 Plan de surface de réponse**

La méthodologie de surface de réponse fait partie des plans d'expériences utilisés pour l'optimisation. C'est une modélisation empirique technique consacrée à l'évaluation de la relation d'un ensemble de facteurs expérimentaux contrôlés et observés avec les résultats (**Annadurai and Sheeja, 1998**).

En effet, la réponse dépend de la variation d'entrée (facteurs) et d'entrée ou stimuli. Ces variables permettent de représenter les variations spatio-temporelles des paramètres d'entrée par des modèles mathématiques. La construction des surfaces de réponses s'effectue suite à l'ajustement du modèle en utilisant des fonctions mathématiques (**Goupy and Creighton, 2006**).

Puisqu'il s'agit d'une optimisation et non pas d'une étude de l'effet de chaque facteur, les plans de surface de réponse sont mieux recommandés pour optimiser les variables opérationnelles (**Cheyrier et al., 1983**).

La méthode de surface de réponse nécessite trois étapes :

- 1) la construction du plan expérimental ;
- 2) la modélisation de la réponse ;
- 3) les représentations graphiques.

Les plans utilisés dans le cadre d'une étude de MSR sont des plans quadratiques tels que les plans centraux composites (Box-Wilson) ou les plans de Box-Behnken qui permettent de modéliser les réponses avec un modèle du second degré tout en respectant certains critères d'optimalité (**Box and Behnken, 1960**). La modélisation de la réponse est réalisée à l'aide de techniques de régression qui permettent de relier une réponse « y » à un ensemble de facteurs « xi » soit  $Y = f(x_1, x_2, x_3 \dots x_n)$ .

# Matériel et méthodes

### II- Matériel et méthodes

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire 3000 tonnes de la raffinerie sucre de CEVITAL. Ce groupe élabore une gamme variée de produits de haute qualité selon les réglementations et les exigences qualité internationales.

#### II-1 Matériel utilisé

Le matériel utilisé (annexe I) est énuméré ci-après :

- Diluteur automatique
- Réfractomètre (saccharimètre)
- Polaser
- pH-mètre
- Spectrophotomètre
- Agitateur
- HPLC
- Logiciel Cléopâtre
- Plan d'expérience
- Balance analytique
- Plaque chauffante
- Thermomètre infrarouge

#### II-2 Matière première utilisée

La matière première utilisée est le sucre liquide fini qui a été prélevé à l'expédition du complexe **CEVITAL**. Le prélèvement est exécuté par l'ouverture des vannes, le rinçage des flacons de prélèvement est effectué avec le sirop afin d'éviter toute source d'erreurs. Les échantillons sont ensuite transportés au laboratoire pour les analyses physico-chimiques (brix, pureté, pH, taux d'inversion, polarité, glucose, fructose, saccharose).

L'ajout de l'acide citrique (acide tricarboxylique de formule chimique  $C_6H_8O_7$ , additif alimentaire utilisé en IAA et en détergents) contribue à la dissociation de la molécule de saccharose en ses deux monosaccharides, glucose et fructose (**Abass, 2002**).



### II-3 Tests effectués

#### II-3.1 Tests préliminaires effectués

L'optimisation de l'inversion de sucre liquide passe d'abord par des tests préliminaires, pour donner des meilleures conditions à utiliser dans le plan d'expériences.

Chauffer 500 ml de sucre liquide à une température de 50°C puis ajouter 5ml d'acide citrique 1% chaque 10min en effectuant un prélèvement (tableau 5). Des analyses physico-chimiques sont effectuées pour chaque échantillon (brix, polarité, pureté, pH, taux d'inversion, glucose, fructose, saccharose).

**Tableau 4:** Tests préliminaires.

Echantillons	1	2	3	4	5	6	7
Quantité d'A.c (1%) (ml)	5	10	15	20	25	30	35
Temps de chauffage (min)	50	60	70	80	90	100	110

#### II-3.2 Tests de l'optimisation des conditions de l'inversion

L'application du plan de Box Behnken, suite à des tests préliminaires, permet d'optimiser des conditions de l'inversion.

Des solutions de 200ml de sucre liquide ont été préparées, en supposant un domaine de variation de la concentration d'acide citrique et du temps de contact (tableau 5). Des analyses physico-chimiques sont effectuées pour chaque échantillon (brix, polarité, pureté, pH, taux d'inversion, glucose, fructose, saccharose).

##### II-3.2.1 Application du plan Box-Behnken

Le plan de Box-Behnken est employé pour étudier l'influence de l'acide citrique et du temps de chauffage sur l'inversion du sucre liquide.

Afin d'évaluer les meilleures conditions pour l'inversion du sucre liquide, deux paramètres ont été étudiés : la concentration d'acide citrique et le temps de chauffage désignés par  $X_1$  et  $X_2$ , respectivement. Les niveaux bas, moyen et haut de chaque variable ont été désignés par -1, 0 et +1, respectivement (Tableau 5).

**Tableau 5:** Les niveaux des paramètres choisis.

X <sub>1</sub> concentration d'acide citrique (%)	X <sub>2</sub> temps de contact (min)
(-1) 1	(-1) 10
(0) 2,5	(0) 40
(+1) 4	(+1) 70

La méthode de surface de réponse (RMS), model mathématique polynomial, est développé, dont le modèle expérimental le plan de Box Behnken utilisé est représenté dans le Tableau 6. L'évaluation a porté sur l'inversion du sucre liquide.

**Tableau 5:** Le modèle expérimental utilisé.

N° d'essai	Concentration d'acide citrique (%)	Temps (min)
1	(+1) 4	(0) 40
2	(0) 2,5	(-1) 10
3	(+1) 4	(-1) 10
4	(-1) 1	(-1) 10
5	(+1) 4	(+1) 70
6	(0) 2,5	(+1) 70
7	(-1) 1	(+1) 70
8	(-1) 1	(0) 40
9	(0) 2,5	(0) 40
10	(0) 2,5	(0) 40

### II-3.3 Test des conditions optimales de l'inversion

Le logiciel JMP résume les conditions de l'inversion optimales en donnant une réponse pour le modèle.

6ml d'acide citrique 1,6% ont été ajoutés à une solution de 200ml de sucre liquide à une température de 50°C qu'on laisse réagir pendant 34min. Les mêmes analyses physico-chimiques ont été effectuées.

### II-4 Méthodes d'analyses effectuées

#### II-4.1 Analyses physico-chimiques

##### II-4.1.1 Mesure du Brix (ICUMSA GS 2/3-18,2007)

###### ➤ **Objet**

Cette méthode est utilisée pour mesurer le Brix des solutions.

###### ➤ **Principe**

Lorsqu'on chauffe une solution, l'eau s'évapore, une solution est donc composée de matière sèche et d'eau. Le brix est le rapport entre la quantité de matière sèche contenue dans l'eau et la quantité de solution. Il est exprimé en pourcentage par la formule suivante :

$$\text{Brix} = \frac{\text{Quantité de matière sèche(g)}}{\text{Quantité de solution (g)}} (\%)$$

###### ➤ **Mode opératoire**

- Diluer le produit à analyser au 1/5, en utilisant de l'eau distillée.
- Procéder à l'homogénéisation de la solution à l'aide d'un agitateur.
- Verser la solution dans le réfractomètre après avoir vérifié le zéro de l'appareil avec de l'eau distillée.

###### ➤ **Expression des résultats**

- Lire la valeur de Brix de la solution directement sur le réfractomètre.
- Calculer le Brix en multipliant la valeur lue par le facteur de dilution.

##### II-4.1.2 Mesure de la Polarisation (ICUMSA Méthode GS2/3-18,2007)

###### ➤ **Objet**

Une solution de sucre est composée de matière sèche et d'eau (E). Ces matières sèches contiennent des sucres (S) et des non sucres (NS). D'où :

$$MS = S + NS$$

$$\text{Quantité de solution (g)} = m(S) + m(NS) + m(E)$$

La polarisation est le rapport entre la quantité de sucre contenue dans la solution et la quantité de solution. Elle est généralement exprimée en pourcentage par la formule suivante :

$$\text{Polarisation}(\%) = [\text{Quantité de sucre}/\text{Quantité de solution}] \times 100$$

La teneur en saccharose d'une solution (polarisation) a été déterminée par polarimétrie.

### ➤ Principe

L'échantillon traversé par un faisceau de lumière polarisé provoque la rotation du plan de polarisation d'un angle donc la valeur est proportionnelle à la concentration en substance active et à l'épaisseur de la solution traversée.

### ➤ Mode opératoire

- Préparer (diluer) une solution de 1/5 à partir de l'échantillon à analyser, en utilisant de l'eau distillée.
- Procéder à l'homogénéisation de la solution à l'aide d'un agitateur.
- Introduire la solution dans un polarimètre.

### ➤ Expression des résultats

- La lecture de la valeur de la polarisation se fait directement sur le polarimètre.
- Calculer la polarisation en multipliant la valeur par facteur de dilution.

### II-4.1.3 Mesure du pH (ICUMSA méthode GS1/2/3/4/7/8/9-23, 2007)

#### ➤ Objet

C'est la mesure du potentiel hydrogène d'une solution de sucre liquide inverti à l'aide d'un pH mètre, le pH est un paramètre servant à définir si un milieu est acide ou basique.

#### ➤ Mode opératoire

- Rincer l'électrode à l'eau distillée puis sécher la.
- Plonger l'électrode propre et sèche dans la solution à analyser.
- Attendre la stabilisation de la valeur du pH.

#### ➤ Expression des résultats

La valeur du pH est directement lue sur l'écran de l'appareil.

### II-4.1.4 Mesure de la couleur (ICUMSA GS1/3-7, 2002)

#### ➤ **Objet**

Cette méthode est utilisée pour déterminer la couleur de l'échantillon en solution à pH=7.

#### ➤ **Principe**

L'échantillon est homogénéisé avec de l'eau distillée, la solution est filtrée à travers une membrane filtrante. L'absorbance de la solution filtrée est mesurée à une longueur d'onde de 420nm et on calcule la couleur de la solution.

#### ➤ **Mode opératoire**

- Préparer un sirop de Brix 50 à partir de l'échantillon à analyser.
- Laisser agiter jusqu'à l'homogénéisation de la solution.
- Ajuster le pH de la solution à  $7 \pm 0,2$  avec une solution d'acide ou de soude 0,1N.
- Filtrer à travers une membrane filtrante avec un filtre de  $0,45\mu\text{m}$  de porosité.
- Récupérer le filtrat dans un bécher propre et sec.
- Rincer la cellule avec la solution de sucre avant de la remplir en évitant les bulles d'air (on note que la cellule de mesure doit être propre et les parois que traverse le faisceau lumineux doivent être claires et nettes).
- Désaérer la solution dans un bain ultrason pendant 3min.
- Lire l'absorbance de la solution à 420nm dans une cellule de 5cm, après avoir fait le zéro base, avec de l'eau distillée filtrée dans la même cellule.
- Enfin on calcule la couleur à partir de la formule incluse dans le logiciel Cléopâtre.

#### ➤ **Expression des résultats**

$$\text{Couleur ICUMSA} = \frac{1000 \times AS}{b \times c}$$

Avec :

**As** : absorbance de la solution à 420nm.

**b** : longueur (cm) de la cellule (chemin optique à l'intérieur de la solution).

**c** : Concentration (g/ml) de la solution du sucre liquide.

### II-4.1.5 Mesure de la pureté (ICUMSA GS2/3-18,2007)

#### ➤ **Objet**

La pureté définit la quantité de sucre contenue dans la matière sèche. Elle est généralement exprimée en pourcentage.

$$\text{Pureté (\%)} = \frac{\text{Quantité de sucre (g)} \times 100}{\text{Quantité de la matière sèche (g)}}$$

Du fait que la pureté est le rapport entre la quantité de sucre et la quantité de matières sèches, la dilution ou la concentration d'une solution est sans effet sur la pureté.

#### ➤ **Principe**

La pureté définit la quantité de sucre contenu dans la matière sèche (**Clarke, 1996**).

Le principe de cette méthode se base sur la mesure de la polarisation, et du Brix du sucre liquide dilué au 1/5 puis en calcule sa pureté.

#### ➤ **Mode opératoire**

- Préparer une dilution de 1/5 à partir de l'échantillon à analyser, en utilisant de l'eau distillée.
- Procéder à l'homogénéisation de la solution à l'aide d'un agitateur.
- Mesurer le Brix de l'échantillon ainsi que la polarisation.
- Calculer le Brix ainsi que la polarisation en multipliant les valeurs obtenues par l'inverse de la dilution.

#### ➤ **Expression des résultats**

$$\text{pureté(\%)} = \frac{\text{Polarisation} \times 100}{\text{Brix}}$$

### II-4.1.6 Mesure de taux d'inversion par chromatographie liquide haute performance (HPLC) selon ICUMSA

#### ➤ **Objet**

Cette méthode est utilisée pour déterminer le taux d'inversion dans le sucre liquide inverti.

#### ➤ **Principe**

C'est une méthode de séparation des constituants d'un mélange qui emploie un solvant comme phase mobile et un solide ou un liquide supporté par un solide comme phase stationnaire.

L'HPLC n'est pas un principe en soi, chaque type de support permet de réaliser une chromatographie dont le principe est déjà connu et appliqué en pression ambiante: adsorption, exclusion- diffusion, ionique, phase inversée, etc.

L'HPLC se distingue des systèmes classiques par une augmentation de la vitesse d'échange entre phase solide et liquide et l'accroissement du nombre des plateaux théoriques (Audigié and Zonszain, 1995).

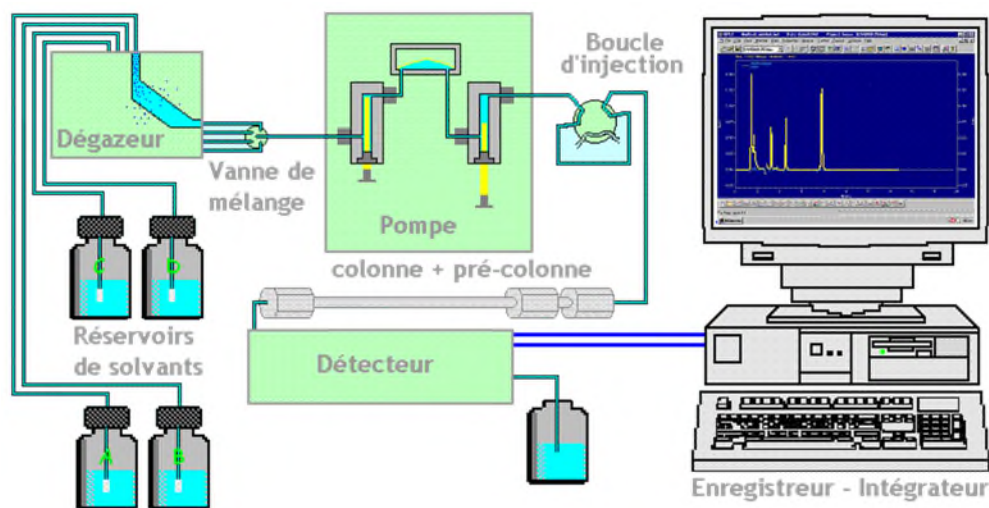


Figure 5: Chromatographe HPLC (Salghi, 2003).

### ➤ Mode opératoire

- Peser 0,1 g de l'échantillon dans une fiole de 100ml.
- Ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.
- Laisser agiter jusqu'à homogénéisation de la solution.
- Filtrer environ 1,5ml de la solution à travers un filtre de 0,2  $\mu\text{m}$  dans un flacon de 2ml
- Lancer l'analyse sur HPLC.

### ➤ Conditions d'opération

- Type de l'appareille (HPLC) : Agilent Technologies 1200 Series.
- Type de la colonne : colonne remplie Rp 18 (Bio rad, Aminex HPX-87C,

L : 300mm, : 7,8 mm).

- Phase stationnaire : résine ionique (Ca<sup>2+</sup>).
- Support : copolymère divinylbenzène-styrène sulfoné.
- Phase mobile : H<sub>2</sub>O avec un débit de 0,6ml/Min.
- Température de la colonne : 80°C.
- Détecteur : type : Spectrophotométrique RID.
- Pression : 41 bar.
- Quantité injectée : 5µl.

### ➤ Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en pourcentage par calcul de logiciel de l'aire de chaque pic, et les molécules du glucose, fructose, et du saccharose sont caractérisées par leur temps de rétention.



# Résultats et discussions

## III- Résultats et discussions

### III-1 Matière première

D'après les résultats des analyses physico-chimiques de la matière première (tableau 7), la pureté de la matière première (environ 100%) permet une bonne maîtrise du procédé ainsi de répondre à des normes bien déterminées.

Le taux d'inversion et le dosage de saccharose de la matière première ont été mesurés par HPLC, qui a montré un seul pic représentant le saccharose (voir annexe II), ce qui confirme la pureté de la matière première.

**Tableau 7 :** Résultats des analyses physico-chimiques de la matière première.

Paramètres	Brix (%)	Pureté (%)	Polarité (%)	pH (%)	Inversion (%)	Saccharose (%)	Glucose (%)	Fructose (%)
Résultats	66,35	99,05	65,71	6,04	0	100	0	0

### III-2 Optimisation des conditions d'inversion

#### III-2.1 Tests préliminaires

**Tableau 8 :** Résultats des tests préliminaires.

Quantité d'A.c 1%	Temps de contact (min)	T° (°C)	Brix (%)	Pol (%)	Pureté (%)	Taux d'inversion (%)	Glucose (%)	Fructose (%)	Saccharose (%)
0	40	90	60	51	100	0	0	0	100
5	50	90	66	45	65	20	15	15	70
10	60	98	66,50	27,40	50,97	40	20,14	20,14	60
15	70	95	64,75	11,42	21,85	62,72	31,36	31,36	37,28
20	80	98	66	2,99	5,61	75,25	37,62	37,63	24,75
25	90	98	67,26	-7,44	-13,90	90,13	45,06	45,07	9,85
30	100	100	68,10	-12,04	-21,86	96,42	48,21	48,21	3,58
35	110	102	69,25	-10,63	-18,95	94,18	47,09	47,09	5,82

D'après les résultats des tests préliminaires, le taux d'inversion et le Brix varie de 20 à 96,42% et de 60 à 69,25%, respectivement en fonction de la concentration d'acide citrique et

du temps de contact ce qui démontre qu'il y a une relation proportionnelle entre les deux facteurs (Concentration d'acide citrique et le temps de contact) et du taux d'inversion du sucre liquide.

### III-2.2 Plan d'expérience Box-Behnken

#### III-2.2.1 Analyse des résultats

L'optimisation de l'inversion du sucre liquide a été réalisée en utilisant le plan Box-Behnken, qui consiste en l'étude de deux facteurs ( $X_1$ ,  $X_2$ ) à trois niveaux différents (-1, 0 et 1). Les résultats des expériences du plan Box-Behnken (BBD) sont représentés dans le Tableau 9.

**Tableau 9** : Plan et résultats d'optimisation des conditions de l'inversion par le plan BBD.

N° de test	[C] D'A.c (%)	Temps de contact (min)	Valeurs prédites	Brix (%)	Pol (%)	Pureté (%)	T.I (%)	Glucose (%)	Fructose (%)	saccharose (%)
				<b>82,96</b>	<b>19,75</b>	<b>23,81</b>	<b>61,55</b>	<b>30,77</b>	<b>30,78</b>	<b>38,45</b>
1	4	40	Valeurs expérimentale	85,45	11,87	13,89	68,86	34,43	34,44	31,14
2	2,5	10		69,65	33,19	47,6	42,87	21,43	21,44	57,13
3	4	10		71,35	8,05	11,92	70,38	35,19	35,2	29,62
4	1	10		75,9	90,11	92,38	8,35	4,17	4,18	91,65
5	4	70		98,2	28,05	28,57	57,54	28,77	28,78	42,46
6	2,5	70		96,9	3,07	3,17	76,62	35,05	35,06	29,91
7	1	70		86,05	8,44	9,81	72,01	36	36,01	27,99
8	1	40		78,5	5,26	6,7	74,45	37,2	37,21	25,59
9	2,5	40		89,6	11,01	12,29	70,09	35,05	35,06	29,91
10	2,5	40		82,1	9,06	11,04	69,18	34,59	34,59	30,82

Les résultats montrent que les paramètres physico-chimiques Brix, polarité, pureté, taux d'inversion, glucose, fructose, saccharose varient de 69,65% à 98,2%, de 3,07% à 90,11%, de 3,17% à 92,38%, de 8,35% à 76,62%, de 4,17% à 35,19%, de 4,18% à 37,21% et de 25,59% à 91,65%, respectivement. A partir des données du tableau 9, les valeurs

expérimentales et prédites des paramètres physico-chimiques (Brix, polarité, pureté, taux d'inversion) et des teneurs en glucose, fructose et saccharose sont étroitement proches.

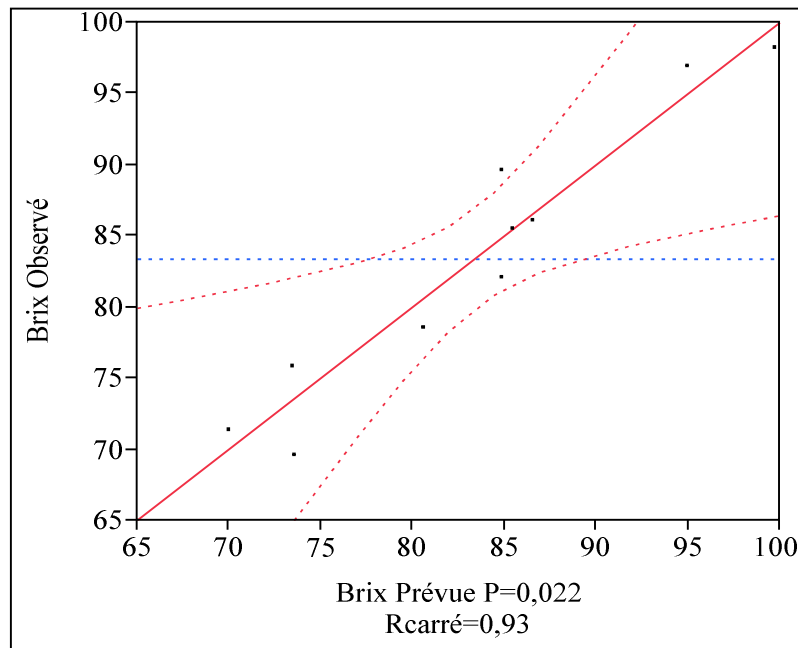
### III-2.2.1.1 Validation du modèle pour le facteur Brix

- **Le coefficient de corrélation ( $R^2$ )**

L'analyse de la variance permet de calculer un paramètre statistique très utile qui est le coefficient de corrélation ( $R^2$ ). Cette statistique est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées (corrigées à la moyenne). Le coefficient de corrélation renseigne sur la qualité du modèle. Si cette grandeur se rapproche de 1, le modèle exprime une forte puissance d'explication. Si par contre  $R^2$  se rapproche de 0, le modèle présente une faible capacité d'explication.

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) du model est égal à 0,93 (Figure 6), ce qui signifie qu'uniquement 7% des variations ne sont pas expliquées par le model. De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté est de l'ordre de  $R^2_{\text{ajusté}} = 0,83$ , ce qui est assez suffisant pour confirmer la haute significativité du model, sachant que le  $R^2_{\text{ajusté}}$  représente la valeur du coefficient de corrélation ( $R^2$ ) après élimination des termes (coefficients) inutiles du model.

Un model contenant beaucoup de termes in0utiles (non significatifs) aura une valeur du  $R^2_{\text{ajusté}}$  très inferieure à celle du  $R^2$  (El-Adawi *et al.*, 2011).



**Figure 6 :** Graphique des valeurs observées en fonction de valeurs prévues pour le Brix du sucre inversi.

- **Modèle global et manque d’ajustement**

L’analyse de la régression du modèle indique que les carrés des moyennes des modèles sont supérieurs aux carrés des moyennes des résidus (Tableau 10). Par ailleurs, les rapports de Fisher indiquent la valeur de 10,0643 pour le modèle de Brix du sucre inversi, correspondant à une probabilité de 0,0220. D’après ces résultats, nous pouvons conclure que le modèle exprime de fortes significativités vis-à-vis de la réponse expérimentale (**Fei et al., 2010**).

Cependant, le tableau indique des rapports des carrés des moyennes de défauts d’ajustement et des erreurs pures (Rapport F) de 0,4235, correspondant à une probabilité de 0,7781, ce qui indique que les défauts d’ajustement du modèle n’est pas significatif. Il faut noter que lorsque le test de défaut d’ajustement est non significatif, le modèle est jugé bon (**Fadil et al., 2014**). A partir de l’analyse de variance du modèle ainsi que son défaut d’ajustement, le modèle quadratique a des fortes puissances d’explication des résultats expérimentaux et est jugé bon. Sachant que si dans un model, la P-value du manque d’ajustement est significative ce model sera rejeté (**Granato et al., 2010**).

**Tableau 10 :** Analyse de la variance du modèle et du défaut d’ajustement pour le Brix du sucre inversi.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	5	803,30731	160,661	10,0643	0,0220*
Résidus	4	63,85369	15,963		
Total	9	867,16100			
Défaut d'ajustement	3	35,728690	11,9096	0,4235	0,7781
Erreur pure	1	28,125000	28,1250		
Erreur totale	4	63,853690			

- **Effet des facteurs**

Les valeurs de probabilité sont utilisées comme un outil pour vérifier la signification de chaque coefficient, et indiquent également l'intensité de l'interaction entre les paramètres. Plus la valeur de P-value est petite, plus grande est la signification du coefficient correspondant pour les valeurs de probabilité inférieures à 0,05 (**Liu et al., 2010**).

Les effets de deux paramètres (concentration d'acide citrique et le temps de contact) ainsi que leurs interactions sur les réponses du modèle sont résumés dans le tableau 11. La valeur de la probabilité des paramètres indique sur la significativité de son influence. Plus la différence entre la valeur du coefficient (estimation) et l'erreur standard est grande, plus le facteur est jugé influent. Cela peut se traduire par la comparaison du rapport de coefficient et l'erreur standard indiquée par « le rapport t ».

**Tableau 11** : Paramètre des modèles de surfaces de réponse du Brix du sucre inverti.

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	84,857143	2,387723	35,54	<0,0001*
Concentration d'acide citrique (1,4)	2,425	1,631126	1,49	0,2113
Temps de contact (10,70)	10,708333	1,631126	6,56	0,0028*
Concentration d'acide citrique*Temps de contact	4,175	1,997713	2,09	0,1048
Concentration d'acide citrique*Concentration d'acide citrique	-1,889286	2,61562	-0,72	0,5101
Temps de contact*Temps de contact	-0,589286	2,61562	-0,23	0,8328

D'après le tableau 11, seul le temps de contact a un effet significatif sur le Brix du sucre inverti. Les autres paramètres n'ont pas d'effet significatif.

- **Modèle mathématique**

Dans l'absolu, le choix d'un plan d'expérience n'a pas de sens tant qu'il n'est pas subordonné au choix préalable d'un modèle mathématique. Les modèles les plus classiques sont les modèles polynomiaux (le plus souvent de degré inférieur ou égal à deux) (**Tinsson, 2010**).

Le modèle mathématique postulé utilisé avec le plan de **Box-Behnken** pour deux facteurs est un modèle du second degré classique, volontairement simplifié par élimination des effets d'interactions jugés non significatifs dans l'analyse ce qui permettra de manipuler plus facilement cette expression réduite tout en gardant une qualité d'ajustement quasiment similaire (**Tinsson, 2010**).

Les modèles de surface de réponses quadratiques, en considérant les paramètres d'influences significatives sont comme suit :

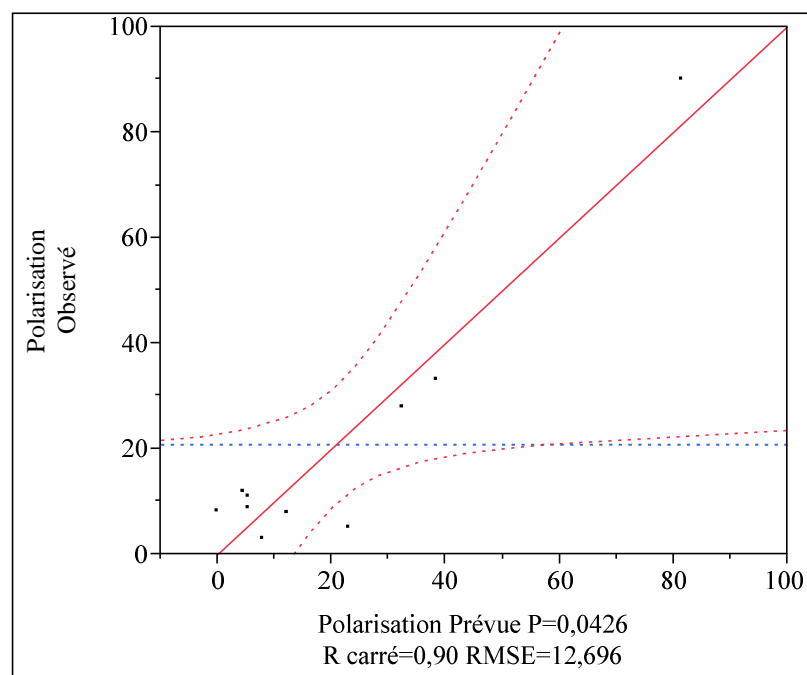
$$Y = 84,857143 + 10,708333x_2$$

Avec : Y : Brix,  $x_2$  : temps de contact

### III-2.2.1.2 Validation de modèle pour le facteur de polarité

- **Le coefficient de corrélation ( $R^2$ )**

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) du model est égal à 0,90 (Figure 7), ce qui signifie qu'uniquement 10% des variations ne sont pas expliquées par le model. De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté est de l'ordre de  $R^2_{\text{ajusté}} = 0,77$ , ce qui est assez suffisant pour confirmer la haute significativité du model.



**Figure 7 :** Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues pour la polarité du sucre inverti.

- **Modèle global et manque d'ajustement**

L'analyse de la régression du modèle indique que les carrés des moyennes des modèles sont supérieurs aux carrés des moyennes des résidus (Tableau 12). Par ailleurs, les



rappports de Fisher indiquent la valeur de 6,8854 pour le modèle de la polarité du sucre inversi, correspondant à une probabilité de 0,0426. D'après ces résultats, nous pouvons conclure que le modèle exprime de fortes significativités vis-à-vis de la réponse expérimentale.

Cependant, le tableau indique des rapports des carrés des moyennes de défauts d'ajustement et des erreurs pures (Rapport F) de 0,0691, correspondant à une probabilité de 0,9997, ce qui indique que les défauts d'ajustement du modèle n'est pas significatif.

A partir de l'analyse de variances du modèle ainsi que son défaut d'ajustement, le modèle quadratique de la polarité du sucre inversi a des fortes puissances d'explication des résultats expérimentaux et est jugé bon.

**Tableau 12 :** Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour de la polarité du sucre inversi.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	5	5549,0691	1109,81	6,8854	0,0426*
Résidus	4	644,7317	161,18		
Total	9	6193,8008			
Défaut d'ajustement	642,83045	214,277	112,7031	0,0691	0,9997
Erreur pure	1,90125	1,901			
Erreur totale	644,73170				

- **Effet des facteurs**

Les effets de deux paramètres (concentration d'acide citrique et le temps de contact) ainsi que leurs interactions sur les réponses de la polarité du sucre inversi sont résumés dans le tableau 13.

**Tableau 13 :** Paramètre des modèles de surfaces de réponse de la polarité du sucre inverti.

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	5,173	7,587	0,68	0,5328
Concentration d'acide citrique (1,4)	-9,307	5,183	-1,80	0,1470
Temps de contact(10,70)	-15,293	5,183	-2,95	0,0419*
Concentration d'acide citrique*Temps de contact	25,418	6,348	4,00	0,0161*
Concentration d'acide citrique* Concentration d'acide citrique	8,254	8,311	0,99	0,3769
Temps de contact*Temps de contact	17,804	8,311	2,14	0,0988

- **Modèle mathématique**

Les effets des différents paramètres sur la polarité du sucre inverti sont classés selon l'ordre décroissant suivant : concentration d'acide citrique\*temps de contact > temps de contact (10,70). Les autres paramètres n'ont pas d'effet significatif sur la polarité du sucre inverti.

Les modèles mathématiques des surfaces de réponses de la polarité du sucre liquide se présentent sous formes de polynômes de second ordre. Ces modèles englobent les effets linéaires, d'interaction et quadratiques des facteurs. Les modèles de surface de réponses quadratiques, en considérant les paramètres d'influences significatives sont comme suit :

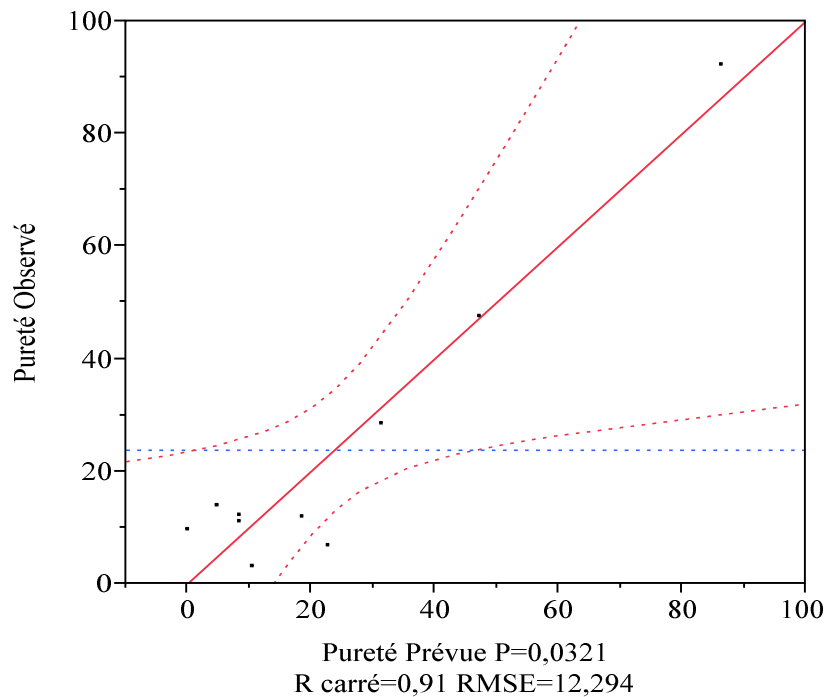
$$P = 5,173 - 15,293x_2 + 25,418x_1x_2$$

Avec : P : polarité,  $x_1$  : concentration d'acide citrique,  $x_2$  : temps de contact

III-2.2.1.3 Validation de modèle pour le facteur de Pureté

- **Le coefficient de corrélation ( $R^2$ )**

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) du model est égal à 0,91 (Figure 8), ce qui signifie qu'uniquement 9% des variations ne sont pas expliquées par le model. De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté est de l'ordre de  $R^2_{ajusté} = 0,80$ , ce qui est assez suffisant pour confirmer la haute significativité du model.



**Figure 8:** Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues pour la pureté du sucre inverti.

- **Modèle global et manque d'ajustement**

L'analyse de la régression du modèle indique que les carrés des moyennes des modèles sont supérieurs aux carrés des moyennes des résidus (Tableau 14). Par ailleurs, les rapports de Fisher indiquent la valeur de 8,1192 pour le modèle de la polarité du sucre inverti, correspondant à une probabilité de 0,0321. D'après ces résultats, nous pouvons conclure que le modèle exprime de fortes significativités vis-à-vis de la réponse expérimentale.

Cependant, le tableau indique des rapports des carrés des moyennes de défauts d'ajustement et des erreurs pures (Rapport F) de 257,6312, correspondant à une probabilité de 0,05, ce qui indique que les défauts d'ajustement du modèle n'est pas significatif.

A partir de l'analyse de variances du modèle ainsi que son défaut d'ajustement, le modèle quadratique de la pureté du sucre inverti a des fortes puissances d'explication des résultats expérimentaux et est jugé bon.

**Tableau 14 :** Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour de la pureté du sucre inverti.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	5	6136,1324	1227,23	8,1192	0,0321*
Résidus	4	604,6044	151,15		
Total	9	6740,7368			
Défaut d'ajustement	3	603,82313	201,274	257,6312	0,05
Erreur pure	1	0,78125	0,781		
Erreur totale	4	604,60438		0	

- **Effet des facteurs**

Les effets de deux paramètres (concentration d'acide citrique et le temps de contact) ainsi que leurs interactions sur les réponses de la pureté du sucre liquide sont résumés dans le tableau 15.

Les effets des différents paramètres sur la pureté du sucre liquide sont classés selon l'ordre décroissant suivant : concentration d'acide citrique\*temps de contact > temps de contact (10,70). Les autres paramètres n'ont pas d'effet significatif sur la pureté du sucre inverti.

**Tableau 15** : Paramètre des modèles de surfaces de réponse de la pureté du sucre inverti.

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	8,335	7,347	1,130	0,32
Concentration d'acide citrique (1,4)	-9,085	5,019	-1,810	0,1445
Temps de contact (10,70)	-18,392	5,019	-3,660	0,0215*
Concentration d'acide citrique* Temps de contact	24,805	6,147	4,040	0,0157*
Concentration d'acide citrique* Concentration d'acide citrique	5,290	8,049	0,660	0,5469
Temps de contact*Temps de contact	20,380	8,049	2,530	0,0645

- **Modèle mathématique**

Les modèles mathématiques des surfaces de réponses de la pureté du sucre inverti se présentent sous formes de polynômes de second ordre. Ces modèles englobent les effets linéaires, d'interaction et quadratiques des facteurs. Les modèles de surface de réponses quadratiques, en considérant les paramètres d'influences significatives sont comme suit :

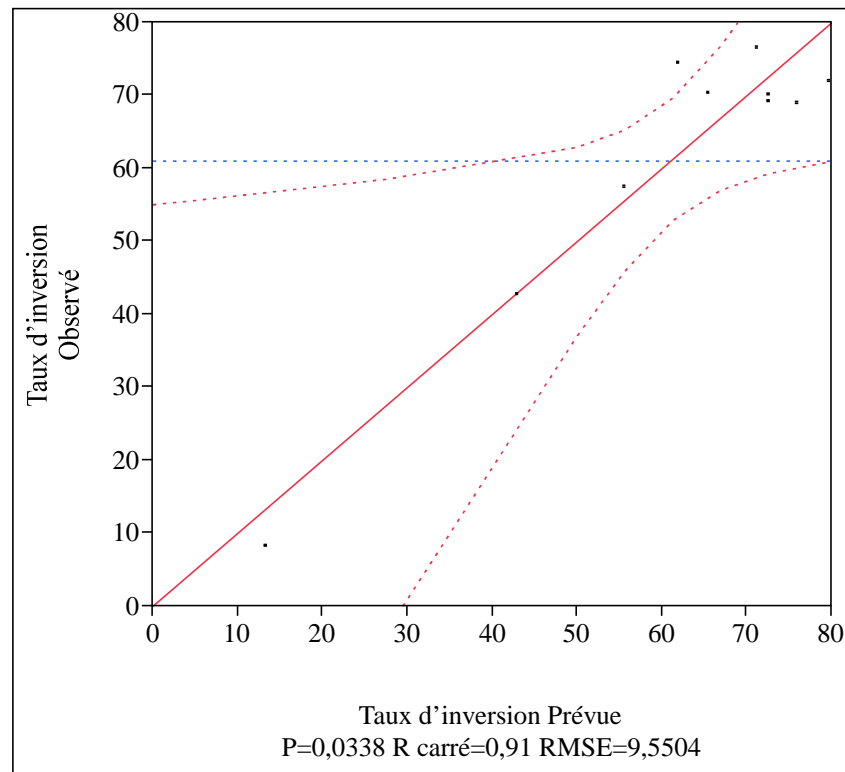
$$Y = 8,335 - 18,392 X_2 + 24,805 X_1 X_2$$

Avec : Y : pureté, X<sub>1</sub> : concentration d'acide citrique, X<sub>2</sub> : temps de contact

### III-2.2.1.4 Validation de modèle pour le facteur du taux d'inversion

- **Le coefficient de corrélation (R<sup>2</sup>)**

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation (R<sup>2</sup>) du model est égal à 0,91 (Figure 9), ce qui signifie qu'uniquement 9% des variations ne sont pas expliquées par le model. De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté est de l'ordre de R<sup>2</sup><sub>ajusté</sub> = 0,80, ce qui est assez suffisant pour confirmer la haute significativité du model.



**Figure 9 :** Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues pour le taux d'inversion du sucre liquide.

- **Modèle global et manque d'ajustement**

L'analyse de la régression du modèle indique que les carrés des moyennes des modèles sont supérieurs aux carrés des moyennes des résidus (Tableau 16). Par ailleurs, les rapports de Fisher indiquent la valeur de 7,879 pour le modèle de l'inversion du sucre liquide, correspondant à une probabilité de 0,0338. D'après ces résultats, nous pouvons conclure que le modèle exprime de fortes significativités vis-à-vis de la réponse expérimentale.

Cependant, le tableau indique des rapports des carrés des moyennes de défauts d'ajustement et des erreurs pures (Rapport F) de 293,3847, correspondant à une probabilité de 0,05, ce qui indique que les défauts d'ajustement du modèle n'est pas significatif.

A partir de l'analyse de variances du modèle ainsi que son défaut d'ajustement, le modèle quadratique du taux d'inversion du sucre inversé a des fortes puissances d'explication des résultats expérimentaux et est jugé bon.

**Tableau 16 :** Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le taux d'inversion du sucre liquide.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	5	3593,2484	718,65	7,879	0,0338*
Résidus	4	364,8418	91,21		
Total	9	3958,0903			
Défaut d'ajustement	3	364,4278	121,476	293,3847	0,05
Erreur pure	1	0,41405	0,414		
Erreur totale	4	364,84185			

- **Effet des facteurs**

Les effets de deux paramètres (concentration d'acide citrique et le temps de contact) ainsi que leurs interactions sur les réponses du taux d'inversion du sucre liquide sont résumés dans le tableau 17.

**Tableau 17 :** Paramètre des modèles de surfaces de réponse du taux d'inversion du sucre inversi.

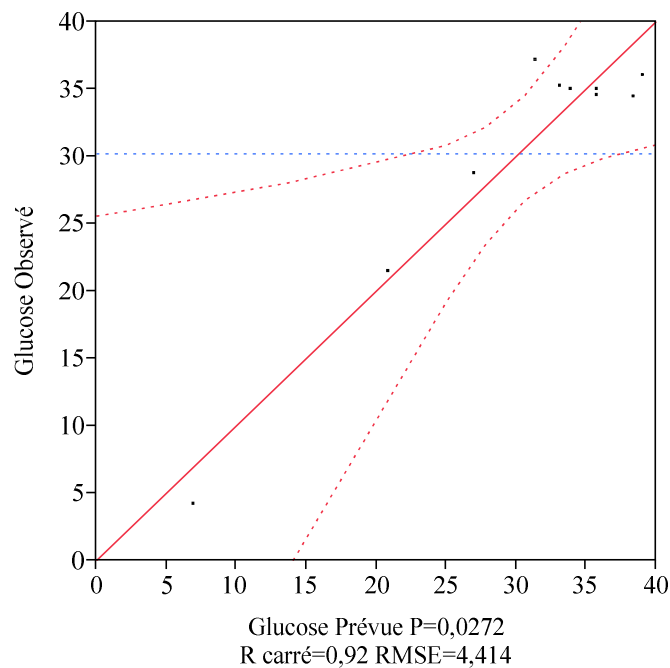
Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	72,405	5,707466	12,69	0,0002
Concentration d'acide citrique (1,4)	6,995	3,898941	1,79	0,1473
Temps de contact (10,70)	14,095	3,898941	3,62	0,0225*
Concentration d'acide citrique*Temps de contact	-19,125	4,775208	-4,01	0,0161*
Concentration d'acide citrique*Concentration d'acide citrique	-3,52	6,252215	-0,56	0,6035
Temps de contact*Temps de contact	-15,43	6,252215	-2,47	0,0691

L'effet du temps de contact (10,70) ainsi que son interaction avec la concentration d'acide citrique est significatif sur le taux d'inversion du sucre liquide.

### III-2.2.1.5 Validation de modèle pour le facteur du Glucose

- **Le coefficient de corrélation ( $R^2$ )**

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) du model est égal à 0,92 (Figure 10), ce qui signifie qu'uniquement 8% des variations ne sont pas expliquées par le model. De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté est de l'ordre de  $R^2_{\text{ajusté}}=0,82$ , ce qui est assez suffisant pour confirmer la haute significativité du model.



**Figure 10 :** Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues pour le glucose contenu dans le sucre inversi.

- **Modèle global et manque d'ajustement**

L'analyse de la régression du modèle indique que les carrés des moyennes des modèles sont supérieurs aux carrés des moyennes des résidus (Tableau 18). Par ailleurs, les rapports de Fisher indiquent la valeur de 8,9342 pour le modèle de glucose du sucre inversi, correspondant à une probabilité de 0,0272. D'après ces résultats, nous pouvons conclure que le modèle exprime de fortes significativités vis-à-vis de la réponse expérimentale.



Cependant, le tableau indique des rapports des carrés des moyennes de défauts d'ajustement et des erreurs pures (Rapport F) de 245,2018, correspondant à une probabilité de 0,05, ce qui indique que les défauts d'ajustement du modèle n'est pas significatif.

A partir de l'analyse de variances du modèle ainsi que son défaut d'ajustement, le modèle quadratique du glucose contenu dans le sucre inverti a des fortes puissances d'explication des résultats expérimentaux et est jugé bon.

**Tableau 18 :** Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour du glucose contenu dans le sucre inverti.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	5	870,3345	174,067	8,9342	0,0272*
Résidus	4	77,93286	19,483		
Total	9	948,26736			
Défaut d'ajustement	3	77,827058	25,9424	245,2018	0,05
Erreur pure	1	0,1058	0,1058		
Erreur totale	4	77,932858			

- **Effet des facteurs**

Les effets de deux paramètres (concentration d'acide citrique et le temps de contact) ainsi que leurs interactions sur les réponses du glucose contenu dans le sucre inverti sont résumés dans le tableau 19.

Les effets des différents paramètres sur le glucose contenu dans le sucre inverti sont classés selon l'ordre décroissant suivant : concentration d'acide citrique\*temps de contact > temps de contact (10,70) > temps de contact<sup>2</sup>. Les autres paramètres n'ont pas d'effet significatif sur le glucose contenu dans le sucre inverti.

**Tableau 19:** Paramètre des modèles de surfaces de réponse le glucose contenu dans le sucre inverti.

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	35,741	2,638	13,55	0,0002*
Concentration d'acide citrique (1,4)	3,503	1,802	1,94	0,1238
Temps de contact (10,70)	6,505	1,802	3,61	0,0226*
Concentration d'acide citrique*Temps de contact	-9,563	2,207	-4,33	0,0123*
Concentration d'acide citrique*Concentration d'acide citrique	-0,833	2,890	-0,29	0,7875
Temps de contact*Temps de contact	-8,408	2,890	-2,91	0,0437*

- **Modèle mathématique**

Les modèles mathématiques des surfaces de réponses du glucose contenu dans le sucre liquide se présentent sous formes de polynômes de second ordre. Ces modèles englobent les effets linéaires, d'interaction et quadratiques des facteurs. Les modèles de surface de réponses quadratiques, en considérant les paramètres d'influences significatives sont comme suit :

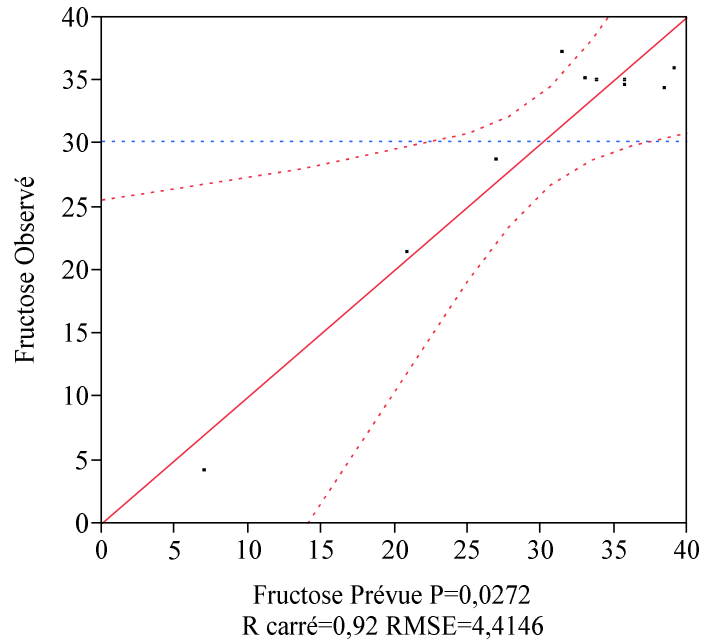
$$Y = 35,735 + 6,505 x_2 - 9,5625 x_1 x_2 - 8,41 x_2^2$$

Avec : Y : Glucose,  $x_1$  : concentration d'acide citrique,  $x_2$  : temps de contacte.

### III-2.2.1.6 Validation de modèle pour le facteur du Fructose

- **Le coefficient de corrélation ( $R^2$ )**

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) du model est égal à 0,92 (Figure 11), ce qui signifie qu'uniquement 8% des variations ne sont pas expliquées par le model. De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté est de l'ordre de  $R^2_{\text{ajusté}} = 0,82$ , ce qui est assez suffisant pour confirmer la haute significativité du model.



**Figure 11 :** Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues pour le fructose contenu dans le sucre inversi

- **Modèle global et manque d’ajustement**

L’analyse de la régression du modèle (fructose contenu dans le sucre inversi) indique que les carrés des moyennes des modèles sont supérieurs aux carrés des moyennes des résidus (Tableau 20). Par ailleurs, les rapports de Fisher indiquent la valeur de 8,9304 pour le modèle de la polarité du sucre inversi, correspondant à une probabilité de 0,0272. D’après ces résultats, nous pouvons conclure que le modèle exprime de fortes significativités vis-à-vis de la réponse expérimentale.

Cependant, le tableau 20 indique des rapports des carrés des moyennes de défauts d’ajustement et des erreurs pures (Rapport F) de 234,934, correspondant à une probabilité de 0,05, ce qui indique que les défauts d’ajustement du modèle n’est pas significatif.

A partir de l’analyse de variances du modèle ainsi que son défaut d’ajustement, le modèle quadratique du fructose contenu dans le sucre inversi a des fortes puissances d’explication des résultats expérimentaux et est jugé bon.

**Tableau 20** : Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le fructose contenu dans le sucre inversi.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	5	870,22359	174,045	8,9304	0,0272*
Résidus	4	77,95582	19,489		
Total	9	948,17941			
Défaut d'ajustement	3	77,845373	25,9485	234,934	0,05
Erreur pure	1	0,11045	0,1105		
Erreur totale	4	77,955823			

- **Effet des facteurs**

Les effets de deux paramètres (concentration d'acide citrique et le temps de contact) ainsi que leurs interactions sur les réponses du fructose contenu dans le sucre inversi sont résumés dans le tableau 21.

**Tableau 21**: Paramètre des modèles de surfaces de réponse le fructose contenu dans le sucre inversi

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	35,741	2,638	13,55	0,0002*
Concentration d'acide citrique (1,4)	3,503	1,802	1,94	0,1238
Temps de contact (10,70)	6,505	1,802	3,61	0,0226*
Concentration d'acide citrique*Temps de contact	-9,563	2,207	-4,33	0,0123*
Concentration d'acide citrique* Concentration d'acide citrique	-0,833	2,890	-0,29	0,7875
Temps de contact*Temps de contact	-8,408	2,890	-2,91	0,0437*

Les effets des différents paramètres sur le fructose contenu dans le sucre inverti sont classés selon l'ordre décroissant suivant : concentration d'acide citrique\*temps de contact > temps de contact (10,70) > temps de contact<sup>2</sup>. Les autres paramètres n'ont pas d'effet significatif sur le fructose contenu dans le sucre inverti.

- **Modèle mathématique**

Les modèles mathématiques des surfaces de réponses du fructose contenu dans le sucre liquide se présentent sous formes de polynômes de second ordre. Ces modèles englobent les effets linéaires, d'interaction et quadratiques des facteurs. Les modèles de surface de réponses quadratiques, en considérant les paramètres d'influences significatives sont comme suit :

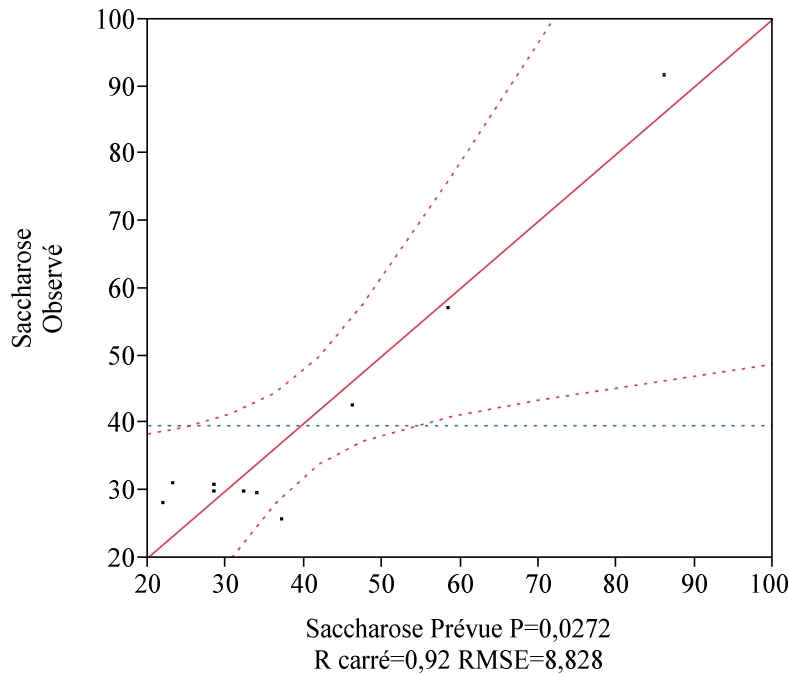
$$Y = 35,741 + 6,505x_2 - 9,563x_1x_2 - 8,408 x_2^2$$

Y : fructose,  $x_1$  : concentration d'acide citrique,  $x_2$  : temps de contact

### III-2.2.1.7 Validation de modèle pour le facteur du Saccharose

- **Le coefficient de corrélation ( $R^2$ )**

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) du model est égal à 0,92 (Figure 12), ce qui signifie qu'uniquement 8% des variations ne sont pas expliquées par le model. De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté est de l'ordre de  $R^2_{\text{ajusté}} = 0,82$ , ce qui est assez suffisant pour confirmer la haute significativité du model.



**Figure 12 :** Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues pour le saccharose contenu dans le sucre inverti.

- **Modèle global et manque d'ajustement**

L'analyse de la régression du modèle (saccharose contenu dans le sucre inverti) indique que les carrés des moyennes des modèles sont supérieurs aux carrés des moyennes des résidus (Tableau 22). Par ailleurs, les rapports de Fisher indiquent la valeur de 8,9308 pour le modèle du saccharose contenu dans le sucre inverti, correspondant à une probabilité de 0,0272. D'après ces résultats, nous pouvons conclure que le modèle exprime de fortes significativités vis-à-vis de la réponse expérimentale.

Cependant, le tableau 22 indique des rapports des carrés des moyennes de défauts d'ajustement et des erreurs pures (Rapport F) de 250,6304, correspondant à une probabilité de 0,05, ce qui indique que les défauts d'ajustement du modèle n'est pas significatif.

A partir de l'analyse de variances du modèle ainsi que son défaut d'ajustement, le modèle quadratique du saccharose contenu dans le sucre inverti a des fortes puissances d'explication des résultats expérimentaux et est jugé bon.

**Tableau 22 :** Analyse de la variance du modèle et du défaut d'ajustement pour le saccharose contenu dans le sucre inverti.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	5	3480,0683	696,014	8,9308	0,0272*
Résidus	4	311,7346	77,934		
Total	9	3791,803			
Défaut d'ajustement	3	311,32058	103,774	250,6304	0,05
Erreur pure	1	0,41405	0,414		
Erreur totale	4	311,73463			

- **Effet des facteurs**

Les effets de deux paramètres (concentration d'acide citrique et le temps de contact) ainsi que leurs interactions sur les réponses du saccharose contenu dans le sucre inverti sont résumés dans le tableau 23.

**Tableau 23 :** Paramètre des modèles de surfaces de réponse du saccharose contenu dans le sucre inverti.

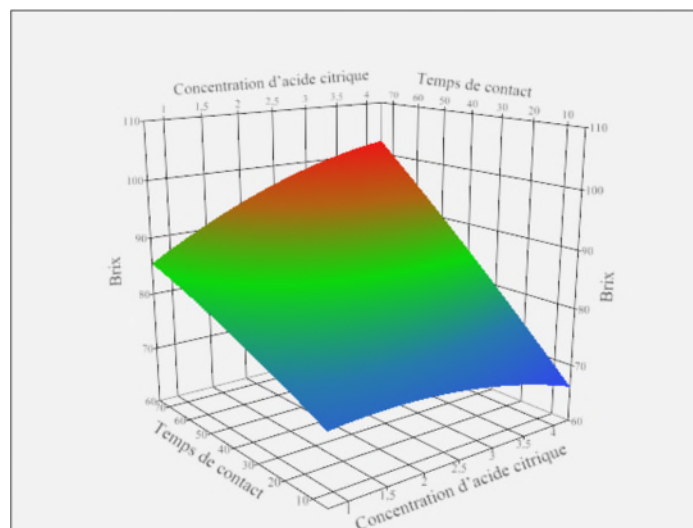
Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	28,534	5,276	5,41	0,006
Concentration d'acide citrique (1,4)	-7,002	3,604	-1,94	0,124
Temps de contact (10,70)	-13,007	3,604	-3,61	0,023*
Concentration d'acide citrique* Temps de contact	19,125	4,414	4,33	0,012*
Concentration d'acide citrique* Concentration d'acide citrique	1,663	5,779	0,29	0,788
Temps de contact*Temps de contact	16,818	5,779	2,91	0,044

Le temps de contact (10,70) ainsi que son interaction avec la concentration d'acide citrique ont des effets significatifs sur le saccharose contenu dans le sucre inversi.

### III.2.2.2 Représentations spatiales et analyse des modèles de surfaces de réponses

Le couple concentration de l'acide citrique-temps de contact d'inversion joue un rôle important dans l'inversion du sucre liquide, puisque le coefficient ( $X_1X_2$ ) est significatif ( $P < 0.05$ ).

Les résultats obtenus de l'étude des interactions entre la concentration d'acide citrique et le temps de contact pour le Brix du sucre liquide inversi, sont représentés dans la figure 13.



**Figure 13 :** Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le Brix du sucre liquide inversi.

D'après cette figure, il y a une relation proportionnelle entre le couple concentration d'acide citrique-temps de contact et le Brix, cela revient à :

- Hydrolyse du saccharose qui consomme des molécules d'eau ;
- Réduction de la teneur du milieu en eau par évaporation sous l'effet de la chaleur.

La figure 14 et 15, représentent l'influence de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur la polarité et la purté du sucre liquide inversi.

La polarité et la purté du sucre liquide inversi diminue avec l'augmentation de la concentration d'acide citrique et le temps de contact.

Ces résultats peuvent être expliqués par l'hydrolyse du saccharose en D-glucose et D-fructose.

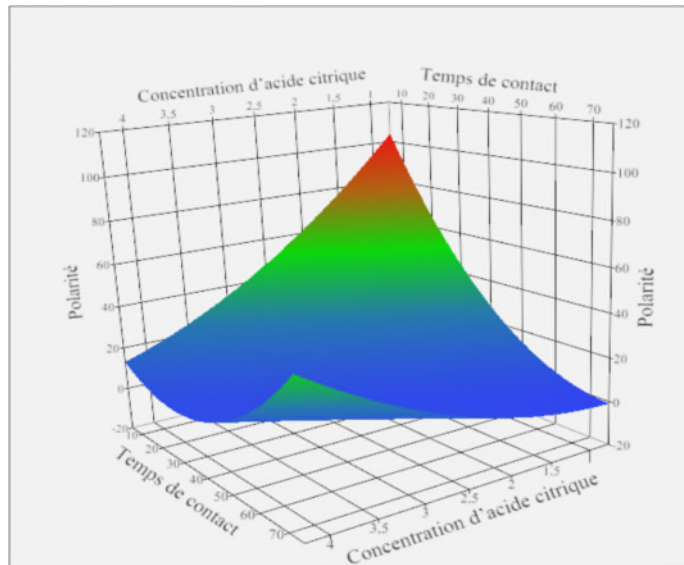


La pureté est un paramètre très important à étudier du fait qu'il a une relation directe avec le taux d'inversion.

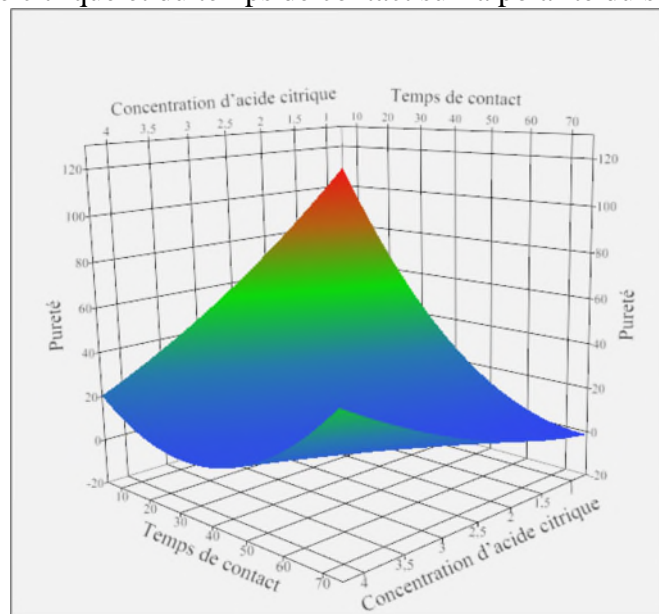
La diminution de la pureté possèdent une relation avec la quantité de de sucre (teneur en saccharose) présente dans la solution sachant qu'elle est calculée par la relation suivante :

$$\text{Pureté} = \frac{\text{Quantité de sucre(saccharose)}}{\text{Quantité de matière sèche (MS)}}$$

MS= quantité de non sucre + quantité de sucre.



**Figure 14 :** Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur la polarité du sucre liquide inversé.



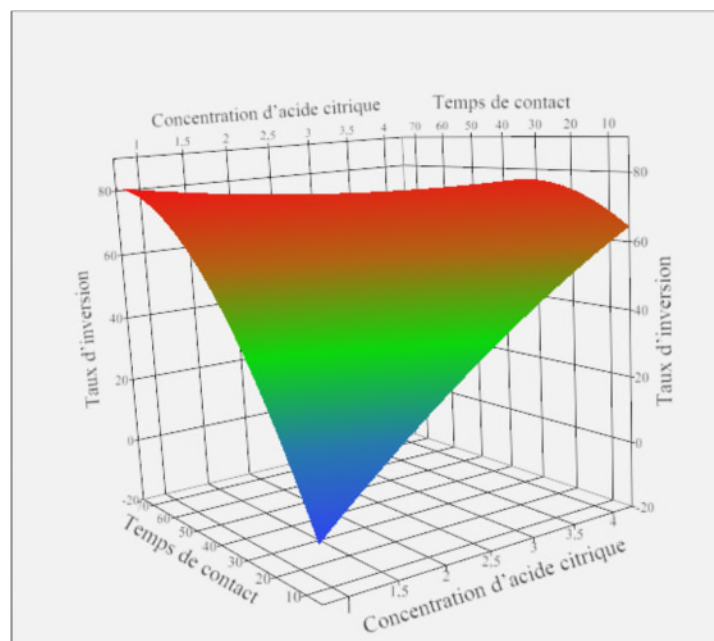
**Figure 15 :** Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur la pureté du sucre liquide inversé.

L'influence de l'acide citrique et du temps de contact sur le taux d'inversion du sucre inverti, le glucose et le fructose contenu dans le sucre inverti, sont représentés dans les figures 16, 17 et 18, respectivement.

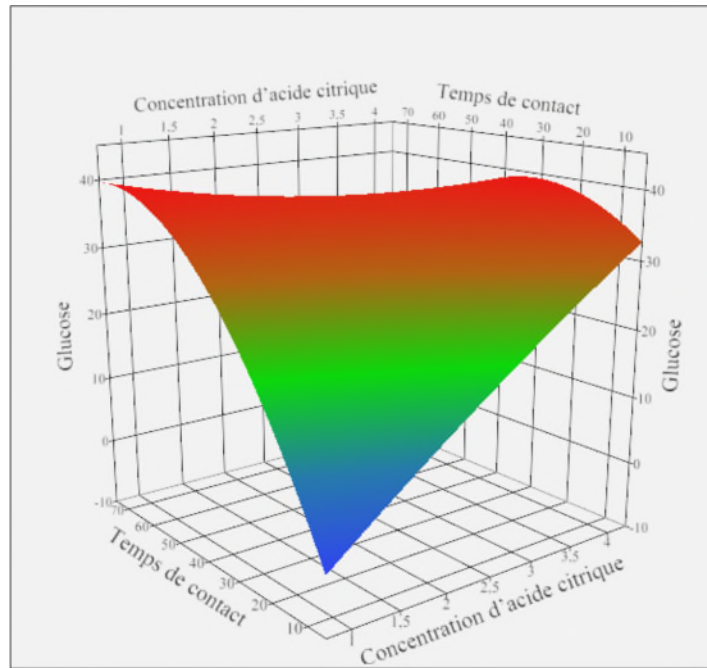
Le taux d'inversion est un paramètre très important à étudier afin de produire un sucre inverti possédant un taux d'inversion qui répond aux exigences du client.

Les résultats nous montrent que le taux d'inversion, le glucose et le fructose contenus dans le sucre inverti augmentent avec l'augmentation de la concentration d'acide citrique et du temps de contact.

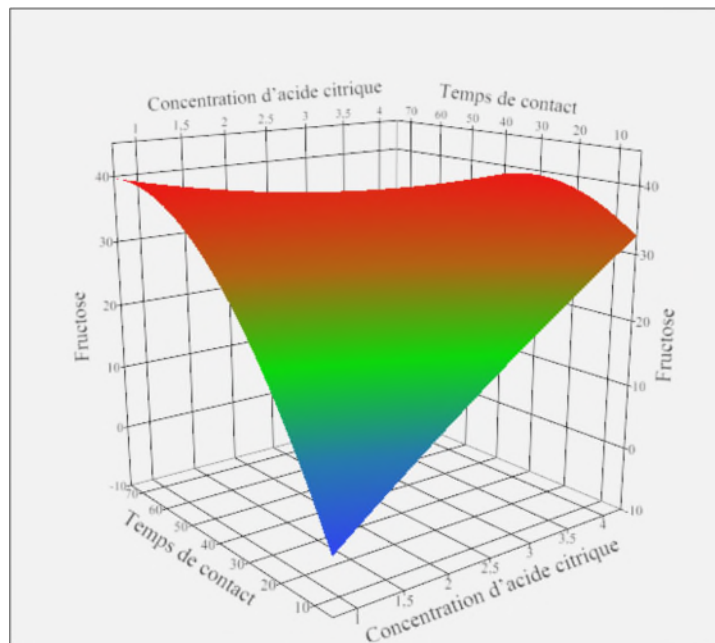
Ces résultats peuvent être expliqués par l'hydrolyse du saccharose en ses deux monosaccharides, glucose et fructose sous l'influence de l'acide citrique (Abass, 2002).



**Figure 16:** Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le taux d'inversion du sucre liquide.

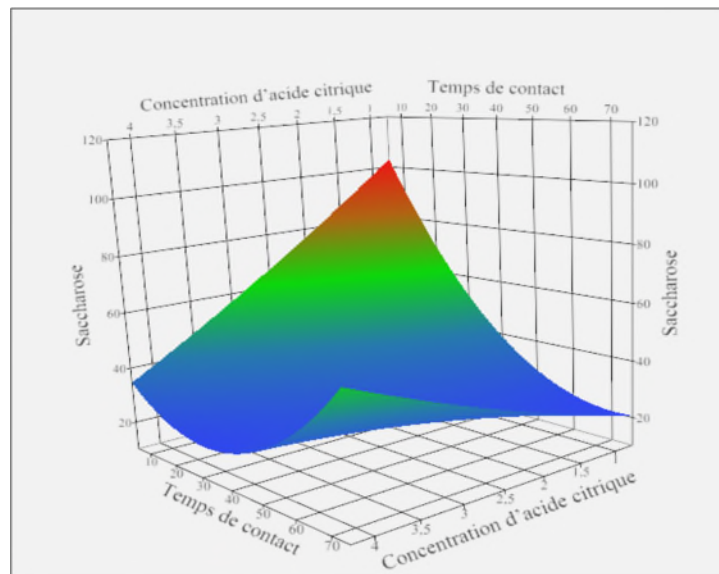


**Figure 17 :** Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le Glucose contenu dans le sucre liquide inversi.



**Figure 18:** Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le fructose contenu dans le sucre liquide inversi.

La figure 19, nous montre que sous l'influence de l'acide citrique et du temps de contact le saccharose diminue suite à son hydrolyse grâce à la présence d'acide citrique.



**Figure 19 :** Représentation spatiale des modèles de surfaces de réponses de l'effet de la concentration d'acide citrique et du temps de contact sur le saccharose contenu dans le sucre liquide inverti.

### III-2.2.3 Paramètres optimaux

Cette étude montre qu'un modèle polynomial d'ordre deux complet peut modéliser correctement le phénomène étudié. Il apparaît que les conditions expérimentales optimales, c'est-à-dire celles conduisant l'inversion souhaité du sucre liquide sont obtenues au sein du domaine expérimental.

Les conditions de l'inversion optimales identifiées, par l'utilisation du logiciel JMP, sont représentées dans le Tableau 24.

**Tableau 24 :** Conditions optimales de l'inversion du sucre liquide.

Paramètre	Estimation
Concentration d'acide citrique (%)	1,65
Le temps de contact (min)	34,13

### III-2.2.3.1 Résultats d'analyse du test pour les conditions optimales

Les résultats d'analyse du test pour les conditions optimales proposé par BBD sont représentés dans le tableau ci-dessous. Ce dernier nous montre que ces résultats se rapprochent aux valeurs prédite ce qui démontre que les conditions optimales estimer par BBD permet de produire un sucre liquide inversé visé par l'entreprise.

**Tableau 25** : Résultats d'analyses physico-chimiques du test pour les conditions optimales.

Concentration d'A.c (%)	Temps de contact (min)	T° (°C)	Brix (%)	Pol (%)	Pureté (%)	pH (%)	T.I (%)	Glucose (%)	Fructose (%)	Saccharose (%)
1,6	34	103	74,5	22,70	30,47	2,46	59,9	30,05	29,94	40,01

# Conclusion

Le sucre fait partie des produits de base les plus importants pour les industries alimentaires en raison de ses qualités uniques : très grande pureté, saveur sucrée optimale...etc.

L'une des préoccupations actuelles des industries agroalimentaires est l'installation de l'assurance qualité en améliorant la qualité de ses produits et en diversifiant ses services, dans ce cadre, **CEVITAL** étant certifiée ISO 22000 pour ses produits tel que le sucre solide et le sucre liquide, la qualité et ainsi au cours de ses objectifs, en 2008, ce Groupe s'est lancé dans la production du sucre liquide inversi a fin de le délivré prêt à l'emploi.

La présente étude est consacrée à l'optimisation de l'inversion de sucre liquide sous l'influence de l'acide citrique et du temps de chauffage.

L'utilisation du plan d'expérience Box-Behnken, a pour but d'obtenir un maximum d'information en un minimum d'expérience, une telle problématique est primordiale dans le milieu industriel où minimiser le nombre d'expériences à réaliser est synonyme de gain de temps et de productivité. Ce plan a révélé un taux d'inversion de 59,99%, en utilisant une concentration de 1,6% et un temps de chauffage qui ne dépasse pas 34min.

L'application de l'HPLC a donné une teneur en saccharose, fructose et en glucose de 40,01%, 29,94% et de 30,05%, respectivement.

Le logiciel Cléopâtre témoigne d'un Brix de 74,50 et d'une pureté de 30,47%.

En terme de perspective et dans le but de compléter ce travail dans l'avenir, il serait intéressant de :

- Optimiser d'autres facteurs influençant le taux d'inversion de sucre tels que la température.
- D'approfondir l'étude de l'inversion sur d'autres sucres.
- Travailler sur d'autre matrice (autres sucres).
- D'utiliser des matériaux plus avancés tels que le bain d'huile ou l'autoclave afin d'éviter des pertes de chaleur.

# Références bibliographiques



- Abass, H. T. E.-D. H. (2002).** Physio chemical characteristics of three types of cane syrup. Department of Food Science and Technology Faculty of Agriculture, University of Khartoum.
- Annadurai, G. & Sheeja, R. (1998).** Use of Box-Behnken design of experiments for the adsorption of verofix red using biopolymer. *Bioprocess engineering*, **18** (6), 463-466.
- Audigié, C. & Zonszain, F. (1995).** *Biochimie métabolique*. Wolters Kluwer France.
- Belhamri, R. (2005).** Extraction des macromolécules pariétales des eaux de presse de betteraves sucrières: Etude de leur composition, de leurs propriétés physico-chimiques et de leur effet sur le processus sucrier. Thèse de Doctorat, Université de REIMS, pp 8-36.
- Box, G. E. & Behnken, D. W. (1960).** Some new three level designs for the study of quantitative variables. *Technometrics*, **2** (4), 455-475.
- Bryan, W. L. (1990).** Solid-state fermentation of sugars in sweet sorghum. *Enzyme and Microbial Technology*, **12** (6), 437-442.
- Cheyrier, V., Feinberg, M., Chararas, C. & Ducauze, C. (1983).** Application of response surface methodology to evaluation of bioconversion experimental conditions. *Applied and environmental microbiology*, **45** (2), 634-639.
- Clarke, M. (1996).** Sugarbeet and sugarcane polysaccharides: a brief review. Sugar Processing Research Conference (USA).
- Decloux, M. (2002).** Procédés de transformation en sucrerie (Partie 1). *Techniques de l'ingénieur. Agroalimentaire*, **3** (F6150), F6150. 6151-F6150. 6118.
- Dilmi-Bouras, A. (1998).** Les constituants alimentaires et leur rapport avec la santé. Alger: Ed. OPU.
- Dumont, J. (1998).** Technique pour le dosage du sucre inverti dans le sirop d'érable. Centre ACER. Publication, (311-FCH), 1098.
- Durand, G.-R., Faugeras, P., Laporte, F., Moreau, C., Neau, M.-C. & Roux, G. (1999).** Method and apparatus for making a pure simple sugar solution by hydrolyzing at least one compound sugar in the presence of a selective adsorbent. *Official Gazette of the United States Patent & Trademark Office Patents* 1220(5): 4397? March 30.
- Ekpélikpézé, O., Dansi, A., Agbangla, C., Akoegninou, A. & Sanni, A. (2016).** Biochemical characterization of sugarcane varieties cultivated in Benin. *International Journal Current Microbiology Applied Science*, **5** (2), 368-379.

- El-Adawi, H., Abdel-Fattah, Y. & El-Wahab, A. A. (2011).** Application of numerical modeling for optimization of selective hot water extraction of taxifolin from 'milk thistle' seeds. *African Journal of Biotechnology*, **10** (48), 9804-9811.
- Fadil, M., Farah, A., Ihssane, B., Haloui, T. & Rachiq, S. (2015).** Optimisation des paramètres influençant l'hydrodistillation de *Rosmarinus officinalis* L. par la méthodologie de surface de réponse. Thèse de Doctorat, University, Fez, Morocco.
- Fadil, M., Farah, A., Ihssane, B., Haloui, T. & Rachiq, S. (2014).** Application de plan de Plackett Et Burman dans le criblage des paramètres agissants sur le processus d'hydrodistillation de Thym du Maroc (*Thymus vulgaris* L.) [The application of Plackett and Burman design in screening the parameters acting on the hydrodistillation process of Moroccan thyme (*Thymus vulgaris* L.)]. *International Journal of Innovation and Applied Studies*, **6** (3), 530.
- Fei, C. Y., Salimon, J. & Said, M. (2010).** Optimisation of urea complexation by Box-Behnken design. *Sains Malays*, **39** (5), 795-803.
- Gaudin, R. (1999).** Incidence de l'eau sur la culture de la canne. *Agriculture et développement*, (24), 5-8.
- Goupy, J. & Creighton, L. (2006).** Introduction aux plans d'expériences-3ème édition-Livre+ CD-Rom. Dunod.
- Granato, D., Branco, G. F. & de Araújo Calado, V. M. (2010).** WITHDRAWN: Experimental design and application of response surface methodology for process modelling and optimization: A review. *Food Research International*, **55**, 137-149.
- Guérin, B., Gauthier, A. & Ortlieb, J. (1978).** Les sirop:(saccharose, glucose, fructose et autres édulcorants); valeur technologique et utilisation. Centre de Documentation Intern. des Industries Utilisatrices de Produits Agricoles.
- ICUMSA Method GS/2/3-17 (2002).** The Determination of Conductivity Ash in Raw Sugar, Brown Sugrs, Juice, Syrup and Molasses-Official.
- ICUMSA Method GS 2/3-17 (2002).** Determination of the solution colour of Raw sugars, Brown Sugars and coloured Syrups at pH 7.0-Official.
- ICUMSA Methods GS 1/3-7 (2002).** International Comission for Uniforme Method of Sugar Analyse.
- ICUMSA Methods GS 2/3-18 (2007).** International Comission for Unifotme Method of Sugar Analyse.

- Joslyn, M. & Pilnik, W. (1961).** Enzymes and enzyme activity. The orange: its biochemistry and physiology, 373-435.
- Kurup, A. S., Subramani, H. J., Hidajat, K. & Ray, A. K. (2005).** Optimal design and operation of SMB bioreactor for sucrose inversion. *Chemical Engineering Journal*, **108** (1-2), 19-33.
- Lebas, G. (2012).** Etude du métabolisme carboné et azoté de *Miscanthus x giganteus*. Université de Picardie Jules Verne, France. Thèse de Doctorat.
- Lefrançois P. Ruby F. (2005).** Petit glossaire de sucre. pp15.
- Liu, Q., Yang, X., Zhang, L. & Majetich, G. (2010).** Optimization of ultrasonic-assisted extraction of chlorogenic acid from *Folium eucommiae* and evaluation of its antioxidant activity. *Journal of Medicinal Plants Research*, **4** (23), 2503-2511.
- Mai, A. T. (2004).** Développement de biocapteurs électrochimiques à base de tyrosinase pour la détection de polluants organiques en phase aqueuse. Université Claude Bernard-Lyon I.
- Multon, J.-L. (1992).** Sugar, sugars, sweeteners and in the agro-food industries. *Technique et Documentation Lavoisier*.
- Nasef, M. M., Saidi, H. & Senna, M. M. (2005).** Hydrolysis of sucrose by radiation grafted sulfonic acid membranes. *Chemical Engineering Journal*, **108** (1-2), 13-17.
- Ortiz Cerda, I. E. (2017).** Procédé de production de caramels prébiotiques riches en dianhydrides de fructose: études cinétique et rhéologique à l'échelle laboratoire et extrapolation par CFD. Paris 6.
- Rachdi N. (2002).** Procèdes de transformation dans la raffinerie de Cevital (SPA). Rapport de formation, pp1-30.
- Salghi, R. (2003).** Cours d'analyses physico-chimiques des denrées alimentaires II, GPÉE, ENSA Agadir. Ecole Nationale des Sciences Appliquées d'Agadir p, **7**.
- Tinsson, W. (2010).** Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques. Springer Science & Business Media.
- Van Aelest, G. (2006).** Sucre de Tirlémont, Introduction aux Sweet Moments..., Ed. SÜDZUCKER, pp 9-14.
- Van der Poel, P. (1998).** Sugar technology. Beet and cane sugar manufacture/PW van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz. Berlin: Verlag Dr. Albert Vartens KG.

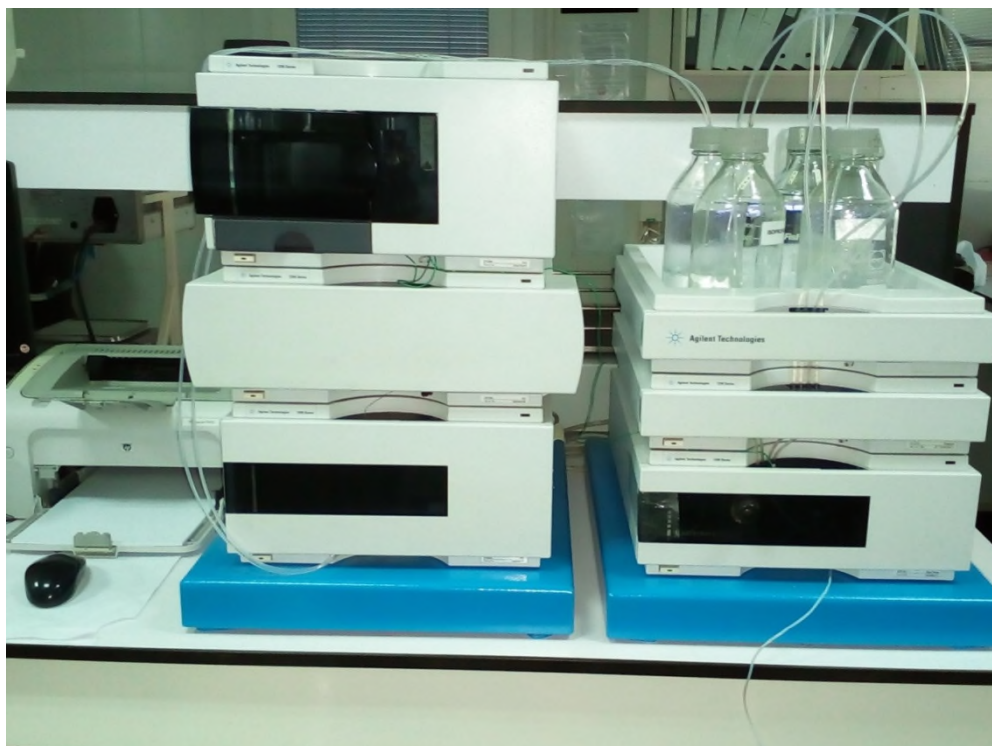
**Zeboudj, S., Belhanèche-Bensemra, N. & Belabbès, R. (2005).** Use of surface response methodology for the optimization of the concentration of the sweet orange essential oil of Algeria by wiped film evaporator. *Journal of food engineering*, **67** (4), 507-512.

# Annexes

ANNEXE I: Matériel utilisé



Figure 1: Polarimètre.



**Figure 2 :** chromatographie en phase liquide de haute performance (HPLC).



**Figure 3 :** réfractomètre.



Figure 4 : Diluteur.

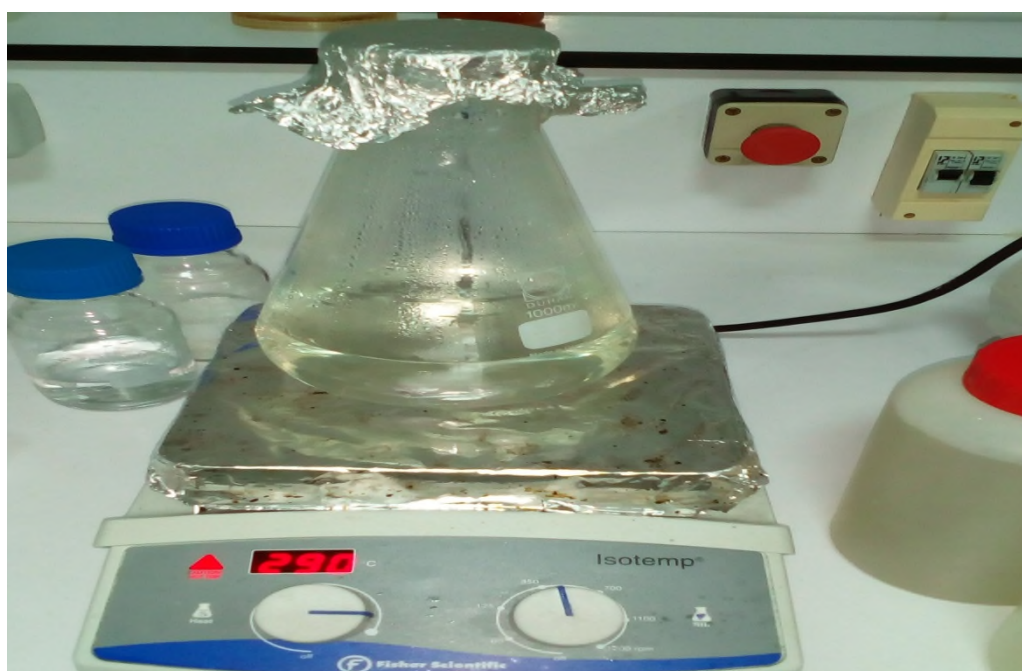
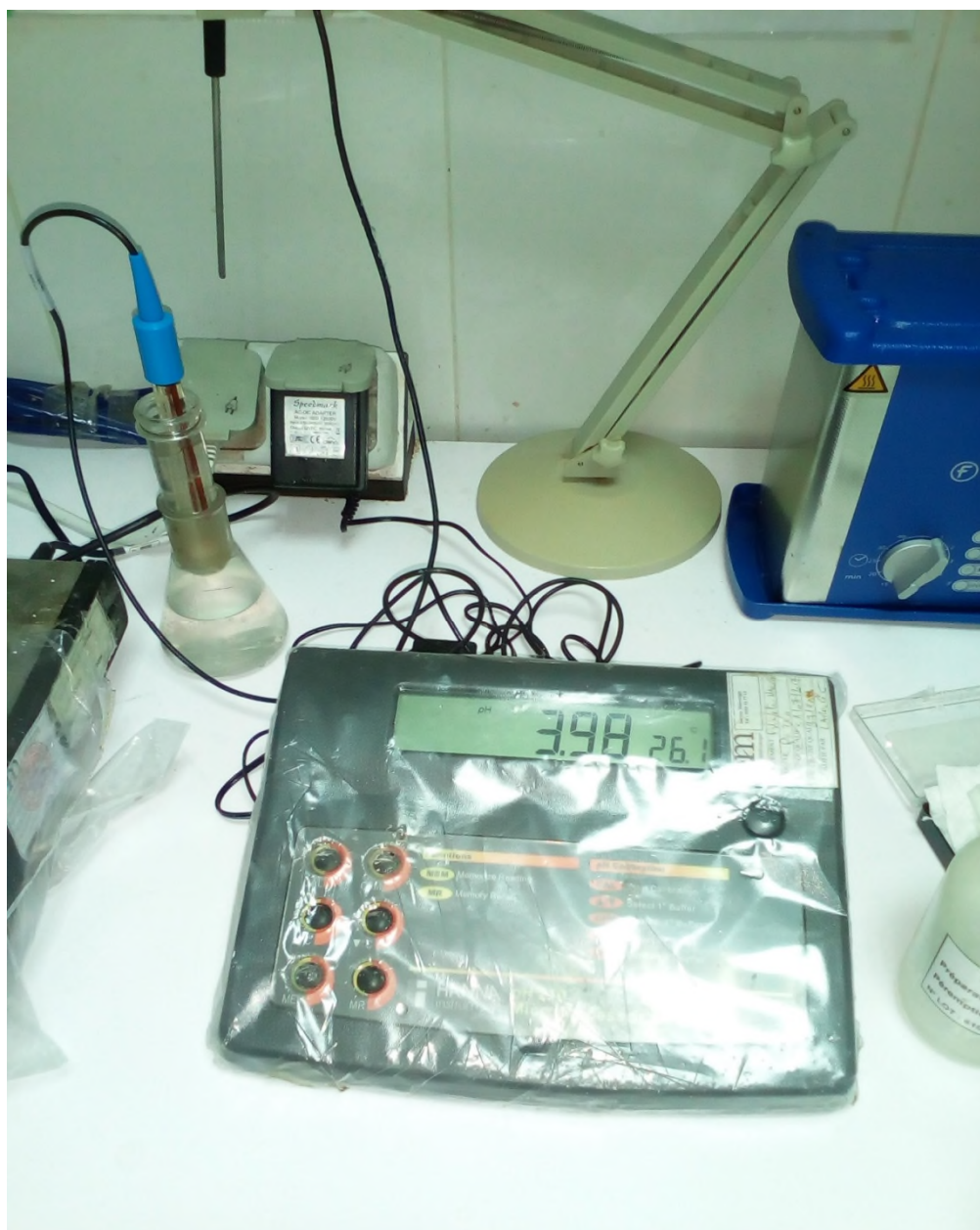


Figure 5 : Plaque chauffante.

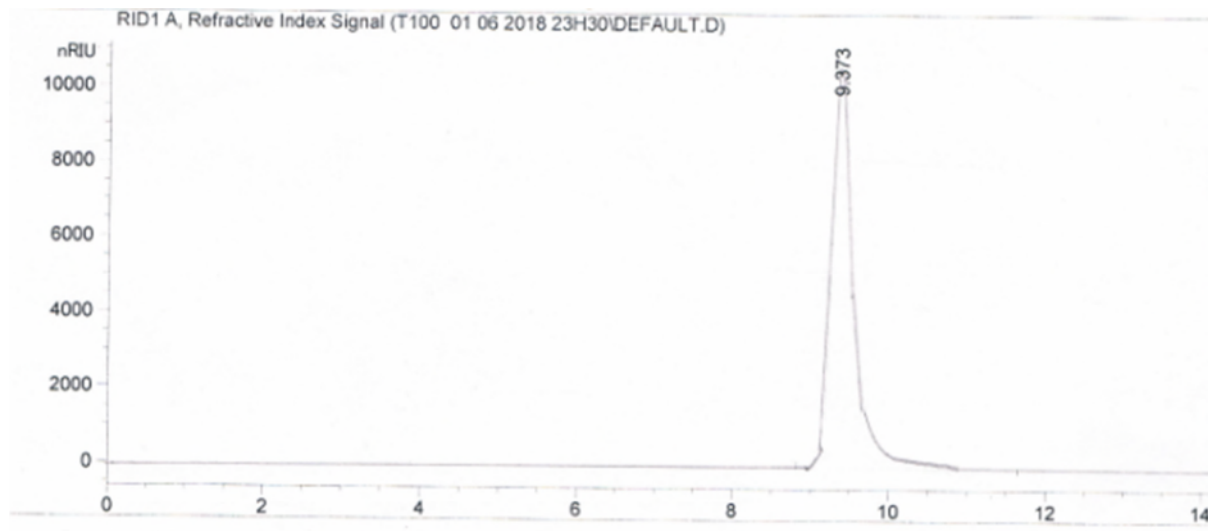




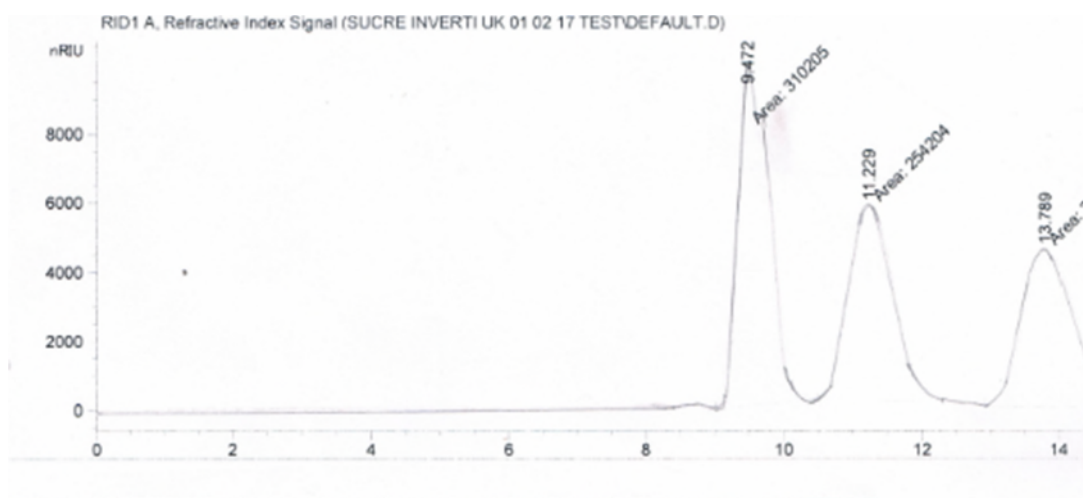
**Figure 6 :** pH-mètre.



**Figure 7:** Thermomètre U.V.

**ANNEXE II : Résultats de l'HPLC de la matière première et du sucre liquide inverti.**

**Figure 1:** Dosage de saccharose du sucre liquide par HPLC.



**Figure 2:** Mesure de taux d'inversion et dosage de saccharose, de fructose et de glucose du sucre inverti estimé par BBD par HPLC.

## Résumé

Dans le but de l'optimisation des facteurs qui agissent sur l'hydrolyse du sucre liquide par l'action combinée de l'acide citrique et du temps de chauffage, une étude par plan surface de réponse de type **Box-Behnken** a été menée. Après un choix approprié de deux variables, 11 expériences ont conduit à un modèle mathématique reliant la réponse (taux d'inversion) aux facteurs et permettant une bonne maîtrise du processus d'hydrolyse. Après la réalisation des essais et l'analyse des données, l'étude a permis la connaissance des conditions optimales nécessaires pour l'obtention d'un taux d'inversion prédit. Ces conditions opératoires sont : un temps de chauffage de 34 min, et une concentration en acide citrique de 1.6%.

Notre étude a prouvé la grande efficacité d'appliquer la méthodologie des plans d'expériences pour l'optimisation des paramètres opérationnels affectant l'hydrolyse du sucre liquide. Il s'agit d'un moyen pertinent et économique qui permet d'obtenir le maximum d'informations dans une courte durée et surtout avec un minimum d'expériences.

**Mots clés :** Optimisation, sucre liquide, hydrolyse, taux d'inversion, plan de surface de réponse.

## Abstract

In order to optimize the factors that affect the hydrolysis of liquid sugar by the combined action of citric acid and the heating time, a Box-Behnken type response surface plan study was conducted. After an appropriate choice of two variables, 11 experiments led to a mathematical model linking the response (inversion rate) to the factors and allowing a good mastery of the hydrolysis process. After conducting the tests and analyzing the data, the study made it possible to know the optimal conditions necessary to obtain a predicted inversion rate.

These operating conditions are: a heating time of 34 min, and a citric acid concentration of 1.6%. Our study proved the great efficiency of applying the experimental design methodology for the optimization of operational parameters affecting the hydrolysis of liquid sugar. It is a relevant and economical way to obtain the maximum information in a short time and especially with a minimum of experience.

**Key words:** Optimization, liquid sugar, hydrolysis, inversion rate, surface response plan.