

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA (BEJAÏA)

FACULTE DES SCIENCES EXACTES
DEPARTEMENT DE CHIMIE

Mémoire de fin d'étude sous le thème

Suivi du Procédé de Fabrication du Sucre Liquide inversi au
niveau de la Raffinerie CEVITAL de Bejaia

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de Master 2 Chimie
Option : Analyse



Saccharum officinarum L.



Par :

Mr : AGUENI Sofiane

Proposé et Dirigé par :

Mr : BOUROUINA. M

Devant le Jury :

Mme. BEN KHODJA. Z :Presidente

Mme. AITBRAHEM. L :Examinatrice

M^r. CHEKNOUNE. S.Examinatrice

M^r. ALLIANE. KInvité

M^r. HADJAL. S.Invité

Promotion : 2011/2012

REMERCIEMENTS

Je remercie Dieu, le tout puissant pour m'avoir donné la foi qui ma guidé jusqu'à la réalisation et l'aboutissement de ce projet.

Je remercie les plus chers s'adressent également à :

Mr BOUROUINA M, mon encadreur : Pour ses précieux conseils, ses encouragements et ses avis toujours éclairés ;

Au Directeur général de l'unité sucre liquide de Cevital Mr RACHEDI N., pour l'honneur qu'il ma fait pour effectuer ce stage pratique au sein de cette entreprise

Mr ALLIANE K et Mr Hadjal S qui mon aidés pour la réalisation de ce travail au sein du complexe Cevital ;

Mrs CHIKHOUNE A: Pour son simplicité, disponibilité et ses remarques.

Je tien également à remercier tout le personnel de CEVITAL et spécialement les opérateurs de la salle de contrôle et l'équipe de laboratoire de sucre liquide.

je tient à remercie tous les membres de jury d'avoir accepter de juger ce travail.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui ont participés de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces



Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents, pour leur amour et leurs sacrifices. Ils sont toujours pour moi une source d'inspiration. Ils m'ont soutenu tout au long de mon parcours jusqu'à aujourd'hui. Ils sont pour moi un véritable exemple ;

Ma très chère bien aimée Assia

Mes très chers grands parents que dieu leurs offre une longue vie

Mon cher frères Nassim, et mes chères sœurs Zakia et son marie Kamel ainsi que leurs enfants Imane, Nesrine et Islame, Khalida et Dihia Pour leurs soutient et leurs présence chaleureuse ;

Mon voisin Ali et sa femme tasaadite ainsi leurs fils Mohamed, Youcef et Sabrina

Mes oncles et tantes

Tous mes amis : Mourad, Lakhdar, Yacine, Réda...

Mes très chers copains de chambres : Latif, Azem, Hakim, moumouh et Madjid

Tous les étudiants de la section deuxieme année master TA chimie

Toutes les personnes qui me sont très chers.

Sofiane

GLOSSAIRE

Graminée (graminacée) : Famille de plantes monocotylédone aux fleurs peu apparentes et groupées en épis.

Lit mélangés : Mélange de résines cationique et anionique.

Roux : Qui est d'un rouge tirant sur le jaune.

Soulèvement : c'est le délassement de la résine par un courant d'eau, pour se débarrasser des particules qui ont pu se déposer à la surface du lit ainsi que les éventuels débris de résine.

LISTE DES ABREVIATIONS

Aw : Activité de l'eau.

CPS : Centipoise.

d : Densité.

HE : Heat exchanger.

ISO : Organisation Internationale de Normalisation.

LM : Lit mélangé.

Max : Maximum.

Min : Minimum.

MJ : Moyenne de la journée.

MS : Moyenne de la semaine.

nm : nanomètre.

P : Pompe.

PM : Poids moléculaire.

SCH : Sirop sortie Colonne Hydrolyse.

SD : Sirop Déminéralisé.

SH : Sirop Hydrolysé.

SI : Sucre Inverti.

SP : Sirop Pasteurisé.

SPD: Sirop Prédécoloré.

SS: Sirop Stocké.

UI : Unité ICUMSA.

SF : Sirop filtré.

SC : Sirop concentré.

LISTE DES FIGURES

Figure (01) : Représentation schématique de la canne à sucre adulte 2

Figure (02) : La canne à sucre à travers les âges 4

Figure (03) : Betterave sucrière. 6

Figure (04) : Air de production de la betterave et de la canne à sucre dans le monde 7

Figure (05) : Schéma de processus de fabrication du sucre blanc 10

Figure (06) : Cellule de betterave dont on extrait le saccharose 12

Figure (07) : Schéma de processus de fabrication du sucre à partir de la betterave sucrière. 13

Figure (08) : Configuration du saccharose vue en méthodes droite et cyclique. 14

Figure (09) : Evolution du rapport sucre/eau (S/E) en fonction de la température..... 18

Figure (10) : Exemples de méthodes d'immobilisation d'enzymes..... 23

Figure (11) : Schéma d'une résine cationique 31

Figure (12) : Schéma d'une résine anionique 32

Figure (13) : Squelettes polystyrène et acrylique utilisés pour la déminéralisation 33

Figure (14) : Schéma de régénération d'une colonne de déminéralisation au sein du complexe Cevital 34

Figure (15) : Schéma de régénération à contre courant d'une colonne de décoloration au sein du complexe Cevital 35

Figure (16) : Schéma de la colonne d'hydrolyse au sein du complexe Cevital..... 36

Figure (17) : diagramme générale fabrication du sucre dans le complexe Cevital [67]. 38

Figure (18) : Evolution du Brix durant les étapes de fabrication de sucre liquide inversi. 55

Figure (19) : Evolution du couleur durant les étapes de fabrication de sucre liquide inversi. 56

Figure (20) : Evolution du pH durant les étapes de fabrication de sucre liquide inversi. 57

Figure (21) : Evolution du taux d'inversion durant les étapes de fabrication de sucre liquide inversi. 59

Figure (22) : Evolution de la pureté du sucre liquide. 60

Figure (23) : Evolution de la conductivité du sucre liquide inversi. 61

Figure (24) : Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et le pH du sirop. 62

Figure (25) : Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et la température du sirop. 63

Figure (26) : Corrélation entre le taux de d'inversion de saccharose et le Brix du sirop. 64

Figure (27) : Corrélation entre le taux d'inversion de saccharose et le débit d'alimentation de la
colonne d'hydrolyse.....65

LISTE DES TABLEAUX

Tableau (I) : Composition moyenne de la canne à sucre..... 5

Tableau (II) : Viscosité du sucre liquide et du sucre inverti à 20°C 27

Tableau (III) : Teneur de l'Aw du sucre liquide et de sucre inverti..... 27

Tableau (IV) : Pouvoir sucrant de quelques sucres 28

Tableau (V) : Paramètres étudiés dans chaque étape de fabrication de sucre inverti..... 46

Table des matières

Introduction	1
---------------------------	----------

Partie I : Recherche bibliographique

CHAPITRE I : _____ Généralités sur le sucre

I.1. Les sources de sucre	2
I.2. Synthèse du saccharose dans les plantes	2
I.3. La canne à sucre	2
I.3.1. Histoire de la canne à sucre à travers le monde	3
I.3.2. Conditions de culture	4
I.3.3. Composition de la canne à sucre	5
I.4. Définition de la betterave sucrière	5
I.4.1. Histoire de la betterave	6
I.4.2. Composition chimique de la betterave sucrière	6
I.4.3. Culture de la betterave	6
I.5. La betterave sucrière et la canne à sucre dans le monde	7
I.6. Technologie sucrière	8
I.6.1. Technologie de la sucrerie de canne	8
I.6.1.1. Réception et préparation des plantes	8
I.6.1.2. Extraction	8
I.6.1.2.1. Découpage et broyage	8
I.6.1.2.2. Extraction	8
I.6.1.2.3. Epuration	9
I.6.1.2.4. Evaporation et cristallisation	9
I.6.1.2.5. Malaxage et turbinage	9
I.6.1.2.6. Séchage	9
I.6.1.2.7. Emballage et entreposage	9

Table des matières

I.6.2. Technologie de la betterave sucrière.....	11
I.6.2.1. Stockage.....	11
I.6.2.2. Réception	11
I.6.2.3. Alimentation de l'usine	11
I.6.2.4. Lavage des betteraves.....	12
I.6.2.5. Extraction du sucre	12

CHAPITRE II : _____ Le saccharose et la Chimie sucrière

II. Le saccharose et la chimie sucrière	14
II.1. Le saccharose.....	14
II.1.1. Composition et structure.....	14
II.1.2. Les propriétés de saccharose.....	14
II.1.2.1.L'Aspect.....	14
II.1.2.2. La granulométrie	15
II.1.2.3. La solubilité	15
II.1.2.4. La température de fusion	15
II.1.2.5. Le pouvoir rotatoire.....	15
II.1.2.6. L'inversion.....	15
II.2. La chimie sucrière.....	16
II.2.1. Paramètres de mesures.....	16
II.2.1.1. Le Brix.....	16
II.2.1.2. La polarisation	17
II.2.1.3. La pureté.....	17
II.2.1.4. La solubilité	17
II.2.1.5. La saturation	18
II.2.1.6. La Sursaturation	18

Table des matières

II.2.1.7. La densité.....	19
II.2.1.8. Les non-sucre.....	19
 <i>CHAPITRE III : _____ Hydrolyse de saccharose</i>	
III.1. Hydrolyse de saccharose (inversion).....	20
III.2. Sucre liquide inverti	20
III.3. Différentes techniques d'hydrolyse.....	20
III.3.1. Hydrolyse acide.....	20
III.3.2. Hydrolyse enzymatique.....	21
III.3.2.1. Techniques d'immobilisation de l'enzyme :.....	21
III.3.2.1.1. Définition.....	21
III.3.2.1.2. Généralités sur les invertases	22
III.3.2.1.3. Origine de l'invertase.....	22
III.3.2.1.4. Stratégie mise en œuvre pour accroître la stabilité des invertases (Immobilisation)	22
III.3.2.1.4.1. Immobilisation d'invertase par adsorption sur résine amberlite™ échangeuse d'anions.....	23
III.3.2.1.4.2. L'immobilisation de l'invertase par liaison covalente	24
III.3.2.1.4.3. L'immobilisation de l'invertase dans des films de polymère conducteur ..	24
III.3.2.1.4.4. L'immobilisation de l'invertase dans des capsules de gel d'alginate de calcium	25
III.3.3. Inversion par les résines échangeuses d'ions	25
III.4. Produits de dégradation de sucre inverti	26
III.4.1. Produit de dégradation alcaline des hexoses (PDAH).....	26
III.4.2. Les Caramels.....	26
III.4.3. Les Mélanoidines	27
III.5. Propriétés du sucre liquide inverti.....	27

Table des matières

III.5.1 Viscosité	27
III.5.2. Affinité pour l'eau – activité de l'eau (Aw)	27
III.5.3. Pouvoir sucrant.....	28
III.5.4. Abaissement de la température de congélation	29
III.6. Utilisation de sucre liquide inversi	29

CHAPITRE IV : _____ Résine échangeuse d'ions

IV.1. Résine échangeuse d'ions	31
IV.1.1. Définition	31
IV.1.2. Principaux types des résines	31
IV.1.2.1. Echangeurs de cations	31
IV.1.2.2. Echangeurs d'anions	32
IV.1.3. Propriétés des échanges d'ions	32
IV.1.3.1. Capacité d'échange.....	32
IV.1.3.2 Porosité	32
IV.1.3.3. Granulométrie.....	32
IV.1.3.4. Affinité	33
IV.2. Application des résines dans des industries sucrières	33
IV.2.1. Déminéralisation.....	33
IV.2.2. Décoloration	35
IV.2.3. Hydrolyse de saccharose	36

Partie II : Partie pratique

_____ I. Processus de fabrication _____

Table des matières

I. Groupe Cevital	37
I.1. Présentation de l'unité	37
II. Technologie de fabrication	38
II.1. Les différentes sections de fabrication de sucre liquide inverti	39
II.1.1. Déminéralisation (décoloration unité, SL 100)	39
II.1.2. Hydrolyse (unité, SL200)	40
II.1.3. Charbon- filtration (unité, SL300)	40
II.1.4. Pasteurisation-filtration stérile (unité, SL400)	41
II.1.5. Concentration (unité, SL500)	42
II.1.6. Stockage et chargement camion (unité, SL600)	43
II.1.7. Description procédé SL1000	44

II. Matériels et Méthodes

II.1. Echantillonnage	46
II.2. Méthodes d'analyses physico-chimiques	47
II.2.1. Mesure du Brix	47
II.2.2. Mesure de la polarisation	47
II.2.3. Mesure de pureté	48
II.2.4. Mesure de la couleur	49
II.2.5. Mesure de trouble	50
II.2.6. Détermination des cendres conductimétriques	51
II.2.7. Mesure de taux d'inversion par HPLC	52
II.2.8. Mesure du pH	53

III. Résultats et Discussion

III.1. Evolution du Brix durant les étapes de fabrication du sucre liquide inverti	55
---	-----------

Table des matières

III.2. Evolution de la couleur durant les étapes de fabrication du sucre liquide inversi	56
III.3. Evolution du pH durant les étapes de fabrication du sucre liquide inversi.	57
III.4. Evolution du taux d'inversion durant les étapes de fabrication du sucre liquide inversi	58
III.5. Evolution de la pureté du sucre liquide avant l'étape d'hydrolyse	60
III.6. Evolution de la conductivité après l'étape de déminéralisation	61
III.7. Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et le PH du sirop	62
III.8. Corrélation entre le taux d'inversion de saccharose et la température du sirop ...	63
III.9. Corrélation entre le taux d'inversion de saccharose et le Brix du sirop	64
III.10. Corrélation entre le taux d'inversion et débit de sirop	65
Conclusion.....	66
Références bibliographiques	67

Annexe

Partie I
Recherche
bibliographique

Introduction

Introduction

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

Autrefois, l'utilisateur (confiseur, biscuitier) fabriquait lui-même le sucre liquide inverti, de façon 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).

La qualité est l'une des préoccupations actuelles des industries agroalimentaires. Cevital étant certifiée ISO 22000 pour ses produits tel que le sucre solide et le sucre liquide (saccharose et inverti) la qualité est ainsi au cœur de ses objectifs. Bien que celle-ci est subjective, toutes fois l'appréciation des paramètres physicochimiques dits de qualité est toujours possible ses paramètres en été abordés en détail lors des analyses effectuées au niveau de laboratoire de l'unité sucre liquide de Cevital.

L'objectif de ce travail est double. D'une part suivre le processus de fabrication de sucre liquide inverti et recensement de problèmes liés à l'hydrolyse et l'analyse de sucre au sein de l'unité sucre liquide de Cevital.

D'autre part, faire une comparaison de coût et l'impacte sur l'environnement entre l'hydrolyse de saccharose par catalyse acide sur résine et l'hydrolyse de ce dernier par voie enzymatique.

Chapitre I

Généralités sur le sucre

I.1. Les sources de sucre

Le sucre existe dans toutes les plantes contenant de la chlorophylle. On le trouve dans presque tous 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, etc.), c'est bien la betterave et la canne qui constituent les deux principales sources mondiales de sucre [1].

I.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 est assimilée par la plante afin de convertir l'énergie lumineuse en énergie chimique selon :



Chez la plus part des végétaux, le produit majeur de l'assimilation photosynthétique de carbone atmosphérique est le saccharose [2].

I.3. La canne à sucre

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 01**). 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. [3].



Figure (01) : Représentation schématique de la canne à sucre adulte [4].

La plante se reproduit par bouturage, à partir d'un morceau de tige comportant au moins un nœud. La plantation se fait au début de la saison des pluies. La canne à sucre demande un sol aéré, assez riche et bien irrigué [3].

Cette plante se compose de plusieurs parties, dont la tige qui est un des éléments qui la caractérise le mieux, et constitue le réservoir en sucre de la plante [5].

Les tiges peuvent atteindre entre 2,5 et 4 m de hauteur et 1,5 à 6 cm de diamètre, selon les variétés. Leur écorce épaisse et lisse va du jaune au violet. Les tiges sont structurées en tronçons de 10 à 20 cm (les entre-nœuds), séparés par des nœuds où les feuilles prennent naissance [3].

I.3.1. Histoire de la canne à sucre à travers le monde

Bien avant l'ère industrielle, la canne a fourni, au cours des millénaires qui l'ont précédée, le sucre à l'humanité. De la canne, on pouvait assez facilement extraire le saccharose. Dès la plus haute Antiquité, on savait cultiver le roseau sucré, dont l'origine botanique remonterait au «**saccharum robustum**» de la Nouvelle-Guinée et des îles voisines, avant d'émigrer vers l'est (Iles Fidji, Nouvelle-Calédonie, Nouvelles-Hébrides), plus tard vers l'ouest et le nord-ouest (Philippines, Indochine, Indonésie, Malaisie, Inde et Chine). Vers le III^{ème} siècle avant J.C., Indiens et Perses commencent à importer du sucre sur les rivages de la Méditerranée orientale, en Arabie et en Egypte. Mais, il faut attendre le retour des Arabes d'Asie au VII^{ème} siècle, pour voir se développer la canne à sucre dans les pays méditerranéens. Jusqu'à la fin du Moyen-âge, les Arabes sont les principaux producteurs de sucre.

En Europe, ce produit exotique est resté longtemps inconnu. Ce sont les croisés qui rapportent les précieux roseaux, à partir du XII^{ème} siècle. On les implante dans l'archipel grec, en Sicile, dans le sud de l'Italie et le midi de la France. Nos apothicaires vendent le sucre sous des formes variées, à des prix élevés. Le commerce sucrier va se développer en Europe et Venise en devient la grande capitale. Les marchands vénitiens vont chercher d'Alexandrie le sucre qui arrive à l'Italie au XIV^{ème} et au XV^{ème} siècle. Puis Lisbonne devient à son tour capitale du raffinage.

La découverte de l'Amérique marque un tournant dans l'histoire du sucre. Dès son second voyage en 1493, Christophe Colomb introduit à Saint Domingue des plants de canne à sucre en provenance des Canaries. Puis la canne est introduite au Mexique, au Pérou, au

Brésil. Au cours du XVI^{ème} siècle, début du XVII^{ème}, tous les pays découverts vont se couvrir de plantations.

Au XVII^{ème} siècle, les Français installés à la Martinique et à la Guadeloupe commencent à cultiver la canne. A l'aube du XIX^{ème} siècle, la canne à sucre a bouclé son tour du monde. Le voyage a duré 2000 ans. Parti des îles du Pacifique sud, le roseau sucré a gagné tous les continents [6].

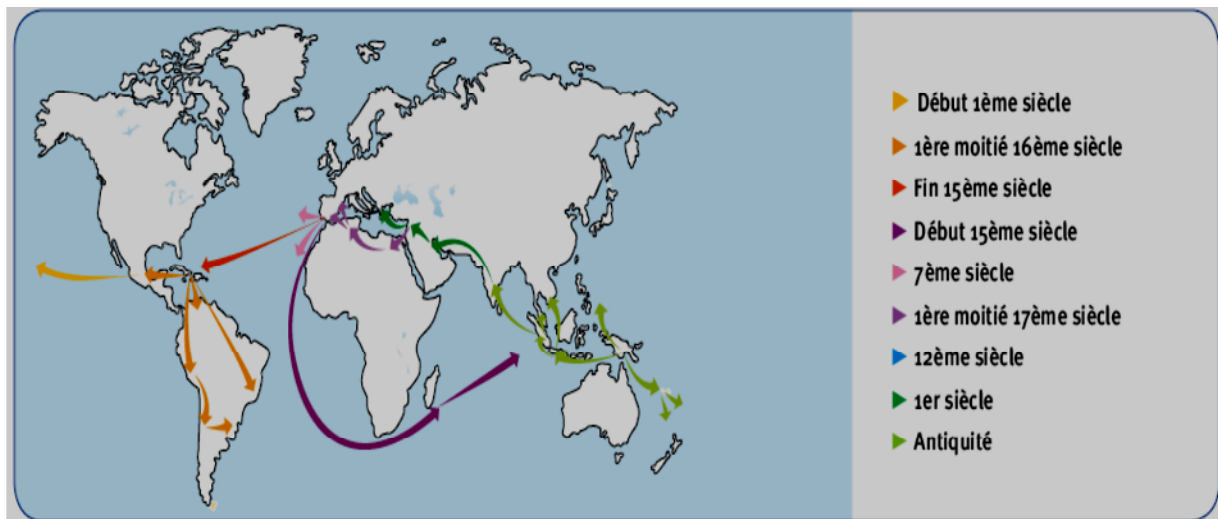


Figure (02) : La canne à sucre à travers les âges [1].

I.3.2. Conditions de culture

La canne à sucre se développe à des températures s'étalant en principe entre 10 et 30°C. Par contre, les températures ne doivent en aucun cas s'abaisser en dessous de 0°C car la plante gèle. Lors de la phase de maturation, c'est à dire la période au cours de laquelle la plante fabrique le plus de saccharose, les températures doivent se situer entre 10 et 20°C [7].

Les besoins en eau de la canne à sucre se situent en moyenne aux alentours de 1500 ml par an, toutefois, la culture de la canne à sucre peut également avoir lieu dans des régions moins propices si un bon système d'irrigation est mis en place [8].

Le sol doit être riche, lourd et assez poreux pour permettre une bonne pénétration et conservation de l'eau, mais il doit également être bien drainé, afin que le système racinaire de la plante, qui est assez important, se développe dans de bonnes conditions [9].

Les plantes de canne sont généralement propagées par bouture, ces dernières sont entrées et les bourgeons dormant peuvent alors se développer et donner naissance à des tiges

primaires. A maturité, une touffe de canne peut comporter de 10 à 15 tiges, la période de maturation varie selon le climat et la région [1].

Si ces diverses conditions sont réunies, les plantes de canne à sucre arrivent à maturité au bout de 10 à 24 mois selon les régions (la moyenne se situant aux alentours de 16 mois). Ce moment est assez simple à déterminer, il intervient un mois après l'apparition de petites fleurs le long de la tige de la canne à sucre [7].

La canne à sucre s'épanouit bien dans des sols légèrement acides, l'optimal se situant à un pH d'environ 6,5. Toutefois, elle peut supporter des terres, plus acides (jusqu'à pH 5) ou plus basiques (jusqu'à pH 8,5) [10].

La récolte est une étape cruciale et demande une grande organisation, elle se fait au moment où la canne présente la plus grande richesse en sucre. La coupe se fait beaucoup plus à la main. Lors de la récolte, une partie de la tige est laissée en place pour une nouvelle poussée [11].

I.3.3. Composition de la canne à sucre

Les principaux constituants de la canne à sucre sont le sucre et les fibres. La composition moyenne est présentée dans le tableau (1). Après extraction, une tonne de canne produit environ 250 à 300 kg de débris, soit entre 25 et 30 % de la matière première [3].

Tableau I : Composition moyenne de la canne à sucre [3].

Composants	Teneur en %
Eau	70
Fibres ligneuses	14
Saccharose	14
Impuretés	2
Total	100

I.4. Définition de la betterave sucrière

La betterave sucrière « *Beta vulgaris* » appartient, comme les épinards et la blette, à la famille des « chénopodiacées ». Les variétés de betterave sucrière cultivées actuellement sont issues de la betterave de Silésie sélectionnée à la fin du XVIII^{ème} siècle par le chimiste allemand Achard. Ces variétés contiennent entre 15 % et 20 % de sucre, alors que la

« Blanche de Silésie », dont elles sont issues n'en contenait que 7 %. Cette amélioration significative est le fruit d'une sélection rigoureuse des plantes [12].

I.4.1. Histoire de la betterave

A la fin du 18^{ième} siècle, la situation politique paralyse les échanges commerciaux entre le continent européen et les pays tropicaux producteurs de canne à sucre et crée une pénurie qui va inciter les européens à rechercher d'autres sources de saccharose. La betterave sucrière, utilisée jusque là comme aliment pour le bétail, fait l'objet de recherches et de sélections afin d'augmenter sa teneur en saccharose. Au début du 19^{ième} siècle, la première fabrique de sucre au départ de betterave est construite en Silésie et c'est en 1812 que la première fabrique belge voit le jour à Liège. L'industrie du sucre de betterave va perdurer jusqu'à nos jours en Wallonie et en Europe en renforçant sa position malgré les aléas qu'ont connu son marché et la concurrence des producteurs de canne [13].

I.4.2. Composition chimique de la betterave sucrière

La betterave sucrière du genre « **Béta vulgaris** » est constituée d'environ 23,5% de matière sèche et de 76,5% d'eau. Le saccharose représente environ 17% de la matière sèche. Le reste est constitué de composés solubles et insolubles. La partie insoluble, appelée marc, est formée essentiellement de cellulose, d'hémicelluloses et de substances pectiques. La cellulose et les hémicelluloses constituent le squelette de la cellule, et les substances pectiques jouent le rôle de ciment. La partie soluble est constituée principalement de composés organiques azotés ou non, de sels et de cendres [14].

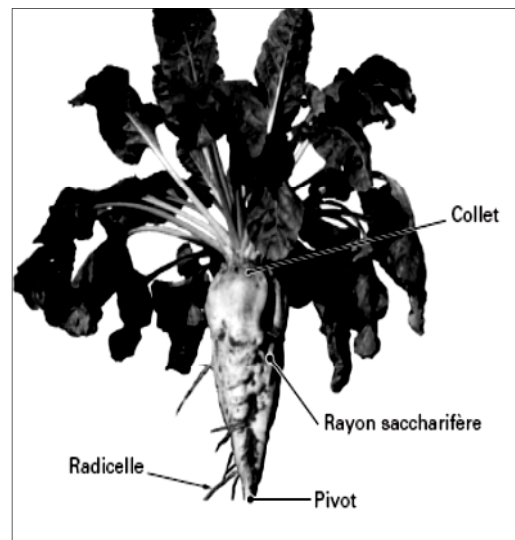


Figure (03) : Betterave sucrière [15].

I.4.3. Culture de la betterave

Dès que le sol est sec, en mars ou avril, les agriculteurs entreprennent les semailles. Avec des appareils permettant l'ensemencement individuel, les graines, qui se présentent sous forme de pastilles rondes, sont enfouies dans le sol à intervalles de 16 à 20 cm. Par temps

favorable, les premières pousses apparaissent déjà après deux semaines. En l'espace d'environ 180 jours, elles se développent pour devenir de belles betteraves pesant entre 700 et 2000 g.

Jusqu'à 90 000 plantes de betterave poussent sur un hectare. Leur teneur en sucre varie entre 16% et 20% et l'on en retirera entre 8000 et 12 000 kg de sucre. Cette quantité suffit pour couvrir les besoins annuels de 250 consommateurs. Les betteraves sucrières, qui sont des plantes à rendement élevé, ont besoin d'un bon apport en substances nutritives. Les mauvaises herbes sont combattues le plus tôt possible et de manière sélective, ce qui permet de limiter les coûts et de ménager les betteraves [16].

I.5. La betterave sucrière et la canne à sucre dans le monde

La filière sucre mondiale s'est constituée autour de deux principales matières premières : la canne et la betterave. Sa compétitivité est aujourd'hui sérieusement remise en cause par la croissance des édulcorants de substitution et le développement à partir du sucre d'une filière parallèle non alimentaire « les biocarburants ». La production de la canne à sucre présente un double avantage par rapport à celle de la betterave sucrière : une meilleure capacité à absorber le gaz carbonique (la canne est un meilleur transformateur de l'énergie solaire par rapport à la betterave) et un faible coût de main d'œuvre. En revanche, elle est plus riche en sucre que la canne [17].

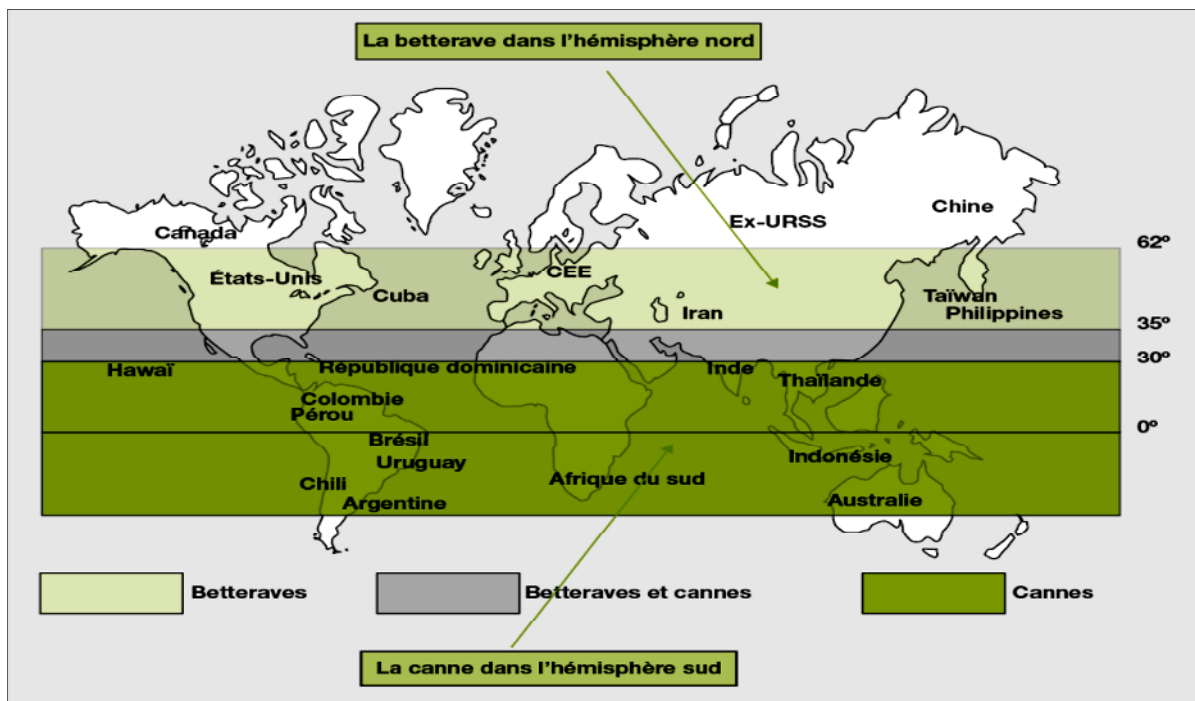


Figure (04) : Air de production de la betterave et de la canne à sucre dans le monde [17].

I.6. Technologie sucrière

I.6.1. Technologie de la sucrerie de canne

L'objectif des sucreries est de partir d'une matière première la plus pure possible et de produire, avec un rendement optimum, un sucre de qualité. La sucrerie est donc principalement une industrie de séparation et de purification. Un grand nombre d'opérations unitaires de séparation sont ainsi mises en œuvre [18].

I.6.1.1. Réception et préparation des plantes

La réception des cannes se fait directement à la balance de la sucrerie. Les plantes sont acheminées par un tapis roulant vers un lavoir, pour éliminer la terre, les poussières, les pierres et les herbes, puis vigoureusement lavées dans un fort courant d'eau [18].

I.6.1.2. Extraction

I.6.1.2.1. Découpage et broyage

Compte tenu de sa composition, la canne à sucre doit être déchiquetée pour pouvoir en extraire le sucre. Cette opération est réalisée dans des Schredders (hacheurs). Les morceaux de canne ont une taille de l'ordre de 100mm et un diamètre de 4mm. Cette étape de broyage est déterminante et facilite considérablement le processus d'extraction [19].

Les matières fibreuses ou les résidus ligneux obtenus après broyage sont imbibées d'eau pour dissoudre le maximum de saccharose et sont ensuite utilisés comme combustibles pour les chaudières des sucreries ou des raffineries [20].

I.6.1.2.2. Extraction

Les morceaux de canne à sucre passent dans une série de trois moulins cylindriques montés en triangle. Ils tournent lentement (4 à 6 tr/min). Du premier moulin, sort ce que l'on appelle le « **vesou** ». La canne subit deux broyages dans chaque moulin. Le jus est récupéré au dessus du groupe de moulin où il est envoyé aux divers stades du traitement (jus de première pression) ou au contraire recircule dans les moulins « jus mélangé ». Les moulins permettent d'extraire 92 à 96% du saccharose contenu dans la canne. Le vesou est de couleur brune assez trouble avec une composition et une qualité qui varient selon la variété et la qualité de la canne [3].

I.6.1.2.3. Epuration

Le vesou contient un grand nombre d'impuretés. Il est d'abord épuré par tamisage pour enlever les particules ligneuses, ensuite par chauffage et par l'ajout de chaux (Chaulage) [3].

Le vesou est porté à ébullition afin de favoriser la floculation des impuretés résiduelles (boues) [21].

I.6.1.2.4. Evaporation et cristallisation

Le jus sucré est envoyé dans des chaudières. L'eau s'évapore peu à peu, tandis que le jus sucré se transforme en sirop. La cristallisation est effectuée en trois étapes appelées jets. Elle consiste à chauffer le sirop pour qu'il se concentre de plus en plus jusqu'à la sursaturation, les cristaux apparaissent. Cette masse est chauffée à 80°C, le jus restant est appelé «mélasse » [22].

I.6.1.2.5. Malaxage et turbinage

Cette étape consiste en un refroidissement de la masse cuite, qui est déversée dans un bac de malaxage d'une température allant entre 45 à 50°C, ce refroidissement achève le grossissement des cristaux dans l'eau mère. Le sucre blanc commercialisé ne sort que du premier jet, les deuxièmes jets et troisièmes jets ne produisent que du sucre roux [23].

I.6.1.2.6. Séchage

Les cristaux de sucre sont séchés dans des granulateurs à tambour.

I.6.1.2.7. Emballage et entreposage

Pour la consommation locale dans les pays producteurs, le sucre brut obtenu est souvent vendu et consommé tel quel. Les cristaux de sucre sont donc mis dans des sacs. Pour l'exportation, le sucre roux est entreposé en piles, jusqu'à ce qu'il soit chargé sur les navires [3].

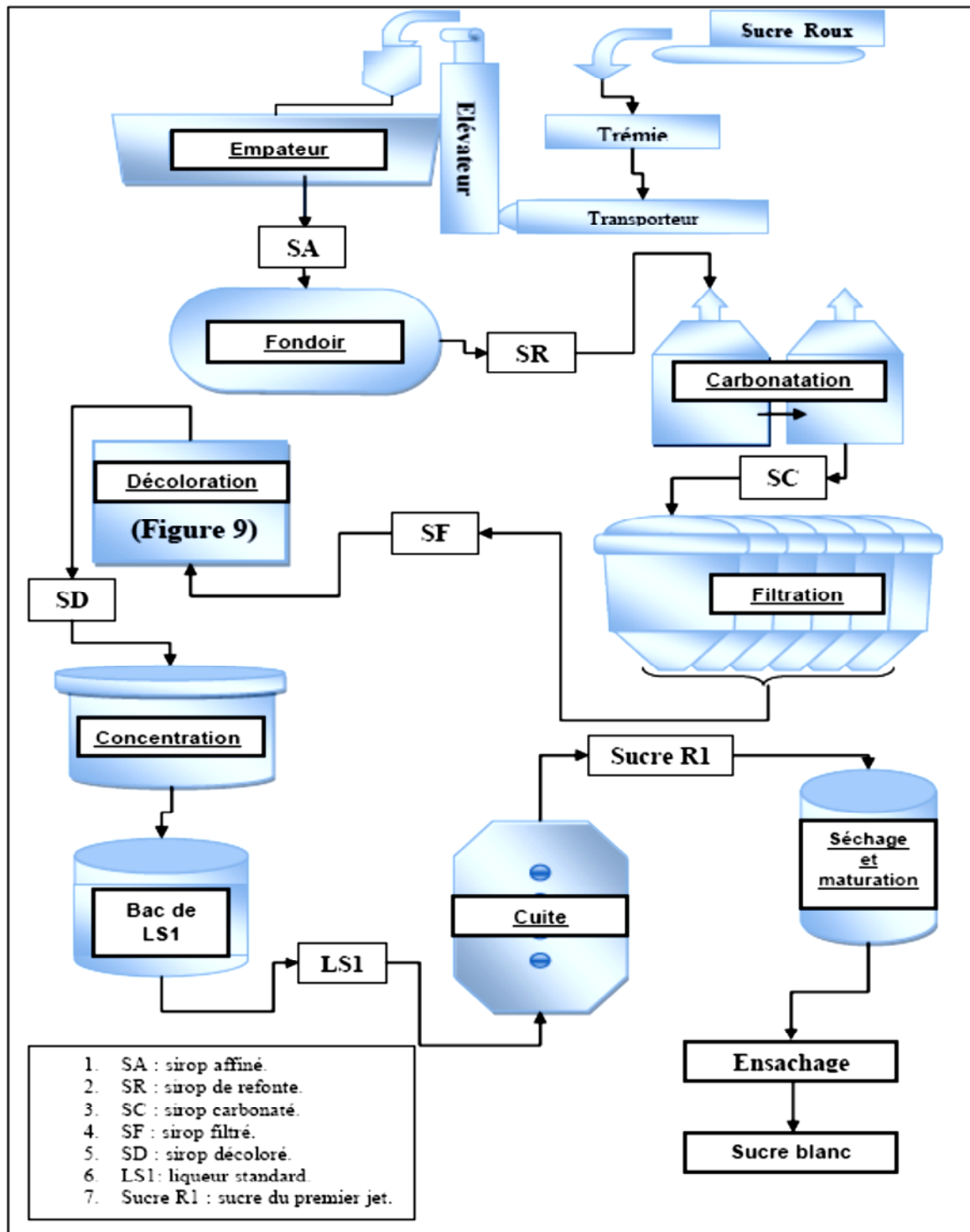


Figure (05) : Schéma de processus de fabrication du sucre blanc [24].

I.6.2. Technologie de la betterave sucrière

I.6.2.1. Stockage

Le stockage des betteraves s'effectue au bord des champs et en usine :

— au bord des champs, il s'agit de « silos » qui ressemblent à de simples tas mais dont la structure (hauteur, largeur, orientation) est soignée afin de permettre une bonne aération de l'ensemble ;

— en usine, la capacité de stockage ne dépasse généralement pas 48 heures et permet un fonctionnement continu de l'usine, même en absence de réception de betterave, la nuit et le week-end. Les usines se chargent de l'organisation de la réception.

Plusieurs transformations entraînant une perte en sucre ont lieu durant le stockage :

— le métabolisme respiratoire et la pousse des feuilles se font aux dépens du saccharose stocké dans la racine. La perte quotidienne est ainsi évaluée à 0,02 à 0,04 kg saccharose/100 kg ;

— durant le stockage, on assiste à une transformation des matières azotées avec hydrolyse des protéines en acides aminés. Ce taux d'azote soluble supplémentaire diminue la pureté des jus, et par la même augmente la perte en sucre (chaque non-sucre entraîne une quantité donnée de sucre dans la mélasse) [18].

I.6.2.2. Réception

Les usines paient les planteurs sur la base du poids de betteraves décolletées et de la teneur en sucre de celles-ci. Les betteraves sont payées en fonction du quota auquel elles correspondent et de leur teneur en sucre.

L'importance de la tare dépend de la nature des sols mais également de la manière dont s'est déroulée la récolte (temps suffisant après une pluie) et le stockage (aire stabilisée en dur ou non) [18].

I.6.2.3. Alimentation de l'usine

Du point fixe ou de l'aire de stockage, l'alimentation de l'usine en betteraves peut s'effectuer de manière hydraulique ou à sec.

- *Alimentation hydraulique*

Cette technique présente l'avantage de ne pas briser les betteraves. Par contre, elle entraîne :

— des pertes en sucre importantes dans l'eau de circulation d'où une forte augmentation de la DCO (demande chimique en oxygène) ;

- des risques de développements microbiens ;
- des dépôts de pierres bouchant les caniveaux ;
- un manque de souplesse (pour l'augmentation de capacité notamment).

- **Alimentation à sec**

Cette technique présente l'avantage de limiter les pertes en sucre et d'utiliser moins d'eau, par contre, elle entraîne un bris plus important des betteraves et des pertes en sucre au transport dues aux blessures et heurts des betteraves [18].

I.6.2.4. Lavage des betteraves

La qualité du nettoyage des betteraves est très importante car elle conditionne la durée de vie des couteaux des coupe-racines, l'importance des infections, l'usure du diffuseur, la filtrabilité et l'épuration des jus, l'usure du matériel de pressage des pulpes et la digestibilité de ces dernières [18].

I.6.2.5. Extraction du sucre

L'extraction est réalisée par **diffusion** en plongeant les betteraves, découpées en cossettes, dans de l'eau chaude afin de dénaturer la membrane ectoplasmique empêchant la diffusion des solutés. Au-delà de 60 °C, les albumines de la membrane coagulent. Le cytoplasme se rassemble au centre, tandis que la vacuole prend sa place au contact de la membrane cellulosique (**figure 06**). Comme cette dernière est totalement perméable, les vacuoles forment, d'une cellule à l'autre, une solution continue. La théorie de la diffusion simple s'applique alors à cette extraction [18].

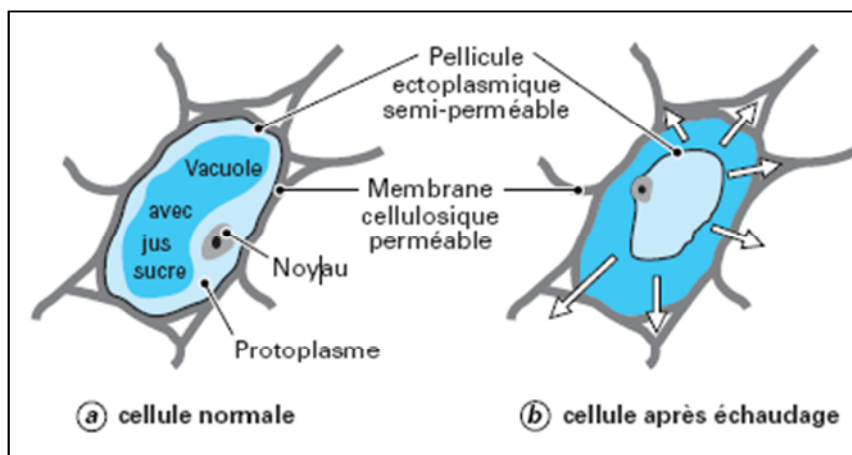


Figure (06) : Cellule de betterave dont on extrait le saccharose [18].

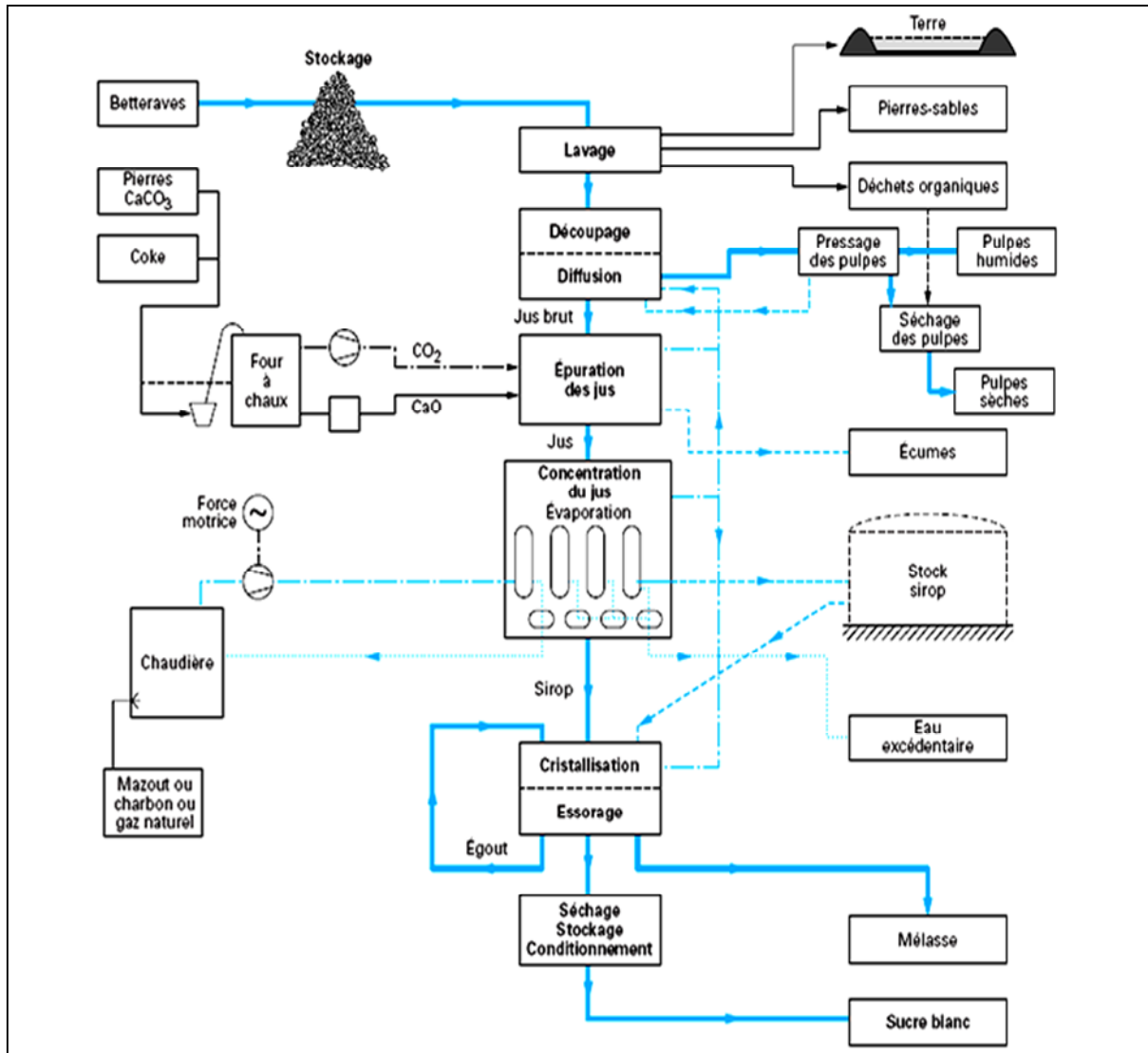


Figure (07) : Schéma de processus de fabrication du sucre à partir de la betterave sucrière [18].

- ❖ Les opérations qui suivent sont presque les mêmes que celles de la fabrication du sucre de canne.

Chapitre II

Le saccharose et la chimie sucrière

II. Le saccharose et la chimie sucrière

II.1. Le saccharose

II.1.1. Composition et structure

Le saccharose est un disaccharide ou diholoside, non réducteur, les deux oses qui le composent sont le dextrose (ou glucose) et le lévulose (ou fructose) qui sont réducteurs. Il a pour formule brute $C_{12}H_{22}O_{11}$, sa masse moléculaire est de 342 g/mole. Sa dénomination chimique complète est : -D-glucopyranosyl (1 2) -D-fructofuranoside [25].

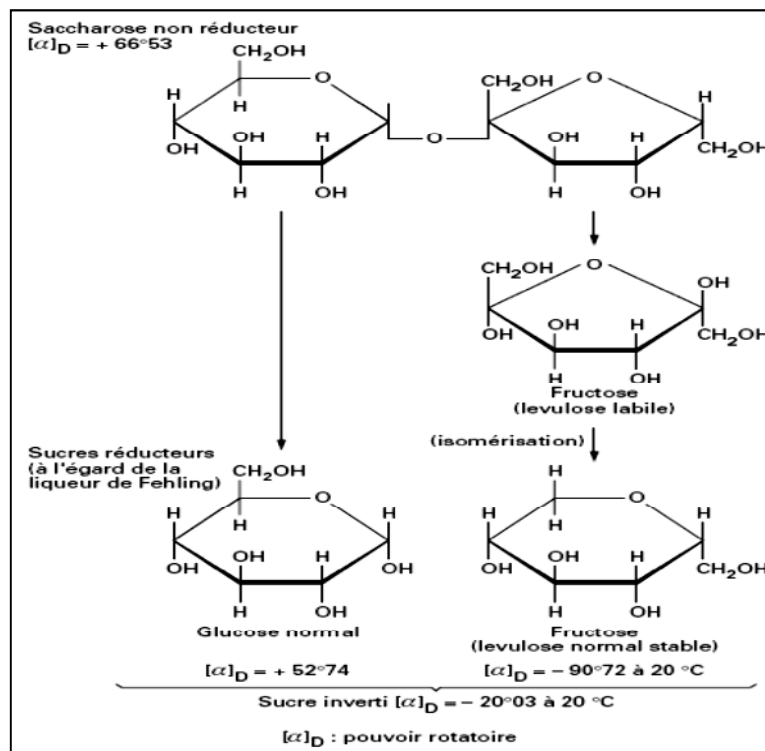


Figure (08) : Configuration du saccharose vue en méthodes droite et cyclique [26].

II.1.2. Les propriétés de saccharose

Le sucre, terme du langage courant, englobant divers produits naturels utilisés pour leur pouvoir sucrant, sans qualificatif il désigne le saccharose : sucre de betterave et de canne [27].

II.1.2.1.L'Aspect

Le sucre de commerce se présente sous la forme d'une matière cristalline blanche et brillante, (prismes rhomboïdaux) non hygroscopique. Il est inodore et de saveur caractéristique [28].

II.1.2.2. La granulométrie

Le sucre se présente sous différentes formes granulométriques, chacune adaptée aux multiples besoins des industries utilisatrices. La granulométrie est exprimée au moyen de deux chiffres : l'ouverture moyenne qui caractérise la dimension moyenne des cristaux (OM) et le coefficient de variation (CV) qui caractérise la dispersion des cristaux autour de cette valeur moyenne [28].

II.1.2.3. La solubilité

Le sucre est très soluble dans l'eau et d'autant plus que la température de celle-ci est plus élevée ; à température ambiante (20°C) la solubilité est de 67g pour 33g d'eau ou pour 100g de solution [25].

En règle générale, le saccharose est nettement moins soluble dans les solvants non aqueux qu'en solution aqueuse. En outre, il n'est pas soluble dans les solvants apolaires. Il n'est pratiquement pas soluble dans l'alcool pur [28].

II.1.2.4. La température de fusion

La valeur du point de fusion du saccharose généralement admise est de 186°C. Cette valeur peut varier entre 182 et 192°C, selon la pureté de l'échantillon [2].

Chauffé lentement à sec, le sucre commence à fondre vers 160°C puis se transforme en caramel avant de brûler vers 190°C, en donnant un résidu de « charbon de sucre » [28].

II.1.2.5. Le pouvoir rotatoire

Le saccharose a la propriété de dévier le plan de la lumière polarisée vers la droite. Son pouvoir "dextrogyre" spécifique est : $[\alpha]_D^{20} = 66^\circ,55$.

Cette propriété fondamentale est à la base d'un instrument de mesure très précis appelé polarimètre, et est utilisé officiellement pour la détermination de la pureté du sucre et de la teneur en saccharose des solutions de sucre dans l'eau [28].

II.1.2.6. L'inversion

L'hydrolyse du saccharose, appelée «inversion», provoque la transformation du saccharose en un mélange équimolaire de glucose et de fructose. La solution obtenue prend le nom d'inversion de sucre inversi en raison du changement de signe de la mesure polarimétrie du positif vers le négatif, ceci sous l'effet de l'hydrolyse.

Cette hydrolyse est la réaction initiale de la plupart des séquences de réactions des sucres simples en chimie alimentaire. L'inversion peut se produire à des pH faibles jusqu'à un pH de 8,5. [29].

Le sucre inverti, est obtenu par hydrolyse du saccharose en milieu aqueux, plus au moins acide, et sous l'action combinée de la température [25].

Industriellement le sucre inverti est obtenu par l'action de la chaleur sur une solution de saccharose en présence d'un catalyseur (acide tartrique ou citrique) ou encore par l'action d'une enzyme spécifique : l'invertase.

Grâce à la présence du fructose, le sucre inverti est un inhibiteur efficace de la cristallisation du saccharose et également un rétenteur d'eau [30].

II.2. La chimie sucrière

II.2.1. Paramètres de mesures

II.2.1.1. Le Brix

La détermination des matières sèches des produits sucrés est réalisée par mesure de l'indice de réfraction au moyen d'un réfractomètre. La teneur en matières sèches s'exprime en gramme (g) de matières sèches pour 100 gramme de solution ou en degrés Brix (°Brix) [31].

Lorsqu'on chauffe une solution, l'eau s'évapore et, lorsqu'elle est totalement évaporée, il reste les matières sèches. Une solution est donc composée de matières sèches et d'eau, le Brix est le rapport entre la quantité de matières sèches contenues dans l'eau et la quantité de solution (matière sèche + eau). Le Brix est généralement exprimé en pourcentage [5].

$$\text{Brix (\%)} = \frac{\text{Quantité de matière sèche}}{\text{Quantité de solution}} \times 100$$

II.2.1.2. La polarisation

Une solution de sucre est composée de matières sèches (sucre + non-sucre) et d'eau. Ces matières sèches contiennent des sucres et des non-sucres. D'où :

La teneur en sucre d'une solution (polarisation) est le rapport entre la quantité de sucre contenue dans la solution et la quantité de solution. Elle est généralement exprimée en pourcentage [5].

$$\text{Teneur en sucre (\%)} = \frac{\text{Quantité de sucre}}{\text{Quantité de solution}} \times 100$$

La polarisation est mesurée par un polarimètre thermostaté à 20°C.

II.2.1.3. La pureté

La composition d'un jus de refonte est la suivante :

$$\text{Jus} = \text{Eau} + \text{S} + \text{NS}$$

S : Sucre ; NS : Non-sucre.

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

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

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 sa pureté; ainsi, un jus avant évaporation et le sirop correspondant ont la même pureté [5].

II.2.1.4. La solubilité

Elle s'obtient en divisant la quantité (Q) de sucre dissout par la quantité (Q') d'eau dans laquelle il a été dissout [5].

$$\text{Solubilité} = \text{Q sucre dissout} / \text{Q' d'eau}$$

II.2.1.5. La saturation

Une solution de sucre est dite saturée à une température donnée, lorsqu'elle est en présence de cristaux de sucre, ces derniers ne se dissolvent plus et ne grossissent plus. En dessous de cette concentration en sucre, la solution est dite non-saturée, les cristaux peuvent encore se dissoudre. On peut dépasser la limite de solubilité soit en refroidissant la solution, soit en éliminant l'eau par évaporation. Le sirop dense peut donc être amené à l'état de sursaturation [19].

$$\text{Saturation} = \frac{\text{Quantité de sucre dissoute}}{\text{Quantité d'eau}}$$

II.2.1.6. La Sursaturation

Cette caractéristique correspond à l'obtention d'une solution qui contient plus de sucre qu'une solution saturée ; celle-ci peut-être obtenue par évaporation d'une solution saturée.

A titre d'exemple on peut dissoudre 3,69 kg de sucre (S) dans 1L d'eau (E) à 70°C.

Si on évapore 0,2 kg d'eau le rapport : $S/E = 3,69 / (1 - 0,2) = 4,61$

4,61 est une solution sursaturée.

K : coefficient de sursaturation.

$$K = AB / AC$$

AB et AC : masse de sucre dissout dans un volume d'eau.

$$K = 4,61 / 3,69 = 1,25.$$

K < 1 : Solution sous-saturée.

K = 1 : solution saturée.

K > 1 : solution sursaturation.

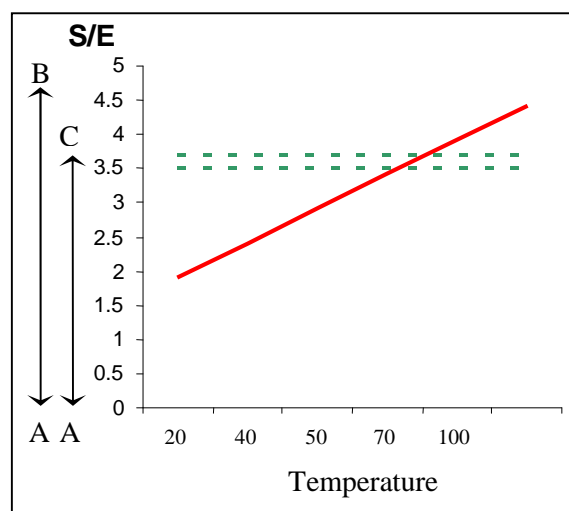


Figure (09) : Evolution du rapport sucre/eau (S/E) en fonction de la température [5].

II.2.1.7. La densité

La densité d'une substance est le rapport entre la masse volumique de cette substance et la masse volumique de l'eau. La masse volumique s'exprime en kg/m^3 .

La densité a été mesurée en 15°C par PLATO dès 1901 et la valeur obtenue ($d = 1587,9 \text{ kg/m}^3$) est toujours valable pour une utilisation pratique [32].

II.2.1.8. Les non-sucre

Les non-sucre sont constitués de cendres et de matière organique, si l'on procède à l'évaporation totale de l'eau, il ne reste que la MS (matière sèche) c'est à dire:

$$\text{MS} = \text{S} + \text{NS} = \text{S} + \text{matière organique} + \text{cendres}$$

Si l'on continue à chauffer le sucre les matières organiques se décompose. A 128°C l'ensemble donne du caramel. A 600°C le sucre et les matières organiques ont complètement disparue, il ne reste que les cendres [5].

Chapitre III

Hydrolyse de saccharose

III.1. Hydrolyse de saccharose (inversion)

L'hydrolyse de saccharose appelée « inversion », provoque la transformation du saccharose en un mélange équimolaire de glucose et de fructose [29].

Le saccharose s'hydrolyse facilement en milieu acide. L'hydrolyse enzymatique est réalisée par deux osidases : l' α -glucosidase et la β -fructosidase ; cette dernière a été appelée « invertine » car le mélange des monoses, du fait du fort caractère lévogyre du fructose, garde cette propriété à (20°C). On appelle d'ailleurs toujours ce mélange « sucre inverti ». L'invertine est largement répandue, on la trouve notamment dans l'intestin humain [33].

III.2. Sucre liquide inverti

Le sucre liquide inverti est un mélange équimolaire de fructose et de glucose obtenu par hydrolyse de saccharose [34], cette molécule est entièrement ou partiellement dissociée. Elle possède un pouvoir sucrant supérieur à celui du saccharose, utilisé dans les industries alimentaires et pharmaceutiques [35, 36].

III.3. Différentes techniques d'hydrolyse

Sur le plan industriel, le sucre inverti est produit, soit par catalyse enzymatique, soit par catalyse acide. La catalyse enzymatique est particulièrement adaptée à la production de sucre inverti à très haut degré d'hydrolyse. La voie acide libre utilisée traditionnellement conduit à des sirops fortement minéralisées (après neutralisation de l'acide) et très colorés (coloration due aux conditions drastiques de la réaction). La voie utilisant des résines échangeuses de cations est par contre un procédé très ménagé par rapport au point de vue évoqué. De surcroît ce procédé peut-être réalisé en continu et automatisé intégralement et il est possible d'obtenir le % d'inversion souhaité en faisant varier la T°C et la vitesse de percolation [33].

III.3.1. 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 la température [37].

III.3.2. Hydrolyse enzymatique

Elle est particulièrement adaptée à la production de sucre inverti à très haut degré d'hydrolyse [38]. A l'échelle industrielle, les enzymes sont les plus utilisées pour la transformation du saccharose [39].

L'action de l'enzyme utilisée, l'invertase, est influencée par le pH et la concentration du substrat. Ce procédé est surtout utilisé pour des produits spécifiques ayant des caractéristiques particulières en matière de goût et de couleur notamment le sirop de canne [28].

III.3.2.1. Techniques d'immobilisation de l'enzyme :

III.3.2.1.1. Définition

L'enzyme est une molécule protéinique de structure très complexe constituée d'acides aminés formant des chaînes reliées par des liaisons peptidiques. Les enzymes jouent le rôle de biocatalyseur et assure le déroulement de toutes les réactions métaboliques. Les enzymes accélèrent 10^3 à 10^6 fois la réaction correspondante qui se déroulerait spontanément. En abaissant l'énergie d'activation de la réaction qu'elle catalyse, une enzyme abaisse le niveau énergétique de l'état de transition et accélère ainsi la réaction. Les enzymes ont une stéréospécificité tellement forte qu'elles effectuent des réactions leur permettant de choisir parmi des différents énantiomères ou de discriminer d'autres groupes pratiquement identiques entre eux [40].

Les enzymes saccharolytiques sont utilisées dans l'industrie alimentaire pour hydrolyser le saccharose [41]. Les invertases catalysent l'hydrolyse irréversible du saccharose en glucose et fructose. Elles sont couramment utilisées pour la production dans l'industrie alimentaire de sucre inverti qui a l'avantage d'être incolore contrairement aux produits obtenus par l'hydrolyse chimique [42,43]. L'hydrolyse du saccharose est complexe car de nombreuses variables conditionnent la productivité : température, pH, agitation...etc [44]. Cette étude bibliographique montre l'étendue relative de l'activité invertasique dans l'univers des enzymes actives sur les sucres.

III.3.2.1.2. Généralités sur les invertases

L'invertase (EC 3.2.1.26, α -fructosidase) est une enzyme ubiquitaire qui hydrolyse le saccharose (sucrose), son substrat principal, diholoside non-réducteur constitué d'une molécule de glucose et d'une molécule de fructose toutes deux liées par une liaison (1 \rightarrow 2). Par cette hydrolyse, l'invertase provoque l'inversion du pouvoir rotatoire entre le substrat (saccharose, dextrogyre) et le produit (mélange glucose et fructose, lévogyre), d'où le nom de sucre inversé pour ce mélange et par extrapolation invertase pour l'enzyme [45].

III.3.2.1.3. Origine de l'invertase

La présence d'invertase a été notée chez de nombreuses espèces, chez les plantes supérieures, mais également chez certaines bactéries, les champignons et chez certains animaux.

La levure (*S. cerevisiae*), champignon unicellulaire, est l'organisme le plus utilisé tant au niveau industriel que scientifique. L'invertase, ou plutôt les invertases levuriennes ont été de ce fait largement étudiées. *S. cerevisiae* possède deux types d'invertase, une forme externe fortement glycosylée possédant une masse moléculaire de 97 kDa localisée dans l'espace périplasmique [46] et, une forme interne non glycosylée (notons que la plupart des autres espèces levuriennes possèdent l'une ou l'autre forme d'invertase). Moine- Ledoux et DUBOURDIEU (1999) isolent d'un vin blanc, élevé sur lies, un fragment de cette invertase pariétale. Cette mannoprotéine serait re-larguée dans le vin pendant le processus d'autolyse. *Botrytis cinerea*, champignon responsable de la pourriture grise, possède également plusieurs invertases. Ainsi, GEISSMANN et al. (1991) extraient trois fractions contenant chacune une activité enzymatique, une fraction soluble, une autre soluble mais dans un gradient de sel et enfin une troisième qui reste insoluble. L'invertase est exprimée de manière constitutive chez *Botrytis cinerea* [47].

III.3.2.1.4. Stratégie mise en œuvre pour accroître la stabilité des invertases (Immobilisation)

Les applications des enzymes libres sont considérablement limitées dans la pratique par le coût élevé des enzymes et leur relative instabilité. Cette faible stabilité des enzymes libres a poussé les chercheurs à développer des stratégies en vue d'assurer une meilleure stabilité des biocatalyseurs enzymatiques. L'immobilisation des enzymes par voie chimique

ou physique (suivant que l'enzyme est liée au support de manière covalente ou non) qui permet une nette stabilisation de l'activité catalytique, une utilisation en continu et/ou de façon répétée sans perte notable de l'efficacité et une plus grande pureté des produits de la réaction, apporte une solution à ces problèmes d'instabilité.

L'utilisation des enzymes à l'état immobilisé présente donc un double intérêt :

- **Intérêt économique** : l'immobilisation conduit à un abaissement des coûts de revient de la production du produit recherché de façon considérable ;
- **Intérêt technologique** : l'immobilisation conduit à un meilleur suivi et contrôle de la réaction catalytique.

Le développement des techniques d'immobilisation a conduit à la mise en œuvre de nombreux procédés industriels. Actuellement, près d'une centaine de systèmes biologiques immobilisés (enzymes ou cellules) sont utilisés comme bioréacteurs industriels.

Classiquement quatre grands principes peuvent être mis en œuvre pour fixer un élément biologique: Adsorption, Inclusion, Couplage covalent, Encapsulation. (**Figure 10**)

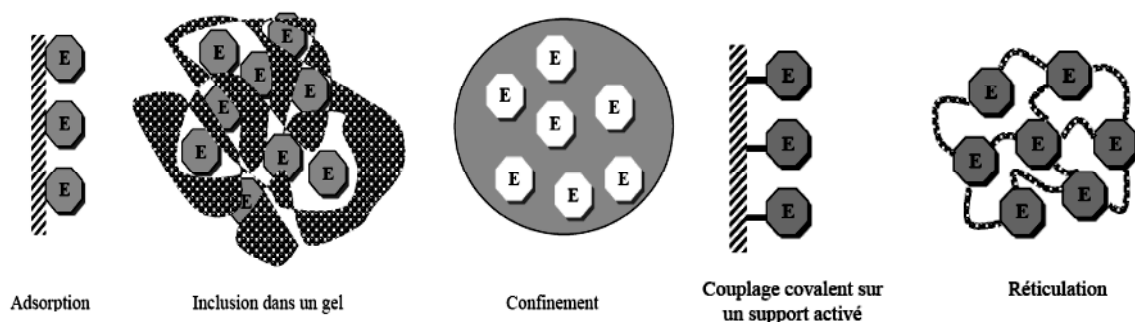


Figure (10) : Exemples de méthodes d'immobilisation d'enzymes [48].

III.3.2.1.4.1. Immobilisation d'invertase par adsorption sur résine amberlite™ échangeuse d'anions

Il est possible d'immobiliser l'invertase (-fructosidase) de *Saccharomyces cerevisiae* par adsorption sur résine échangeuse d'anions. L'adsorption est forte et la désorption très faible même après de nombreuses heures d'utilisation en réacteur tubulaire.

- Immobiliser l'invertase sur billes poreuses à matrice styrène-divinylbenzene macroréticulé et groupement actif échangeur d'anions ;
- Construire un petit réacteur tubulaire à invertase immobilisée ;

- Faire fonctionner le réacteur jusqu'à obtention d'un régime stationnaire qui sera précisément décrit grâce à l'analyse de l'effluent de sortie ;
- Mesure du rendement d'immobilisation ;
- Tracer la courbe [glucose] dans le milieu réactionnel en fonction du temps. Analyser. En déduire l'activité immobilisée et le rendement d'immobilisation [49].

III.3.2.1.4.2. L'immobilisation de l'invertase par liaison covalente

L'immobilisation covalente des invertases peut être réalisée en plusieurs manières, en dépendance du substrat polymérique sur lequel on a l'intention de faire la liaison. Le principe général consiste dans l'utilisation d'un groupement réactif du polymère, ou de créer un tel groupement. Vu que les enzymes immobilisées sur des supports polymériques fonctionnent comme des catalyseurs hétérogènes, la surface a une grande importance. On sait que, grâce au grand rapport entre la longueur et le diamètre, les fibres ont la plus grande surface spécifique de tous les genres de matériaux polymériques. C'est pourquoi on a essayé d'immobiliser les invertases sur des supports fibreux. Pratiquement, toutes les fibres peuvent servir comme support pour l'immobilisation des enzymes : des fibres naturelles, comme par exemple le coton, des fibres artificielles comme le rayon ou les fibres de triacétate de cellulose et les fibres synthétiques : acryliques, de polyester, de polyamide et de polyoléfin. Parmi les fibres synthétiques pour l'immobilisation des enzymes on utilise aussi les fibres d'alcool polyvinylique. Dans deux procédures on fait l'immobilisation par une méthode physique (inclusion). Une troisième procédure fait l'immobilisation par des méthodes chimiques : ionique ou covalente, mais pour cela on réalise, antérieurement, l'inclusion dans l'alcool polyvinylique d'un polymère au groupement réactif : selles quaternaires d'ammonium du chitosan ou chitosan tel quel. On sait que lorsqu'on fait l'insolubilisation des fibres d'alcool polyvinylique avec de l'aldéhyde glutarique une partie des groupements CHO restent libres; d'autre part on sait que les groupements CHO peuvent servir de place pour l'immobilisation covalente des enzymes, par la réaction de ceux-ci avec les groupements NH₂ de l'enzyme [50].

III.3.2.1.4.3. L'immobilisation de l'invertase dans des films de polymère conducteur

L'utilisation des films électropolymérisés appliqués à l'immobilisation de l'invertase s'est énormément développée ces dernières années et a fait l'objet de nombreuses revues [51].

La polymérisation électrochimique est un moyen simple et rapide pour l'immobilisation d'enzymes à la surface d'une électrode. L'électropolymérisation est conduite à partir d'une solution contenant les monomères et l'enzyme et permet le dépôt d'un film enzymatique mince à la surface d'électrode. La solution est de préférence aqueuse et à pH neutre pour préserver le composant biologique incorporé dans le polymère au cours de son immobilisation. L'électropolymérisation peut être contrôlée par le potentiel appliqué à l'électrode, ce qui permet de maîtriser l'épaisseur et la quantité d'enzyme greffée sur la surface active de l'électrode [52].

III.3.2.1.4.4. L'immobilisation de l'invertase dans des capsules de gel d'alginate de calcium

Les invertases de *saccharomyces cereisiae* ont été immobilisées sur des capsules d'alginate. Le résultat d'immobilisation est de 87% d'activité relative pendant 36 jours sans diminution d'activité. Les conditions optimales pour l'activité n'ont pas été affectées par immobilisation et le pH et la température pour l'enzyme libre et immobilisée étaient 4,3 et 60°C, respectivement. L'invertase immobilisée était cependant, plus stable à des pH et températures élevés. Les paramètres cinétiques pour l'invertase libre et immobilisée étaient également déterminés. Puisque le processus est simple et l'invertase ne coule pas hors des capsules, cette méthode peut être employée pour l'industrielle production de sucre inverti [53].

III.3.3. Inversion par les résines échangeuses d'ions

Les résines ont alors un rôle catalytique en fournissant des ions hydrogènes, catalyseurs de l'hydrolyse du saccharose. On utilise des résines fortement acides ayant un taux de pontage (pourcentage de divinylbenzène) plus faible que les résines conventionnelles, de façon à favoriser la pénétration du soluté à l'intérieur des billes de résine.

Le pourcentage d'inversion correct est obtenu en faisant varier la température ou la vitesse de percolation. L'inversion décroît avec le degré d'épuisement de la résine. A partir d'un certain niveau d'épuisement, la résine doit être régénérée par un acide fort (solution d'acide chlorhydrique ou sulfurique dilué) [37].

III.4. Produits de dégradation de sucre inverti

En sucrerie, la présence des colorants n'est pas très souhaitable. En effet, la production d'un sucre de bonne qualité nécessite l'élimination des colorants susceptibles de se former au cours du process sucrier. Les principaux colorants rencontrés en sucrerie sont:

- Les PDAH (produits de la dégradation alcaline des hexoses).
- Les caramels
- Les mélanoïdines [14].

III.4.1. Produit de dégradation alcaline des hexoses (PDAH)

Les PDAH sont des colorants résultant de la dégradation des monosaccharides (hexoses, pentoses, tétroses ou trioses) en milieu alcalin. Leur nom tient du fait qu'en sucrerie, les monosaccharides prédominants sont les hexoses (le glucose et le fructose). Cette dégradation entraîne la formation d'acides lactique, humique, etc...., puis une coloration jaune-brunâtre. Cette réaction s'effectue en sucrerie à pH compris entre 9 et 11, et est peut être plus rapide en présence d'ion Calcium qu'en présence d'ion Sodium. Les PDAH présentent des poids moléculaires variables de 5,5 - 7 et 31,4 kg/mol [14].

III.4.2. Les Caramels

La formation des caramels en sucrerie est due à la déshydratation complexe du saccharose sous haute température. Le saccharose s'hydrolyse en sucre inverti (glucose et fructose). Ces sucres inverti subissent sous l'action de la chaleur, une série de réactions de déshydratation et de cyclisation, pour former des composés précurseurs de caramels, tels que : le 5-hydroxyméthylfurfural (HMF), l'hydroxyacétyl-furane (HAF) et l'hydroxydiméthyl-furanone (HDF). Cette réaction ne peut avoir lieu qu'à des températures très élevées (185°C environ). En sucrerie, les caramels ne sont responsables que de 1% des colorants. Par ailleurs, les réactions de caramélisation sont souvent plus lentes que celles dues aux formations des mélanoïdines et des PDAH [14].

III.4.3. Les Mélanoidines

Ce sont des pigments polymères bruns et insolubles, de poids moléculaire élevé jusqu'à 50000 D. Ces colorants sont des produits de la réaction de Maillard, initiée par la réaction d'un sucre réducteur avec un acide aminé : action combinée entre un groupement carbonyle (C=O) provenant du sucre et un groupement amine (NH₂) d'acide aminé [54].

Ils se forment à des températures ambiantes, mais sont favorisés à une température élevée (environ 85°C), un Brix élevé et une basse pureté [55]. La réaction de Maillard est la responsable principale de la production des odeurs, des arômes et des pigments caractéristiques [56].

III.5. Propriétés du sucre liquide inverti

III.5.1 Viscosité

Cette propriété dépend du poids moléculaire, par conséquent le sucre inverti (PM=180 g/mole) est nettement plus fluide que le sucre liquide saccharose (PM=342 g/mole) [38].

A titre d'exemple le tableau (II) suivant présente les différentes valeurs de viscosité à 20°C :

Tableau (II) : Viscosité du sucre liquide et du sucre inverti à 20°C [38].

Concentration (% matière sèche)	73	77
Sucre liquide	1200 CPS	3200 CPS
Sucre Inverti (66% d'inversion)	600 CPS	1900 CPS
Sucre Inverti (inversion totale)	400 CPS	1100 CPS

III.5.2. Affinité pour l'eau – activité de l'eau (Aw)

L'activité de l'eau d'un produit dépend particulièrement de l'eau liée, laquelle est fonction de la concentration des différents ingrédients en solution, ainsi que de leur poids moléculaire [57].

Le sucre inverti abaisse plus fortement l'Aw, autrement dit, il augmente le pouvoir rétenteur d'eau. A titre d'exemple sont portées ci-dessous quelques teneurs de l'Aw :

Tableau (III) : Teneur de l'Aw du sucre liquide et du sucre inverti [38].

Concentration (%)	67	73	77
Sucre liquide	0,85	-	-
Sucre Inverti (66% d'inversion)	0,82	0,76	0,70
Sucre Inverti (95% d'inversion)	0,80	0,74	0,68

Le pouvoir abaisseur d'Aw du sucre inverti est largement utilisé à fin de résoudre deux types de problèmes :

Stabilité microbiologique :

L'activité de l'eau conditionne l'aptitude des micro-organismes à se développer ; en conséquence le sucre inverti. En abaissant l'Aw, les risques de prolifération microbienne se réduisent [38].

Amélioration de la conservation et du moelleux des produits :

L'Aw régit les échanges d'eau entre les produits et l'atmosphère ambiante. Les produits à Aw proches de 1 ont tendance à perdre de l'eau, d'où le changement de texture et recristallisation. En retenant l'eau au sein des produits, le sucre inverti améliore la durée de vie de nombreux produits [38].

Il augmente le moelleux des pâtisseries et des biscuits qui, en sa présence, ont moins tendance à se dessécher. A l'inverse, à quantité d'eau équivalente, une glace comprenant du sucre inverti est moins dure, car il ya moins d'eau libre susceptible de cristalliser [6].

III.5.3. Pouvoir sucrant

La saveur sucrée, de nature purement sensorielle, ne peut être estimée que par dégustation [57]. L'inversion a pour intérêt de faire apparaître le fructose lequel est le sucre de la nature présentant le pouvoir sucrant élevé [38].

Les valeurs de pouvoir sucrant classiquement admises sont illustrées dans le tableau (IV).

Tableau (IV) : Pouvoir sucrant de quelques sucres [38].

Fructose	130
Saccharose	100
Sucre Inverti (à 66% d'inversion)	103
Sucre Inverti (> 95% d'inversion)	105

III.5.4. Abaissement de la température de congélation

En application direct de la loi de Raoult, l'abaissement de point de congélation est d'autant plus marqué que le poids de constitution en solution diminue [57].

$$T = \frac{KC}{M}$$

C : Concentration molaire

M : Masse molaire

T : Point de congélation

Le sucre inverti abaisse donc plus sensiblement la température de congélation [38].

A titre d'exemple, les abaissements cryoscopiques pour des concentrations de 20% en poids, sont :

- sucre : -1,6°C ;
- sucre Inverti (supérieure à 95% d'inversion) : -2°C.

III.6. Utilisation de sucre liquide inverti

Le sucre liquide inverti est largement utilisé dans plusieurs activités en raison de ses propriétés humectantes (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 physique particulières dans :

Les crèmes glacées, les sorbets : dans les crèmes glacées, il est utilisé pour son pouvoir sucrant élevé. Pour les sorbets, le sucre inverti, 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 [38].

Chapitre IV

Résine échangeuses d'ions

IV.1. Résine échangeuse d'ions

L'échangeur d'ion est un procédé dans lequel, les ions d'un certain signe contenus dans une solution sont retirés de cette solution par fixation sur un matériau solide (l'échangeur d'ion), pour être remplacés par d'autres ions de même signe libérés par le solide. L'échangeur d'ion est stœchiométrique : un ion sortant de l'échangeur doit être remplacé par ion équivalent de la solution afin de préserver l'électroneutralité dans l'échangeur et dans la solution [58]. Elles sont très utilisées pour décolorer des refontes de sucre roux après affinage et carbonatation [59, 60], ainsi que pour la fabrication du sucre liquide inverti [37].

IV.1.1. Définition

Les échangeurs d'ions sont des solides insolubles qui ont la propriété de pouvoir échanger leurs ions avec ceux d'une solution, Ce sont en général des résines synthétiques constituées par un réseau macromoléculaire (le plus souvent du polystyrène) sur lequel sont greffés des radicaux ionisables ou ionisée [61].

IV.1.2. Principaux types des résines

La classification des résines échangeuses d'ions est basée sur le signe des ions échangeables et la nature des groupements fonctionnels, Il existe deux grands groupes d'échangeurs d'ions : les échangeurs de cation et les échangeurs d'anions.

IV.1.2.1. Echangeurs de cations

Caractérisés par la présence dans la molécule des radicaux à fonction acide, sulfonique (HSO_3) ou carboxylique (HCO_2) susceptible de fixer des cations minéraux ou organique et de les échanger soit entre eux, soit avec l'ion d'hydrogène (H^+), les échangeurs de cations synthétiques peuvent se classer en deux groupes :

- **Echangeurs fortement acides :** caractérisées par la présence sulfoniques (HSO_3), ayant des acidités voisines de celles de l'acide sulfurique (H_2SO_4).
- **Echangeur faiblement acide :** caractérisée par la présence des radicaux carboxyliques (HCO_2) et peuvent s'apparenter aux acides

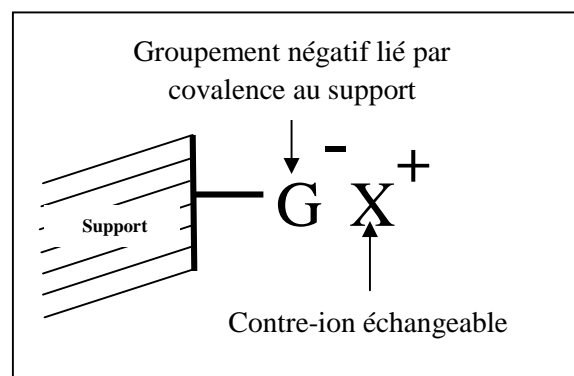


Figure (11) : Schéma d'une résine cationique

organiques tel que l'acide formique ou acétique. Les échangeurs carboxyliques sont de formule générale $\text{HCO}_2\text{-R}$.

IV.1.2.2. Echangeurs d'anions

Caractérisés par la présence dans la molécule des radicaux à fonction basique telles les fonctions amine ou ammonium quaternaire, susceptibles de fixer des anions minéraux ou organiques et de les échanger soit entre eux, soit avec l'ion hydronium (OH^-). Selon le degré de basicité il existe deux groupes d'échangeurs d'anions :

- **Echangeurs d'anions fortement basiques :**

dite anion fort, il fixe tous les anions.

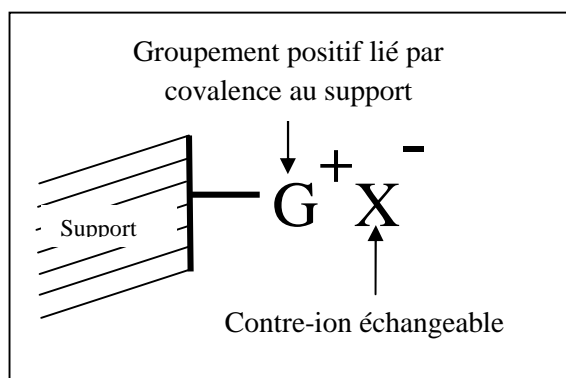


Figure (12) : Schéma d'une résine anionique

- **Echangeur d'anions faiblement basiques :**

ils fixent de préférence tous les anions dits forts. Ces échanges sont sensibles aux pollutions organiques, que les échanges d'anion fortement basiques.

IV.1.3. Propriétés des échanges d'ions

IV.1.3.1. Capacité d'échange

Les résines échangeuses d'ions sont caractérisées d'une façon quantitative par la capacité d'échange. Il s'agit du nombre de sites actifs où les ions vont pouvoir s'échanger. On peut exprimer cette capacité sous forme d'une concentration, nombre d'équivalent ionique par unité de quantité de résine, chaque groupement comptant pour un nombre d'équivalent égal à la charge qu'il porte à l'état ionisé. Les valeurs de capacité d'échange peuvent être données en (éq/l) où (éq/g). dans la pratique on se rapporte souvent à un volume de lit de résine échangeuses d'ions (éq/l_{lit}) [58].

IV.1.3.2 Porosité

Le support est un polymère plus ou moins réticulé, la porosité dépend du taux de pontage, un polymère très réticulé a des pores de petite taille et il convient pour des petites molécules.

IV.1.3.3. Granulométrie

Le support est commercialisé sous forme de grains. Les échanges sont d'autant plus rapides et efficaces que les grains sont petits [62].

IV.1.3.4. Affinité

Quand on met la résine en contact avec un liquide contenant divers ions en solution, elle a la propriété d'échanger valence par valence des ions qu'elles contiennent avec des ions de même signe présents dans la solution [63]. Lorsqu'on veut accroître la différence d'affinité entre plusieurs ions, il est nécessaire d'augmenter la réticulation de la résine [64].

IV.2. Application des résines dans des industries sucrières

IV.2.1. Déminéralisation

Deux types de résines utilisés pour la déminéralisation du sirop, différents par leurs squelettes ; copolymère de styrène et de divinylbenzène ou d'acide acrylique et de divinylbenzène.

Ce sont des copolymères de longues chaînes carbonées, présentent un comportement très hydrophobe en ce qui concerne les résines acryliques [59].

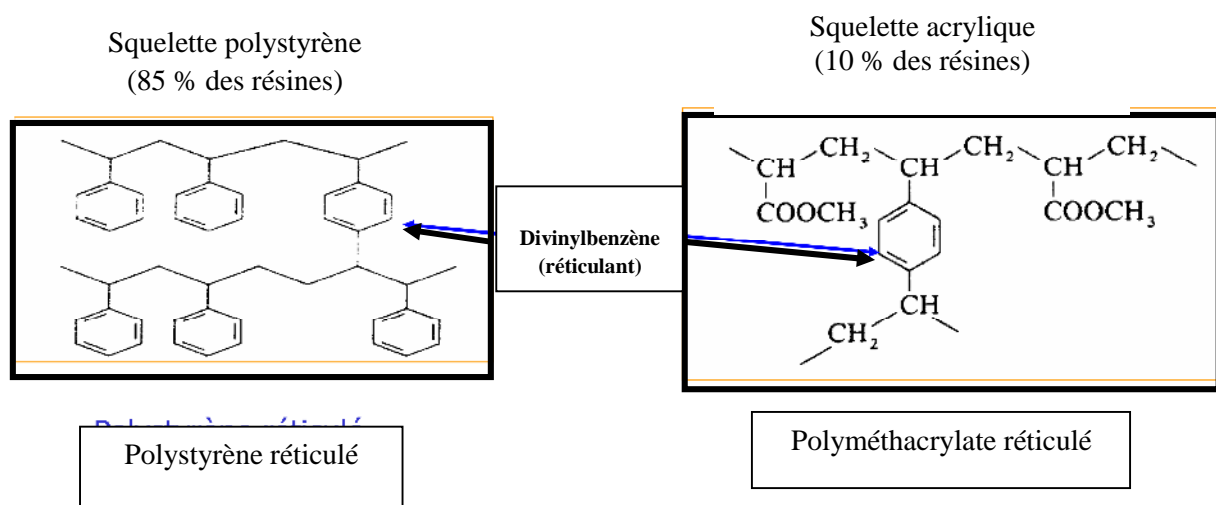


Figure (13) : squelettes polystyrène et acrylique utilisés pour la déminéralisation [65].

Au niveau du complexe Cevital, le procédé de déminéralisation du sirop se fait par une résine anionique fortement basique et résine cationique faiblement acide qui se trouve dans une même colonne (lit mélangé).

Le procédé de la déminéralisation à lit mélange s'est développé depuis 1950, celui-ci diffère essentiellement de la solution à lit sépare, de fait que les deux résines anioniques et cationiques sont places dans un seul appareil.

Avant la mise en route de l'appareil, les deux résine anioniques et cationiques, sont intimement mélangés par brassage à l'air comprimé, les fines particules de résine sont ainsi disposées cote à cote, l'ensemble se comporte donc comme une infinité d'échangeurs de cations et d'anions en série. Cette disposition permet d'obtenir un produit de grande pureté [63].

Régénération de résine après saturation

Les deux résines (cationique et anionique) sont dans la même colonne et sont séparée par la différence de densité en soulèvement, suivie d'une séparation avec une solution de saumure à 150 g/l de NaCl tel que ($d\text{-anion} < d\text{-saumure} < d\text{-cation}$).

La régénération de la résine cationique située au dessous de la résine anionique se fait avec une solution HCl à 5% à contre courant introduite par le réseau inférieur. Toutefois la régénération de la résine anionique (OH^-) située au dessus de la cationique se fait avec une solution NaOH 4% à Co-courant et introduite par le réseau intermédiaire supérieure [65].

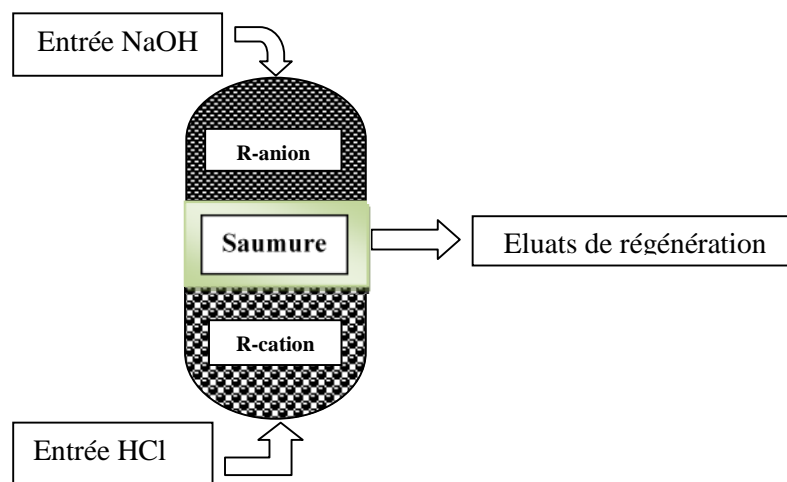


Figure (14) : Schéma de régénération d'une colonne de déminéralisation au sein du complexe Cevital [65].

IV.2.2. Décoloration

Deux types de résines utilisées pour la décoloration du sirop, différentes par leurs squelettes, copolymères de styrène et de divinylbenzène, ou d'acide acrylique et de divinylbenzène, ces deux copolymères sont présentés dans la figure (15).

Sur ces squelettes sont greffées des fonctions amines quaternaires, ces fonction constituent un pôle hydrophile et confèrent à la résine son caractère de résine anionique fort, c'est-à-dire sa capacité à fixer les ions négatifs (Cl^- , OH^- , SO_4^{2-}) présents dans la solution dans laquelle ils sont immergés [59].

La structure macroporeuse à large pore, liée à la forte basicité des groupements fonctionnels, permet l'élimination des molécules organiques même à haut poids moléculaire [59, 60].

Au niveau du complexe Cevital, la résine utilisée est un copolymère anionique fortement basique à structure polystyrénique macroporeuse [66].

Régénération de la résine après saturation

La régénération des résines est réalisée par une saumure basique : solution de sel (NaCl) à 100 g/l additionnée de 5 à 10 g/l de soude (NaOH).

En mettant la résine en contact avec une solution ayant une forte concentration en Cl^- on favorise la fixation du Cl^- et la libération des colorants [59, 65].

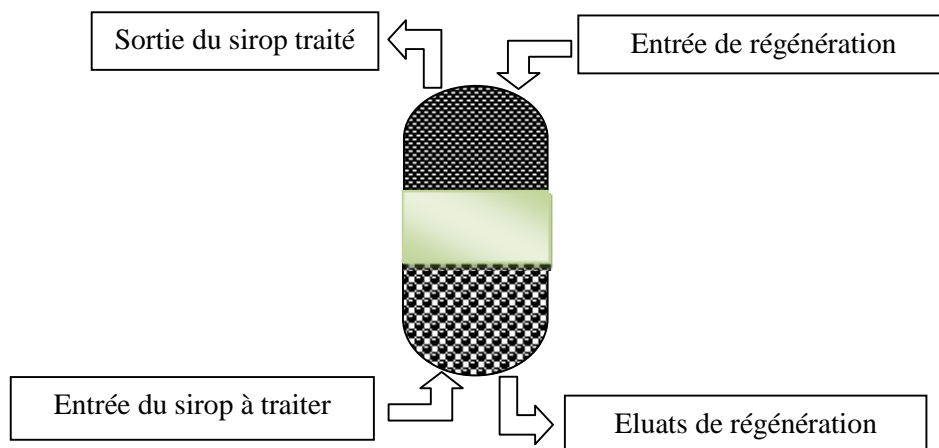


Figure (15) : Schéma de régénération à contre courant d'une colonne de décoloration au sein du complexe Cevital [65].

IV.2.3. Hydrolyse de saccharose

Au niveau du complexe Cevital, l'hydrolyse de saccharose se fait par une résine cationique fortement acide, c'est un copolymère styrène divinylbenzène. Sur ce « squelette » sont greffés des groupements fonctionnels qui sont des radicaux sulfoniques (SO_3H). Ces groupements présentent une forte acidité ce qui catalyse la transformation du saccharose en glucose et fructose.

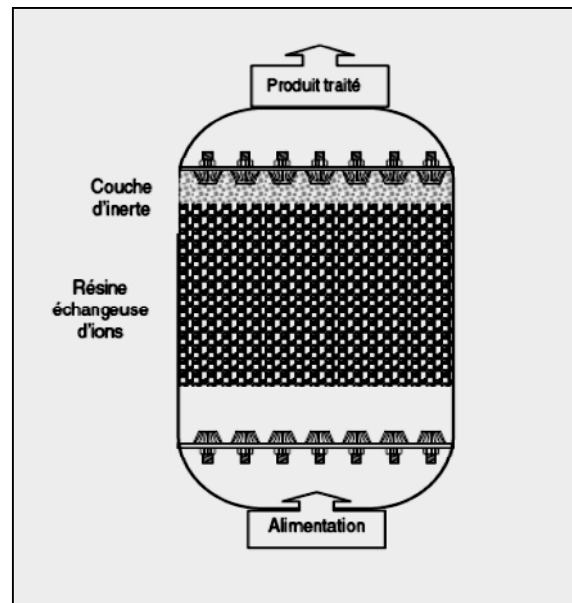


Figure (16) : schéma de la colonne d'hydrolyse au sein du complexe Cevital [65].

Régénération de résine après saturation

La régénération de la résine de la colonne d'hydrolyse se fait par injection d'une solution d'HCl à 5% à contre-courant [65].

PARTIE II
PARTIE PRATIQUE

I . Process de fabrication

I. Groupe Cevital

I.1. Présentation de l'unité

Créé en 1998, le complexe industriel "CEVITAL" est la première entreprise privée dans l'industrie d'huile et de sucre sur le territoire algérien. Elle est considérée comme l'un des plus grands complexes agroalimentaires en Algérie. Elle comprend trois grandes unités de production, qui sont :

- La raffinerie d'huile, avec une capacité de production de 1800 t / jour ;
- La margarinerie et graisses végétales, avec une production de 600 t /jour ;
- La raffinerie du sucre, avec une capacité de production de 1600 t /jour.
- Une unité de sucre liquide achevée en 2008, l'unité de sucre liquide s'intéresse exclusivement à une clientèle d'industrielle dans le domaine agroalimentaire tel que les boissons, les biscuitiers, les crémeries et les yaourts...

Le complexe Cevital est doté de cinq laboratoires d'analyses :

Deux laboratoires pour les huiles.

Un laboratoire pour la margarine.

Un laboratoire pour le sucre cristallisé.

Un laboratoire pour le sucre liquide.

Le complexe CEVITAL est implanté dans l'enceinte portuaire de Bejaia et s'étend sur une superficie de 75000 m² sur un terrain appartenant à la commune de Bejaia, l'entreprise se trouve à 3km au nord de centre ville, à l'est se trouve le nouveau quai du port, à l'ouest la Sonatrach, au sud la jetée (bougie plage). Grâce à cet emplacement stratégique, le complexe occupe une place importante dans l'économie locale et nationale.

Le complexe travaille avec un effectif de 4000 employés. Il est considéré comme l'un des meilleurs contribuables du secteur privé à l'échelle nationale.

En terme d'activités en cours de réalisation, le complexe se lancera dans une mise à jour du procédé de raffinage du sucre afin d'augmenter la production et d'atteindre 2000 t / jour et une nouvelle installation avec un tonnage journalier de 3000 t.

En outre, le complexe prévoit le lancement d'une unité de production d'aliments de bétail et d'une savonnerie.

II. Technologie de fabrication

L'unité de sucre liquide utilise comme matière première le sirop prédécoloré qui provient de l'unité de raffinage de sucre roux de Cevital après avoir raffiné ce dernier, lequel subit les transformations suivantes : **la refonte, le chaulage, la carbonatation et la décoloration**, puis le sirop prédécoloré obtenue subit d'autres transformation afin d'obtenir du sucre cristalliser ou le sucre liquide (saccharose ou inverti) de haute qualité conforme aux norme en vigueur.

Mon étude s'appuie sur le processus de fabrication de sucre liquide inverti.

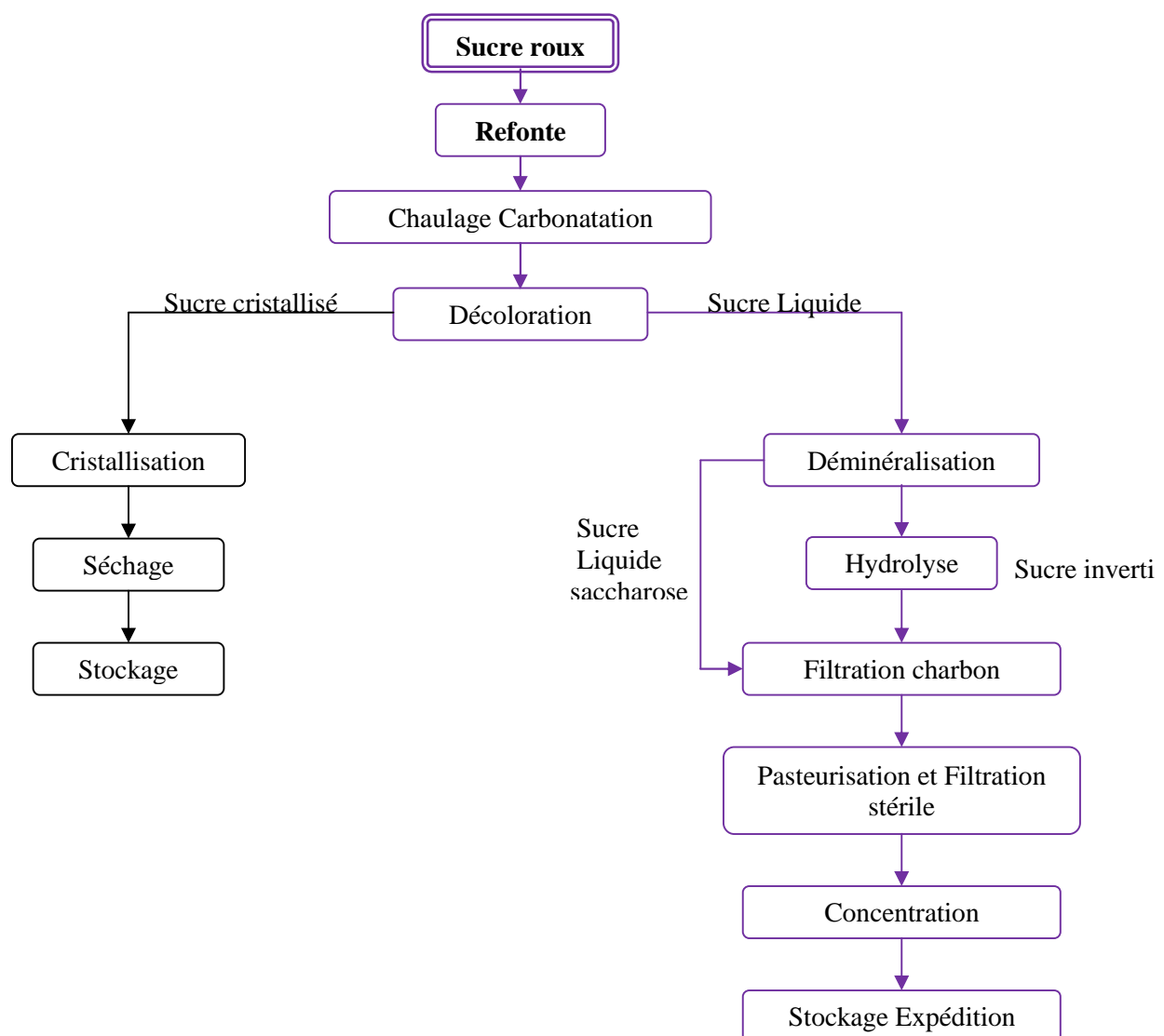


Figure (17) : diagramme générale fabrication du sucre dans le complexe Cevital [67].

II.1. Les différentes sections de fabrication de sucre liquide inversé

II.1.1. Déminéralisation (décoloration unité, SL 100)

La fonction de cette unité est de déminéraliser le sirop super décoloré (sortie de la colonne de décoloration la moins saturée en résine parmi les autres en production). Cette unité comprend trois colonnes échangeuses d'ions à lit mélangé (2 résines: "cation faible" + "anion fort") només: V130, V135 et V140 (**Voir le schéma en annexe II**).

Chaque colonne est identique et possède son séquentiel. Les paramètres sont communs aux 3 colonnes. 2 colonnes produisent du sirop déminéralisé, ceci en parallèle décalé et à lit mélangé, alors que la 3^{ème} effectue ses opérations de régénération/attente.

En régénération, les résines saturées par la production doivent être séparées : résine anionique en haut et résine cationique en bas. Après une opération de soulèvement, la séparation des résines est aidée par une solution de saumure à 150g/l (densité inférieure à la résine cationique et supérieure à la résine anionique). La régénération des résines est simultanée : Injection d'HCl 5% à courant montant et injection de NaOH 4% à courant descendant, sortie commune par le réseau intermédiaire de la colonne en destination des EFAN. Quand la colonne d'hydrolyse (résine cationique forte) de l'unité 200 effectue sa régénération, le HCl 5% (non entièrement consommé) est envoyé directement au "cation" de la colonne en régénération.

Si l'usine produit de l'inverti, le sirop déminéralisé est envoyé vers l'unité 200 (HYDROLYSE), sinon vers l'unité 300 (CHARBON-FILTRATION) pour la production de sucre liquide.

Un système d'échangeur de chaleur en sortie des colonnes en production permet d'économiser des coûts en énergie.

- Débit estimé en production pour une colonne : 15,5 m³/h.
- Température en production: 40°C.
- Durée d'un cycle de séquentiel colonne (résines) : 24h.
- Indice de bonne production: Conductivité en sortie la plus faible possible (voisine de 0 µS/cm).

II.1.2. Hydrolyse (unité, SL200)

La fonction de cette unité est de produire de l'inverti à partir de sirop déminéralisé (sortie des colonnes de l'unité 100), entièrement by-passée vers l'unité 300 (charbon/filtration) dans le cas d'une production de sucre liquide, elle comprend 1 colonne échangeuse d'ions de repère V220. Celle-ci contient de la résine cationique forte capable de couper le chaînage moléculaire glucose fructose que constitue le sucre (saccharose). Le taux d'hydrolyse est réglé par le rapport entre le débit de production colonne et le débit de by-pass colonne, en effet l'inverti désiré est le mélange entre l'inverti en sortie colonne et le sucre liquide (by-pass).

En production, la colonne fonctionne à courant montant. L'inverti produit est envoyé vers l'unité 300 (CHARBON-FILTRATION) via le système d'échangeurs de chaleur prévu dans l'unité 100. Pour maintenir le taux d'inverti, le by-pass fonctionne pendant les premiers désucrages (même destination qu'en production)

La régénération de la résine cationique saturée par la production est effectuée comme suit:

Injection de HCl 5% vers la colonne d'hydrolyse, fonctionnement à courant descendant, sortie en direct vers le cation de la colonne de déminéralisation (unité 100) qui doit être régénérée. Le fonctionnement en régénération de la colonne d'hydrolyse est lié à la colonne en régénération dans l'unité 100.

- Débit total (colonne + by-pass) estimé en production : 31,0 m³/h.
- Débit d'hydrolyse estimé en production (colonne) : 24,0 m³/h.
- Température en production : 40° C.

II.1.3. Charbon- filtration (unité, SL300)

La fonction de cette unité est de désodoriser, puis filtrer le produit venant soit de l'unité de déminéralisation (unité 100) dans le cas de la production de sucre liquide, soit de l'unité d'hydrolyse (unité 200) dans le cas de la production d'inverti (**Voir le schéma en annexe II**).

Cette unité comprend deux grandes parties:

Le traitement du produit par charbon

Stockée dans un bac tampon (T300), le produit est envoyé dans un bac d'agitation (T310), ceci après mélange de terre/charbon. Ce mélange s'effectue par un dosage en ligne.

Le dosage de la terre/charbon est assuré par la vitesse des visseuse asservie au débit d'alimentation. Grâce à des agitateurs, ce "bac de contact" à 3 compartiments séparés par des parois assure un temps nécessaire de contact (20 minutes de passage environ) du mélange produit-terre/charbon.

L'élimination du charbon

Après passage dans le bac de contact, le charbon est retenu par 3 filtres: F330A, F330B et F330C. Ces filtres identiques fonctionnent avec une précouche de terre fixée sur des cadres.

Le produit filtré est envoyé vers l'unité de pasteurisation-stérilisation (unité 400) au travers de filtres de sécurité (F340A/B et F350A/B). Chaque filtre à cadre fonctionne en séquentiel identique. 2 filtres fonctionnent en production alors que le 3ème se trouve en débatissage et monté en précouche à l'eau chaude. La précouche est assurée par un bac (T360) et une pompe (P365). L'opérateur devra verser de la terre filtrante à chaque cycle d'un filtre à cadre.

- Débit estimé par filtre: $15,50 \text{ m}^3/\text{h}$, soit un débit total de $31 \text{ m}^3/\text{h}$.
- Température en production: 60°C .

II.1.4. Pasteurisation-filtration stérile (unité, SL400)

La fonction de cette unité est de stériliser le produit venant de l'unité de charbon -filtration avant d'être concentré puis stocké. Cette unité comprend 2 grandes parties (**voir le schéma en annexe II**) :

La pasteurisation

Elle s'effectue quand au moins un filtre fonctionne. La stérilisation du produit venant du bac T400 est assurée par 2 échangeurs de chaleur et d'un serpentin. Ce dernier assure un passage à 105°C sous pression avec une longueur de 40 m en 20 secondes. Le fonctionnement est à $34 \text{ m}^3/\text{h}$ si 2 filtres fonctionnent ou à $17 \text{ m}^3/\text{h}$ lorsqu'un seul filtre fonctionne.

La filtration stérile

Elle est assurée grâce à des filtres à plaque identiques. Chaque filtre reçoit du produit venant directement de la pasteurisation. La fin de filtration est provoquée normalement par le seuil de pré-alarme de la pression d'entrée du filtre.

Le changement des plaques après utilisation est manuel, et par la suite des opérations de stérilisation et mouillage des plaques s'effectuent en local avec l'aide de l'automatisme (des boutons poussoirs lumineux guident ces opérations).

- Débit de production pour un filtre : $17\text{m}^3/\text{h}$.
- Température de stérilisation : 105°C .

Si le débit total passant au travers de l'unité 400 est de $34\text{m}^3/\text{h}$ avec 2 filtres en production, alors que le débit moyen de l'usine est de $31\text{m}^3/\text{h}$, c'est pour recouvrir la perte en débit (volume) durant le débaissage d'un filtre. Ainsi, le niveau moyen du bac T400 pour 24 h sera maintenu.

II.1.5. Concentration (unité, SL500)

La fonction de cette unité est de concentrer le produit venant de l'unité de pasteurisation filtration stérile avant d'être stocké (**Voir le schéma en annexe II**).

Cette unité d'évaporation est à 2 effets à plaques, une pompe à vide et un condenseur tubulaire permettent la mise sous vide. La régulation de vide est connectée directement en haut du 2^{ème} séparateur et le débit de vapeur saturée est régulé en pression. La consigne est asservie à la densité du produit extrait du 2^{ème} effet. Le fonctionnement de cette unité est le "poussage" à débit d'entrée constant. Le produit à concentrer est ajusté en pH dans le bac d'alimentation (T500). Un pré réchauffeur avant le 1er effet assure une économie d'énergie en utilisant les condensats chauds à la sortie du premier effet. Si cette unité est à fonctionnement continu, le régime transitoire (démarrages/arrêt des équipements) est séquentiel.

Avant l'envoi vers le stockage, le fonctionnement est en recyclage pour obtenir la bonne concentration (Brix) du produit. Le produit à Brix obtenu est envoyé vers un système de refroidissement pour le stockage.

- Débit d'entrée: 31 m³/h Vide: 145 mbar absolu Vapeur: 900 mbar
- Brix à obtenir en sucre liquide: 67 Brix. • Température du sucre liquide en sortie: 25°C.
- Brix à obtenir en inverti: 73 Brix. • Température de l'inverti en sortie: 35°C.

II.1.6. Stockage et chargement camion (unité, SL600)

La fonction de cette unité est le stockage et chargement du produit final concentré. Cette unité comprend 5 bacs de stockage de 300 m³ chacun, de 3 quais stérilisation et chargement camion, et d'une zone de prélavage camion avec possibilité de stérilisation (**Voir le schéma en annexe II**).

Bacs de stockage (T601, T602, T603, T604, T605)

Un seul remplissage à la fois est possible.

Le bac à remplir devra être à une température inférieure à 40°C (inverti à 35°C et sucre liquide à 25°C).

Une sélection du bac à remplir est prévue, une fois le bac est vide, il est possible d'effectuer une opération de nettoyage (CIP) à l'eau chaude, suivie d'une stérilisation avec de la vapeur 1,5 bar.

Quais de stérilisation et chargement camion

Avant chargement, tout camion devra être stérilisé avec de la vapeur 1,5 bar.

Le chargement d'un camion s'effectue en sélectionnant un bac, à condition que ce dernier soit mémorisé "bon pour chargement camion". 2 quais au maximum peuvent utiliser le même bac. Une pompe par quai assure le transfert du bac sélectionné vers le camion (par flexible). La fin du chargement est donnée par un volume. Il est nécessaire d'effectuer un nettoyage de la ligne de chargement de camion, suivi d'une stérilisation.

II.1.6.3. Zone de prélavage

Deux postes sont mis à disposition pour les camions doivent être nettoyés, ceci avant la stérilisation et le chargement (Prélavage à l'eau chaude et Stérilisation).

En zone de prélavage, le prélavage à l'eau chaude et la stérilisation ne peuvent pas s'effectuer à la fois.

- En cas d'essais à l'eau, de nettoyage ou stérilisation à la vapeur de l'unité de concentration, une mise à l'égout et purgeur sont prévues.

II.1.7. Description procédé SL1000

Cette unité a pour fonction d'assurer la régénération des colonnes de déminéralisation (unité 100) et d'hydrolyse (unité 200), ainsi que la préparation en saumure 150g/l pour la séparation des résines d'une colonne de l'unité 100 après soulèvement. Aussi, cette unité assure le dosage pour ajustement en pH du bac T500. Cette unité comprend 6 stations distinctes (**Voir le schéma en annexe II**) :

Station d'eau récupérée (ER)

Elle est constituée d'un bac et d'une pompe. Ce bac reçoit de l'eau récupérée venant d'une colonne en rinçage rapide après régénération. En cas de nécessité, un appoint en eau osmosée est prévu.

- Fonction : Assurer la dilution de chaque réactif et alimenter les colonnes en déplacement réactif.

Station d'HCl (Chlorure d'hydrogène)

Elle est constituée d'un bac d'HCl concentré (33%), d'une pompe centrifuge et d'un pot de mélange pour une dilution de HCl par de l'eau récupérée.

- Fonction : Alimenter en HCl 5% la résine cationique à régénérer. Unités concernées : 100 et 200.

Station de NaOH (Hydroxyde de sodium)

Elle est constituée d'un bac de NaOH concentré (45%), d'une pompe centrifuge et d'un pot de mélange pour une dilution de NaOH par de l'eau récupérée.

- Fonction : Alimenter en NaOH 4% la résine anionique à régénérer. Unité concernée : 100.

Station de NaCl (Chlorure de sodium)

Elle est constituée d'une fosse à saumure fraîche et décanté à 300g/l, d'une pompe centrifuge et d'un pot de mélange pour une dilution de NaCl par de l'eau récupérée.

- Fonction : Alimenter le bac T160 en NaCl 150 g/l, ceci pour la séparation des résines. Unité concernée : 100.

Station NaOH (1%)

Utilisant la station d'eau récupérée (ER) et de NaOH, elle alimente le ballon T501 (NaOH 1%).

Station HCl (1%)

Utilisant la station d'eau récupérée (ER) et de HCl, elle alimente le ballon T502 (HCl 1%).

II. Matériels et Méthodes

II.1. Echantillonnage

Les prélèvements des échantillons s'effectuent une fois toutes les deux heures, et à chaque étape de production afin de contrôler le produit.

Le prélèvement est exécuté par l'ouverture des vannes, le rinçage des flacons de prélèvement est effectué avec le sirop afin d'éviter toutes source d'erreurs. Les échantillons sont ensuite transportés au laboratoire pour les analyses physico-chimiques. Les paramètres étudiés dans chaque étape sont indiqués dans le tableau (V).

Tableau (V) : Paramètres étudiés dans chaque étape de fabrication de sucre inverti.

Section	Echantillon prélevé	Paramètres étudiés
Déminéralisation	Sirop prédécoloré	<ul style="list-style-type: none"> - Brix - Pureté - Couleur - pH - polarisation
	Sirop déminéralisé	<ul style="list-style-type: none"> - Brix - Pureté - Couleur - pH - polarisation - conductivité
Hydrolyse	Sirop hydrolysé sortie colonne	<ul style="list-style-type: none"> - taux d'inversion - taux de saccharose
	Sirop hydrolysé	<ul style="list-style-type: none"> - Brix - Couleur - pH - taux d'inversion - taux de saccharose
Filtration	Sirop filtré	<ul style="list-style-type: none"> - Brix - Couleur - taux d'inversion - taux de saccharose - Trouble - pH
Pasteurisation	Sirop pasteurisé	<ul style="list-style-type: none"> - Brix - Couleur
Concentration	Sirop concentré	<ul style="list-style-type: none"> - Pureté - pH - taux d'inversion - taux de saccharose - Couleur - Cendres conductimétriques
Produit fini	Sucre inverti	<ul style="list-style-type: none"> - pH - taux d'inversion - taux de saccharose - Couleur - Cendres conductimétriques - Trouble - Densité - Température - Brix

II.2. Méthodes d'analyses physico-chimiques

II.2.1. Mesure du Brix [68]

But

Cette méthode est utilisée pour mesurer le Brix des produits de sucrerie.

Principe

Lorsqu'on chauffe une solution, l'eau s'évapore et lorsqu'elle est totalement évaporée, il reste les matières sèches. Une solution est donc composée de matières sèches et d'eau

Le Brix est le rapport entre la quantité de matière sèche contenu dans la solution et la quantité de solution.

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.2.2. Mesure de la polarisation

But

Cette méthode est utilisée pour déterminer la teneur en saccharose.

Principe

Toutes les molécules optiquement actives, possédant au moins un carbone asymétrique, sont capables de dévier le plan de la lumière polarisée. Cette déviation est proportionnelle à la teneur en substance à doser.

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 Brix se fait directement sur le polarimètre ;
- ✓ Calculer la polarisation en multipliant la valeur par facteur de dilution.

II.2.3. Mesure de pureté**But**

Cette méthode est utilisée pour déterminer la pureté de sucre liquide.

Principe

La pureté définit la quantité de sucre contenu dans la matière sèche [69].

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

$$\text{Pureté}(\%) = \text{Polarisation/Brix} \times 100$$

II.2.4. Mesure de la couleur [68]**But**

Cette méthode est utilisée pour déterminer la couleur des sirops de sucres en solution.

Principe

La mesure de la coloration en solution est réalisée au moyen d'un photocolorimètre ou d'un spectrophotomètre. Elle est basée sur la diminution de l'intensité lumineuse d'un faisceau monochromatique qui traverse la solution à analyser.

Pour la détermination de la coloration de sirop de sucre, ICUMSA a officiellement adopté la méthode de mesure à la longueur d'onde de $420 \text{ nm} \pm 2$.

Mode opératoire

- Préparer un sirop à 50% de Brix 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 ;
- Rincer la cellule d'analyse avec la solution de sucre avant de la remplir et éviter les bulles d'air, pour éliminer ces dernières, utiliser un bain ultra-sons ;
- Introduire la cellule d'analyse dans le spectrophotomètre UV/VIS, tout en faisant attention à la propreté des parois de la cellule pour éviter toutes interférences.
- Lire l'absorbance.

Expression des résultats

Selon ICUMSA la coloration de sirop est exprimée en extinction spécifique et se calcule comme suit :

$$\xi = \text{Abs}/\text{Cxl}$$

Abs : Absorbance de la solution à 420 nm ;

l : longueur de la cellule (cm) ;

C : Concentration (g/ml) de la solution de sucre.

Le résultat peut être exprimé en unités ICUMSA.

1 unité ICUMSA = 1 / 1 000 d'unités (ξ).

Dans ce cas :

$$\text{Couleur ICUMSA} = \frac{Abs}{C \times l} \times 1000$$

II.2.5. Mesure de trouble [68]

But

Cette méthode est utilisée pour déterminer le trouble des sucres en solution n'excédant pas une couleur de 50UI.

Principe

A ce jour il n'existe pas de méthode officielle. Elle se base sur la différence entre la mesure de la coloration d'une solution de sucre **non filtrée** (coloration + trouble) et la mesure de coloration de la même solution après **filtration** sur membrane de 0,45 μm .

Le trouble peut être exprimé en unités ICUMSA de coloration.

Mode opératoire

- A l'aide d'un diluteur préparer une solution à 50% du Brix 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 ;
- A l'aide d'un spectromètre UV-VIS, mesurer l'absorbance **1** à 420 nm, puis calculer la couleur C_1 ;

- Filtrer l'échantillon restant à travers une membrane de 0,45 μm ;
- Mesurer l'absorbance **2** à la même longueur d'onde et calculer C_2 .

Expression des résultats

Le trouble est obtenu par la formule : $T = C_1 - C_2$

T : Trouble ;

C₁ : Première couleur mesuré ;

C₂ : Deuxième couleur mesuré.

II.2.6. Détermination des cendres conductimétriques [68]

But

Cette méthode est utilisée pour la détermination des matières minérales dans le sirop. Les matières minérales ou cendres peuvent être mesurées par détermination de la conductivité d'une solution de concentration connue (méthode conductimétrique).

Principe

On détermine la conductivité spécifique d'une solution de sucre liquide de 28% du Brix, et on calcule des cendres équivalentes en utilisant un facteur conventionnel.

Mode opératoire

- A l'aide d'un diluteur préparer une solution à 28% du Brix 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 la conductivité de cette solution et la conductivité de l'eau distillée à $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$.

Expression des résultats

- ✓ Calculer la conductivité corrigée (C_{28}) :

$$C_{28} = C_{\text{mesurée}} - 0,35 C_{\text{eau}}$$

C_{28} : Conductivité corrigée de la solution du sucre ;

C_{eau} : Conductivité de l'eau distillée.

✓ Calculer les cendres conductimétriques :

$$\text{Cendres conductimétriques (\%)} = 6,10^{-4} \cdot C_{28}$$

✓ **Correction de la température :**

Si la mesure de conductivité ne peut pas être faite à 20°C, on apporte une correction de température pour exprimer le résultat à 20°C, cette mesure ne doit pas excéder $\pm 5^\circ\text{C}$.

La correction est donnée par :

$$\text{Cendres conductimétriques (\%)} = C_{\text{mesurée}} / 1 + 0,026 (T_{\text{lue}} - 20^\circ\text{C})$$

II.2.7. Mesure de taux d'inversion par HPLC [68]

But

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

Principe

Le principe de cette méthode se base sur le dosage du glucose, fructose et saccharose dans le sucre inverti dilué à 1/1000 par HPLC.

Mode opératoire

- ✓ Peser 0,1 g de sucre inverti dans une fiole de 100 ml ;
- ✓ Ajouter une quantité d'eau distillée et agiter jusqu'à l'homogénéisation de la solution ;
- ✓ Ajuster la solution jusqu'au trait de jauge ;
- ✓ Filtrer environ 1,5 ml de la solution à travers un filtre de 0,2 μm dans un flacon de 2ml ;

- ✓ Puis lancer l'analyse sur HPLC.

Condition d'injection

- ✓ Prise d'essai : 5µl.
- ✓ Débit de la phase mobile : 0,6ml/Min.
- ✓ Pression : 41 bar.
- ✓ Température de la colonne : 80°C.
- ✓ Phase mobile : H₂O.
- ✓ Phase stationnaire : résine ionique (Ca⁺²)
- ✓ Support : copolymère divinylbenzène-styrène sulfoné.
- ✓ Régénérateur : Ca (NO₃)₂ 4H₂O.
- ✓ Type de la colonne : colonne remplie Rp 18 (Bio rad, Aminex HPX-87C, L : 300mm, □ : 7,8 mm).
- ✓ Type de l'appareille (HPLC) : Agilent Technologies 1200 Series.

Expression des résultats

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

II.2.8. Mesure du pH [68]**But**

Cette méthode est utilisée pour la détermination de pH de tous les produits de sucrerie.

Principe

Le principe de la méthode est la mesure potentiométrique du pH de sucre liquide à 50% de Brix et à 20°C.

Les électrodes sont étalonnées au moyen de solutions tampons, rincées avec de l'eau distillée et plongées dans la solution sucrée, la lecture intervient après une attente de 5 minutes lorsqu'on peut estimer que le potentiel d'équilibre entre les électrodes est atteint.

Mode opératoire

- ✓ Immerger les électrodes du pH-mètre dans la solution à analyser puis agiter soigneusement.

Expression des résultats

Lire la valeur du pH de la solution directement sur le pH-mètre après stabilisation à 20°C.

III. Résultats et Discussion

L'étude réalisée au niveau de l'unité du sucre liquide du complexe Cevital consiste à suivre l'évolution de certains paramètres psycho-chimiques au cours de la production du sucre liquide inverti.

Les résultats de mesure des différents paramètres sont figurés en annexe (I).

III.1. Evolution du Brix durant les étapes de fabrication du sucre liquide inverti.

La figure (18) représente l'évolution du Brix au cours des étapes de fabrication du sucre liquide inverti. Le Brix a une importance dans la fabrication de ce dernier du fait qu'il a une relation directe avec l'augmentation ou la diminution de la viscosité du sirop, le taux d'inversion, ainsi que la vitesse de l'écoulement.

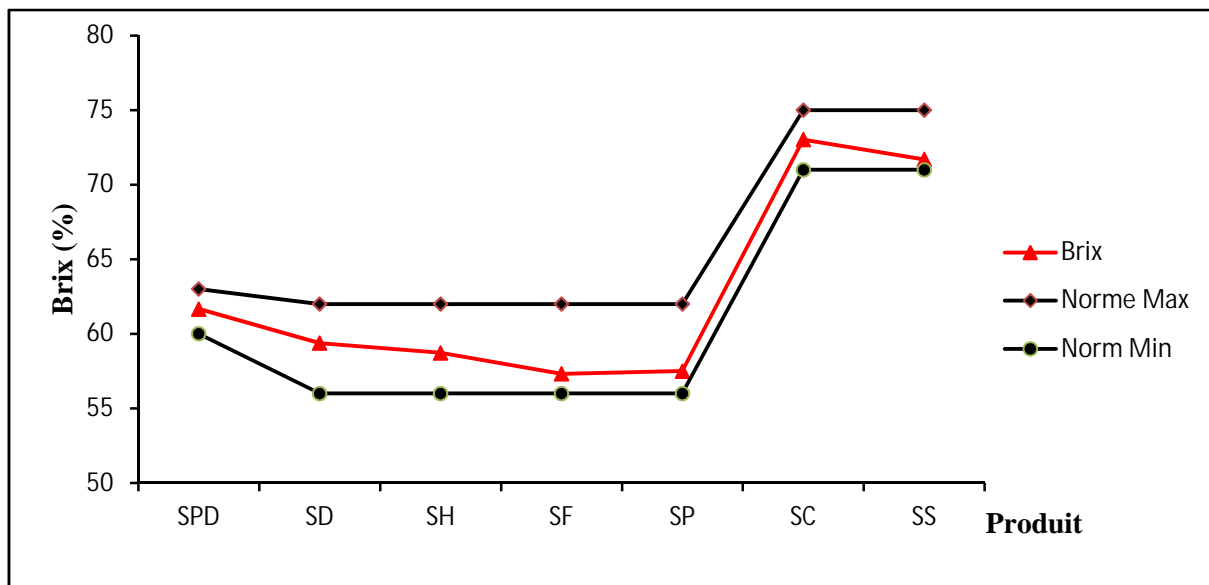


Figure (18) : Evolution du Brix durant les étapes de fabrication de sucre liquide inverti.

On remarque d'après les résultats présentés dans la figure (18) que le Brix diminue légèrement après l'étape de déminéralisation de 61,66 % jusqu'à 59,38 %, cette diminution peut-être liée à :

- La formation des molécules d'eau après libération par le lait mélangé (résine cationique et anionique) des ions OH^- , H^+ .
- La présence d'eau dans la colonne de déminéralisation au début de la production du sirop.

La valeur de Brix du sirop suit sa diminution jusqu'à 57,32 % au cours des étapes hydrolyse et filtration, cette réduction est provoquée par l'eau présente dans la colonne d'hydrolyse et les filtres, et ceci au début de la production.

Le taux du Brix reste stable dans l'étape de pasteurisation puisque dans cette étape de production il n'y a pas une source d'eau qui va causer la dilution du sirop.

En revanche l'étape de concentration du sirop est marquée par une augmentation brutale du Brix de sirop qui va atteindre 73,03 %, cette concentration est provoquée par l'évaporation de l'eau à l'aide de l'évaporateur.

Au cours du stockage du sirop, on note une diminution du taux du Brix de 73,03 % jusqu'à 71,70 %, cette variation du Brix est le résultat des mélanges des fractions de sirop qui possèdent différents Brix.

L'analyse de la figure (18) montre aussi que la courbe représentant le Brix reste entre les deux courbes de normes, ce qui affirme que le Brix de sucre liquide inversé de Cevital est conforme aux normes de l'entreprise.

III.2. Evolution de la couleur durant les étapes de fabrication du sucre liquide inversé.

La figure (19) représente l'évolution de la couleur au cours des étapes de fabrication du sucre liquide inversé. La couleur est un paramètre très important à étudier dans le but d'assurer la production d'un produit de bonne qualité.

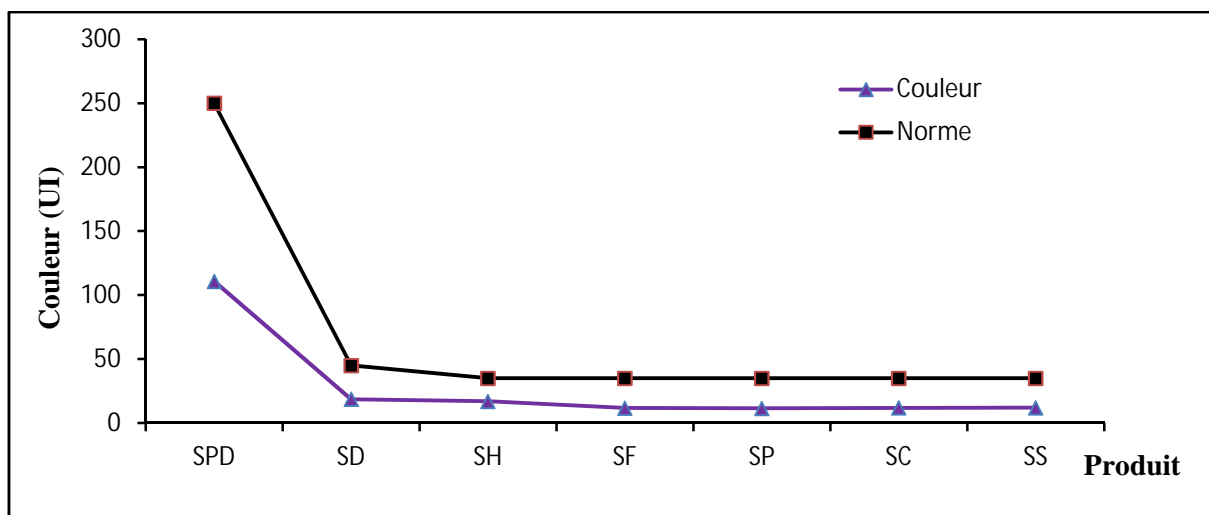


Figure (19) : Evolution de la couleur durant les étapes de fabrication de sucre liquide inversé.

D'après la figure ci-dessus on remarque une chute brusque de la couleur du sirop après l'étape de déminéralisation ; elle diminuerait de 110,75 UI (sirop prédécoulé) jusqu'à 17,62 UI. Ceci est expliqué par la rétention des molécules colorantes par les résines cationiques et anioniques, car cette unité joue un double rôle celui de déminéralisation et de décoloration plus poussée à la fois.

Après l'hydrolyse du sirop il y a aussi une légère diminution de la couleur de 17,62 UI jusqu'à 16,95 UI, qui est le résultat de l'adsorption des molécules colorantes qui se présentent dans le sirop sur la résine.

Suite à la filtration par le charbon on remarque une reprise de décoloration du sirop. La couleur diminue de 16,95 UI jusqu'à 11,70 UI. Ceci est interprété par l'adsorption des pigments colorés encore restants dans le sirop sur le charbon.

Par ailleurs dans les étapes, pasteurisation, concentration et stockage, la couleur reste stable car ces dernières ne contribuent pas à la décoloration du sirop.

Ces résultats nous permettent de conclure que la couleur du sucre liquide inverti de Cevital est conforme aux normes de l'entreprise.

III.3. Evolution du pH durant les étapes de fabrication du sucre liquide inverti.

La figure (20) présente l'évolution du pH au cours des étapes de fabrication du sucre liquide inverti. Le pH est un paramètre important à étudier car il joue un rôle dans la stabilité du produit.

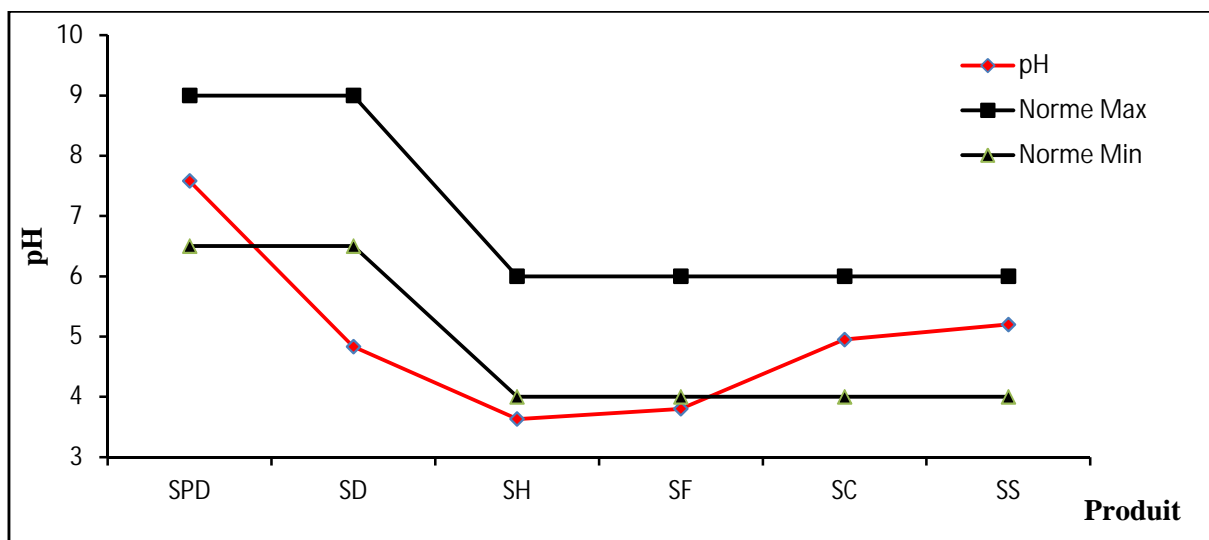
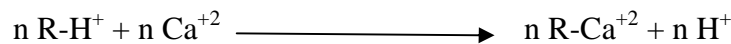


Figure (20) : Evolution du pH durant les étapes de fabrication de sucre liquide inverti.

L'analyse de la figure (20) montre que le pH diminue de 7,58 jusqu'à 4,83 après l'étape de déminéralisation du sirop, ceci est expliqué par la richesse du sirop par les cations (Ca^{2+} , Na^+ , ...) ce qui provoque la libération d'une grande quantité des ions H^+ et par conséquent le milieu devient acide selon la réaction suivante :



Après l'étape de l'hydrolyse on remarque encore une diminution de pH de 4,83 jusqu'à 3,62 car dans cette étape le sirop est passé à travers une colonne qui contient une résine cationique, par conséquent il y a libération des ions H dans le milieu.

On constate une légère élévation du pH de 3,62 jusqu'à 3,8 dans l'étape de filtration du sirop par le charbon, qui s'explique par l'élimination des gaz acides (CO_2) par le charbon.

Quand à l'étape de concentration, on remarque encore une augmentation du pH de 3,8 jusqu'à 4,95 ; cette dernière est obtenue par l'ajout de la soude.

Au cours du stockage on remarque une légère élévation de pH de 4,95 jusqu'à 5,2 ; ceci est causé par le mélange des fractions du sirop qui possède différentes valeurs de pH mais qui reste toujours dans l'intervalle de la norme.

La figure (20) montre que la courbe représentant le pH reste entre les deux courbes de la norme. Néanmoins, en notant trois valeurs qui ne sont pas conforme aux normes ; le pH de sirop déminéralisé, hydrolysé et le pH de sirop filtré. De ce fait la correction de pH s'effectue au niveau de l'étape de concentration ; donc le pH du sucre liquide inversé de Cevital est conforme aux normes de l'entreprise.

III.4. Evolution du taux d'inversion durant les étapes de fabrication du sucre liquide inversé

La figure (21) représente l'évolution du taux d'inversion au cours des étapes de fabrication du sucre liquide inversé. Le taux d'inversion est un paramètre très important à étudier afin de produire un sucre inversé possédant un taux d'inversion qui répond aux exigences du client.

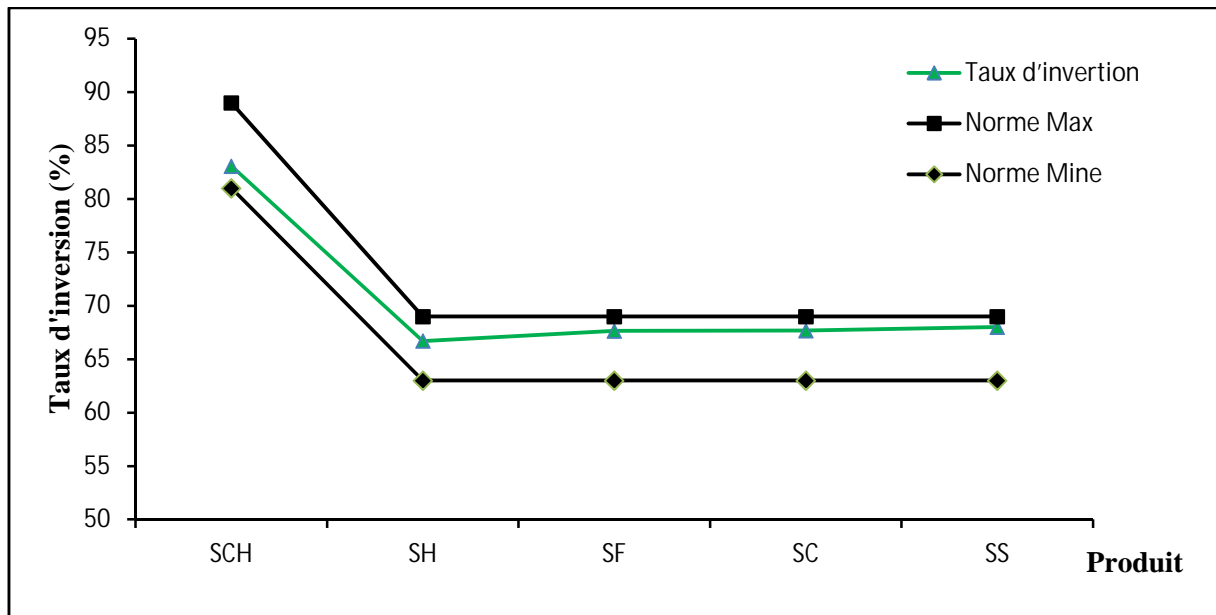


Figure (21) : Evolution du taux d'inversion durant les étapes de fabrication de sucre liquide inverti.

A la sortie de la colonne d'hydrolyse le taux d'inversion atteint la valeur 83,07% car la résine n'est pas saturée.

Au niveau de la section d'hydrolyse on constate une diminution brutale de taux d'inversion, qui se traduit par l'addition d'une quantité de sirop non hydrolysé à travers le by-pass pour atteindre une valeur de 66,7%.

Après filtration du sirop on note une légère augmentation de taux d'inversion de 66,32 jusqu'à 69,15 %, cela peut être expliqué par le mélange des fractions de sirop qui possède des taux d'inversion différents.

La figure (21) montre que la courbe représentante le taux d'inversion reste entre les deux courbes de la norme, donc on peut dire que le taux d'inversion du sucre liquide inverti de Cevital est conforme aux normes de l'entreprise.

III.5. Evolution de la pureté du sucre liquide avant l'étape d'hydrolyse

La figure (22) représente les résultats du suivi de la stabilité, de la pureté ceci avant l'étape de l'hydrolyse. La pureté est un paramètre très important à étudié, du fait qu'il a une relation directe avec le taux d'inversion.

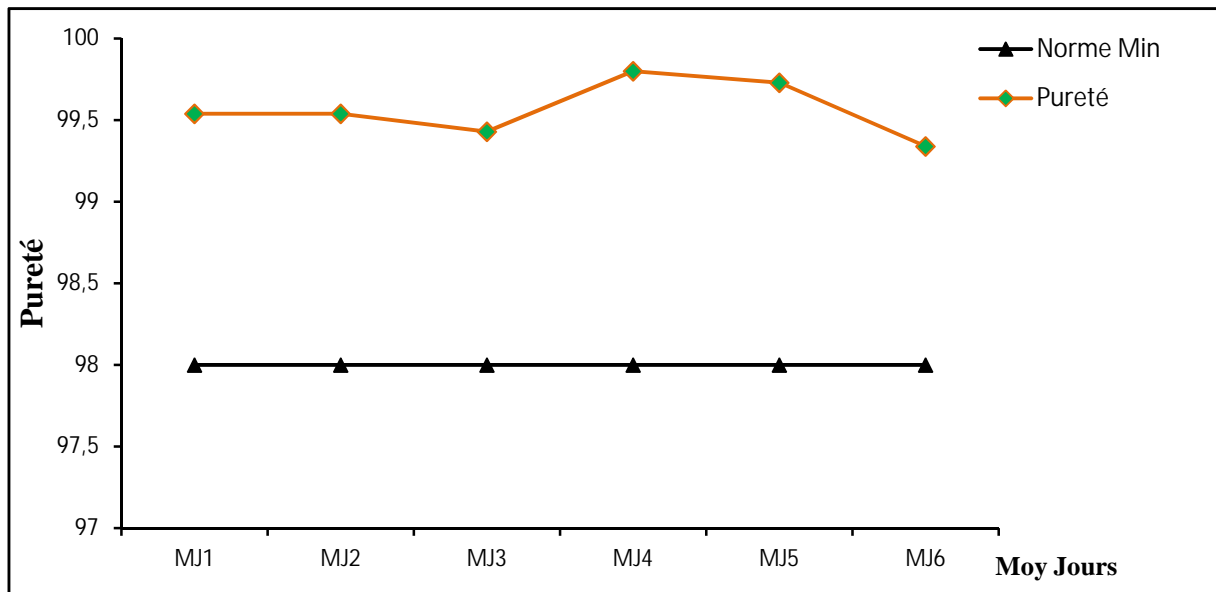


Figure (22) : Evolution de la pureté du sucre liquide.

Selon l'allure du graphe on signale une instabilité de la pureté du sirop au départ ; on constate une diminution progressive de la pureté du MJ1 (99,68) jusqu'à MJ3 (99,25) qui se traduit par la saturation de la résine donc cette dernière perd la capacité de retenir les impuretés. Au de la de MJ3 on note une augmentation de la pureté, cela est dû a la régénération de la résine des lits mélangés qui seront par suite capable de retenir la plus grandes quantité des impuretés, puis une diminution progressive de la pureté du MJ4 jusqu'à MJ6 due aussi à la saturation de la résine.

L'augmentation et la diminution de la pureté possèdent une relation avec la quantité de la matière sèche présente dans la solution sachant que la pureté est calculée par la loi :

$$\text{Pureté} = \frac{\text{quantité de sucre (saccharose)}}{\text{quantité de la matiere seche (MS)}}$$

MS : quantité des non sucre + quantité de sucre.

III.6. Evolution de la conductivité après l'étape de déminéralisation

La figure (23) représente les résultats du suivi de la stabilité de la conductivité après l'étape de déminéralisation du sucre liquide. La conductivité est un paramètre très important à étudier afin d'assurer la production d'un sucre liquide déminéralisé qui sera par la suite facilement hydrolysable.

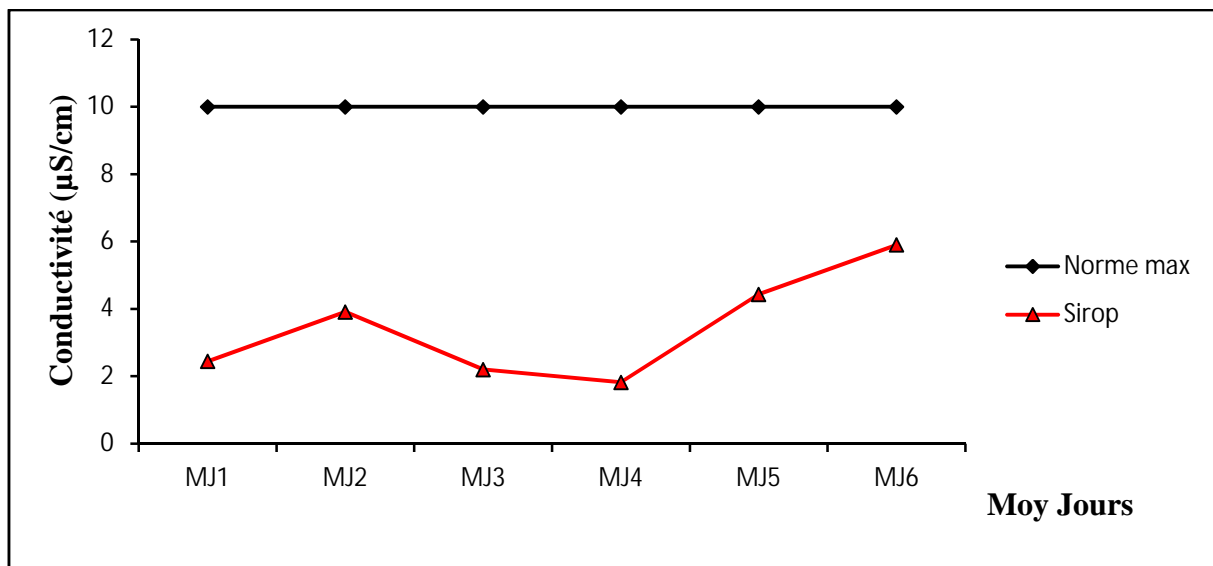


Figure (23) : Evolution de la conductivité du sucre liquide inverti.

D'après la figure on constate une instabilité du sirop, avec une conductivité qui est de 2,44 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ou MJ1, et qui augmente jusqu'à 3,91 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ou MJ2 ceci est le résultat de la saturation de la résine, de se fait elle perd la capacité de retenir la plus grande quantité des sels minéraux dans le sirop. Cependant il est très important de signaler que la régénération de la résine qui aura la capacité de retenir les sels minéraux se manifeste par la diminution de la conductivité à partir de MJ2 jusqu'à MJ4. Nous constatons par la suite une augmentation de la conductivité de MJ4 jusqu'à MJ6 ce qui est expliqué par la saturation de la résine.

Sur l'ensemble de ces résultats, l'instabilité de la conductivité du sirop reste toujours d'après la figure (23) au dessous de la norme qui exige au maximum 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$, se qui confirme la conformité de la conductivité de sucre liquide inverti de *Cevital* aux normes de l'entreprise.

III.7. Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et le pH du sirop

La figure (24) représente la corrélation le taux d'inversion et le pH du sirop.

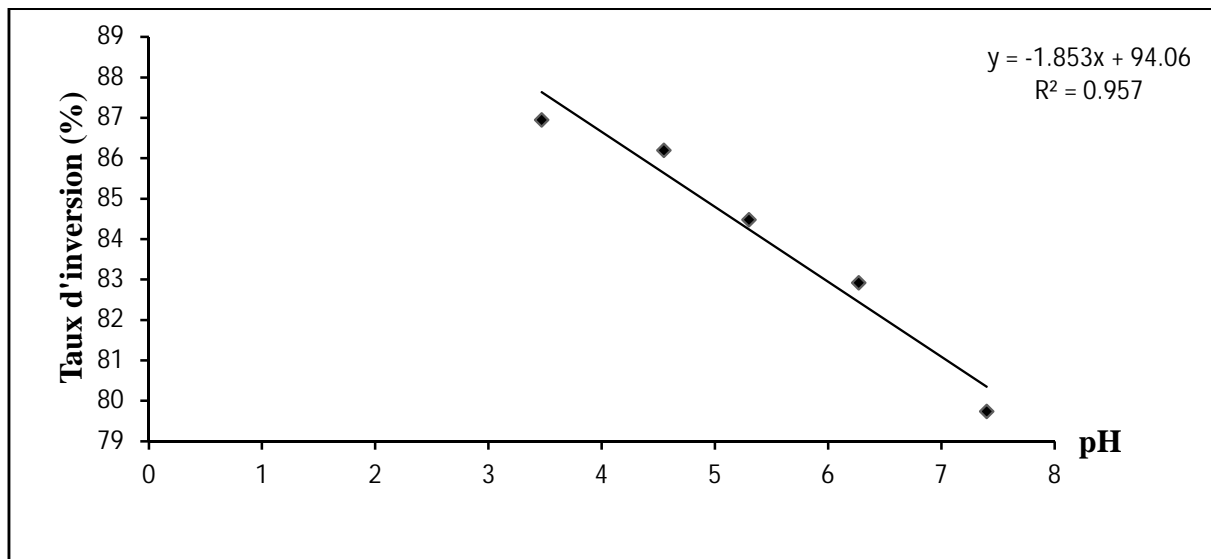


Figure (24) : Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et le pH du sirop.

D'après la figure (24) on remarque une relation linéaire inversement proportionnel entre le taux d'inversion du saccharose et le pH du sirop, avec un coefficient de corrélation de 0,95 à titre d'exemple, une diminution du taux d'inversion de 86,95 jusqu'à 79,74 % a des pH 3,46 et 4,70 respectivement.

L'augmentation du taux d'inversion au milieu acide s'explique par la présence en excès des ions H^+ qui catalyse la réaction d'inversion de la molécule de saccharose par opposition de taux d'inversion diminue avec l'augmentation de la valeur de pH car les H^+ diminuent dans le milieu.

III.8. Corrélation entre le taux d'inversion de saccharose et la température du sirop

La figure (25) représente la corrélation entre le taux d'inversion de saccharose et la température du sirop.

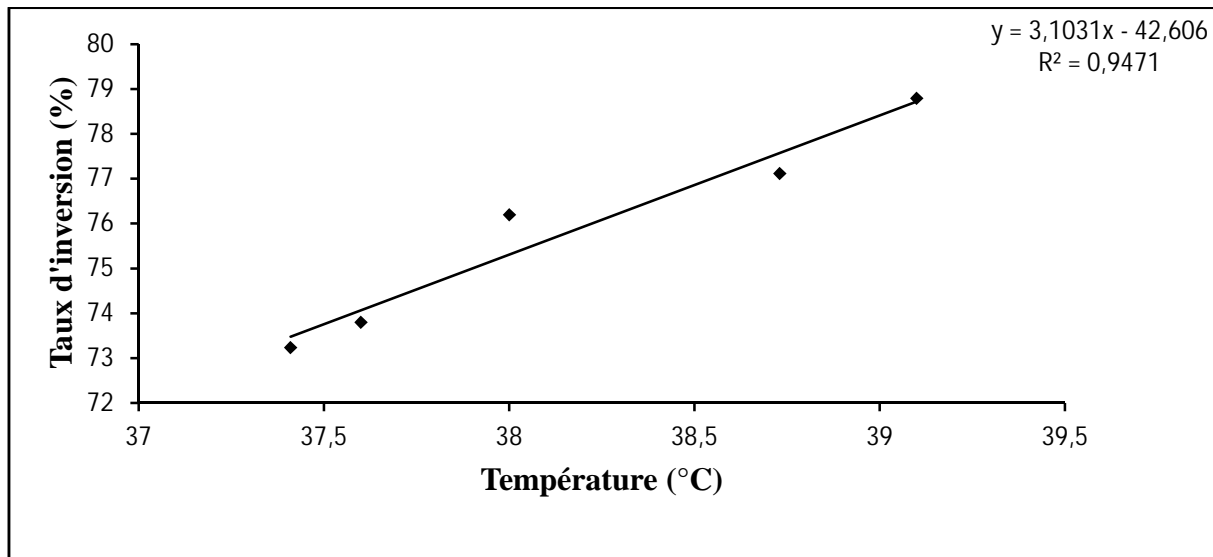


Figure (25) : Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et la température du sirop.

Selon la figure en remarque une relation linéaire hautement significative entre le taux d'inversion du saccharose et la température du sirop avec un coefficient de corrélation 0,86.

Le taux d'inversion augmente avec l'augmentation de la température à titre d'exemple, une augmentation de taux d'inversion de 73,24 jusqu'à 78,8 % à des températures de 37,41 et 38,1°C respectivement. Cette augmentation du taux d'inversion est interprétée par :

✓ La diminution de la viscosité du sirop avec l'augmentation de la température, cette dernière permet le déplacement rapide des molécules, par suite, la réaction d'inversion sera facile, ce qui permet de considérer que la température comme catalyseur des réactions chimique.

✓ La faible viscosité du sirop ; plus le sirop est moins visqueux plus il aura tendance de pénétrer dans la résine, ce qui favorisent l'augmentation du taux d'inversion de la molécule de saccharose.

III.9. Corrélation entre le taux d'inversion de saccharose et le Brix du sirop

La figure (26) représente la corrélation entre le taux d'inversion et le taux d'inversion.

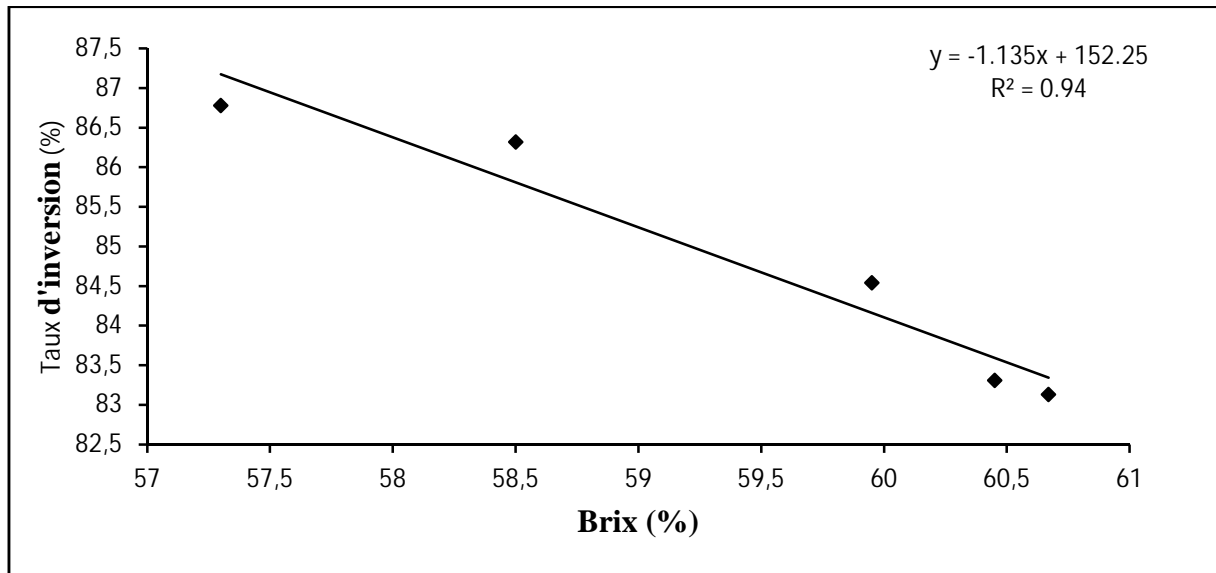


Figure (26) : Corrélation entre le taux de d'inversion de saccharose et le Brix du sirop.

Les résultats de la présente étude montrent l'existence d'une relation linéaire inversement proportionnel entre le taux d'inversion et le Brix de sirop avec un coefficient de corrélation de 0,94.

Lorsque le Brix est de 57,30 %, le taux d'inversion est de 86,78%, ce taux diminue progressivement jusqu'à 83,13% lorsque le Brix est de 60,67%, ceci peut être expliqué par l'augmentation de la valeur du Brix de sirop, qui a comme conséquence une viscosité importante d'où une diminution du taux d'inversion.

III.10. Corrélation entre le taux d'inversion et débit de sirop

La figure (27) représente la corrélation entre le taux d'inversion et le débit d'alimentation de la colonne d'hydrolyse.

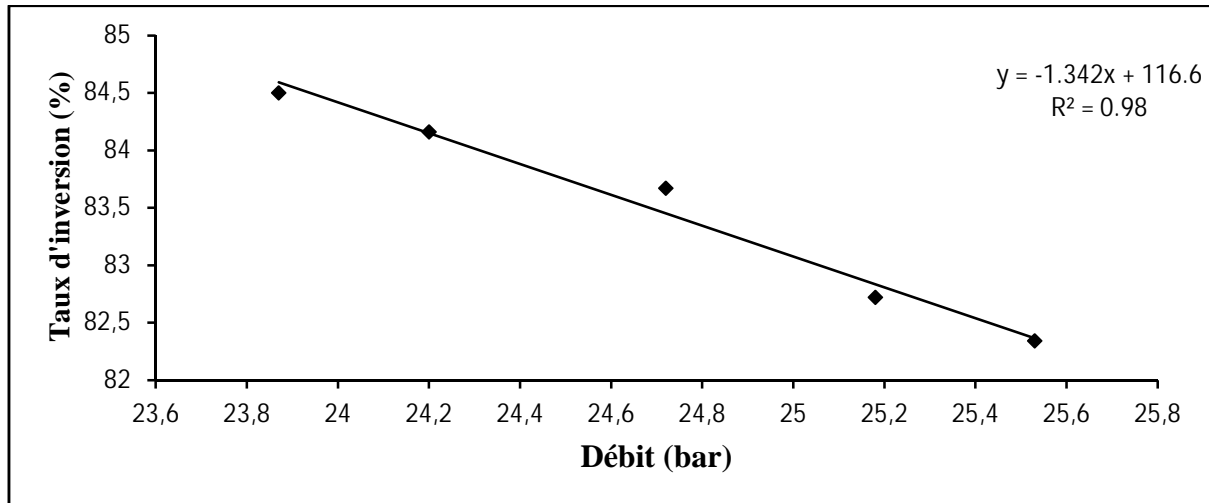


Figure (27) : Corrélation entre le taux d'inversion de saccharose et le débit d'alimentation de la colonne d'hydrolyse.

On note qu'il existe une relation linéaire inversement proportionnel entre le taux d'inversion de saccharose et le débit d'alimentation de la colonne d'hydrolyse, avec un coefficient de corrélation de 0,97. Nous relevons une diminution du taux d'inversion de 84,5 jusqu'à 82,34% à des débits de 23,87 et 25,52 bars respectivement.

Lorsque la vitesse de percolation du sirop est grande ce dernier n'a pas un temps de contact suffisant avec la résine pour s'hydrolyser. Par contre, si la vitesse de percolation n'est pas grande, on aura un temps de contacte suffisant entre le sirop et la résine ce qui induit un temps d'inversion éminent.

Conclusion

Conclusion

Le présent travail à été consacré à l'étude du sucre liquide inversi en se basant sur le suivi des étapes de fabrication, tout en mesurant les paramètres physicochimiques et de faire comparer les résultats obtenus par rapport aux normes utilisées au niveau de l'unité sucre liquide de Cevital

Le complexe agroalimentaire Cevital compte parmi les meilleurs organismes au niveau continental qui produit le sucre liquide (saccharose liquide ou inversi), en introduisant les moyens humains et matériels nécessaires avec une technologie moderne comme celle des échanges d'ions qui permettent d'obtenir un produit de haute qualité, qui répond nettement aux besoins spécifiques des industries alimentaires modernes et aussi aux consommateurs tout en respectant les normes internationales de production qui été toujours la vocation de Cevital.

Les analyses effectuées sur le sucre liquide inversi sont appliquées selon des méthodes recommandées par ICUMSA, ce qui permet d'obtenir des résultats comparatifs et significatifs.

A la lumière de ces résultats obtenus, on voit que :

- Le taux d'inversion de saccharose est influencé par le débit d'écoulement de sirop dans la colonne d'hydrolyse, la température, le pH de milieu et le Brix.
- Les paramètres physicochimiques à chaque étape de fabrication du sucre liquide inversi répondent aux normes conseillées par ICUMSA.

En perspectives il ya lieu de :

- Préparation du sucre liquide inversi par voie enzymatique et comparaison du cout de fabrication par rapport au procédé de catalyse acide.
- Proposition d'analyse plus rapide et directe (en flux entrant).

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] **Van Aelest. G. (2006).** Sucre de Tirlémont, Introduction aux Sweet Moments..., Ed. SÜDZUCKER, pp 9-14
- [2] **Mathlouthi M. (2004).** Propriétés physiques et chimiques du saccharose, pp 1-34.
- [3] **Arzate A. (2005).** Extraction et raffinage de canne. Ed. ACER, pp 3-10.
- [4] **Fauconnier R. (1991).** La Canne à Sucre. Le technicien d'agriculture tropicale. Ed. Maisonneuve & Larose. p 165.
- [5] **AFISUC. (2002).** Association pour la formation et le perfectionnement dans les industries sucrière. Ed. Cristal 1, pp15.
- [6] **Brochoire G., Josse T. et Stephan C. (2000).** Les nouvelles de la boulangerie Pâtisserie. Ed. S.O.T.A.L, pp 11-14.
- [7] **Anonyme 1. (2006).** Canne a sucre "Microsoft" Encarta 2006 [CD]. Microsoft Corporation.
- [8] **Fida Hassan M., Alam M. R., Jabber M. A., Begum M. K. et Miah M. A. S, (2003).** Effects of Water-Logging on Juice Quality and Yield of Sugar cane, Pakistan Journal of Biological Sciences, **6** (13). Pp 1151-1155.
- [9] **Yakov K. et Roland B. (2006).** Sources and mechanisms of priming effect induced in two grassland soils amended with slurry and sugar. Soil. Biology & Biochemistry, **38**, pp747 - 758.
- [10] **Jackson P. A. (2005).** Breeding for improved sugar content in sugarcane. Field Crops Research, **92**, pp 277–290.
- [11] **Hugot E. (1987).** La sucrerie de canne 3eme édition Lavoisier. pp 320-720.
- [12] **Arzate A. (2005).** Extraction du sucre de betterave. Ed. ACER, pp 6-44.
- [13] **ICEDD. (2005).** Institut de Conseil et d'Etudes en Développement Durable (ASBL), (ancien nom Institut Wallon de développement économique et social et d'aménagement du territoire asbl). L'industrie de la transformation de la betterave et de la Chicorée : La situation environnementale des industries, pp 9-11.

Références Bibliographiques

- [14] **Rachida. B. (2005).** Extraction des macromolécules pariétales des eaux de presse de betteraves sucrières étude de leur composition, de leurs propriétés physico-chimiques et de leur effet sur le process sucrier, Thèse de Doctorat, Université de REIMS, pp 8-36.
- [15] **Decloux M. (2001).** Procédés de transformation en sucrerie (partie 1). *In* : « Technique de l'ingénieur », pp 1-3.
- [16] **Stähelin P. (2007).** Le sucre, une énergie naturelle, toute de douceur, Sucreries Aarberg + Frauenfeld S.A., pp 10-24.
- [17] **Benzohra B., Bencharif A. et Boukella M. (2010).** La filière mondiale des édulcorants : une introduction. Ed. Cah Agric 2010 ; 19 : 210-9. DOI : 10.1684/agr.2010.0399, p 210-218.
- [18] **Decloux M. (2002).** Procédés de transformation en sucrerie (partie1). Dans : Techniques de l'ingénieur, traité Agroalimentaire (F 6 150). p 18.
- [19] **Mathlouthi M. et Barbara R. (2001).** L'extraction du sucre. CEDUS : centre d'étude et de documentation du sucre. pp1-14.
- [20] **Emilie F. (2006).** Connaissance des aliments. Ed : Lavoisier, Tec et Doc, Paris. pp 397.
- [21] **Romain J., Thomas C., Pierre S. et Gérard B. (2007).** Science des aliments. Lavoisier. Ed : Tec & Doc. pp 449.
- [22] **Rageot M., Rene L. (2004).** Procédure de fabrication du sucre . le sucre (4). pp 1-4.
- [22] **Deminiac M. (1991).** Biotechnologie des levures : utilisation des levures en fermentation alcoolique industrielle. Ed : Technique et documentation.
- [23] **Hugot E. (1986).** Handbook of Cane Sugar Engineering. Ed: Elsevier Science Publishing Company Pub. Co. New York, USA. pp 1185.
- [24] **Multon, J. L. (1992).** Les fonctions des sucres et leurs produits de substitution dans les aliments. *In* Le sucre, les s sucrés, les édulcorants et les glucides des charges dans les industries agroalimentaires (**MULTON J.L.**). Ed. TEC et DOC Lavoisier, p 2-13.
- [25] **Decloux M. (2003).** Procèdes de transformation en sucrerie (partie 2). *In* : Technique de l'ingénieur.

Références Bibliographiques

- [26] **Jean A., Potus J., Poiffait A. et Dauvilier P. (1998).** Introduction à l'analyse nutritionnelle des aliments. Ed. TEC et DOC Lavoisier, Paris, pp 254.
- [27] **Doucet J. (1992).** Le sucre (saccharose) est ses dérivés traditionnels et nouveaux. In Le sucre, les sucrés, les édulcorants et les glucides des charges dans les industries agroalimentaires (Multon J.L.). Ed. TEC et DOC Lavoisier, pp 256 – 281.
- [28] **Clarke. M. A. (1995).** Valeur technologique du saccharose dans les produits alimentaires. In Le saccharose : Propriétés et applications (MATHLOUTHI M. ET REISER P.). Ed. Polytechnica, pp236-262.
- [29] **Dilmi Bouras A. (1998).** Les constituants alimentaires et leur rapport avec la santé. Ed. Office des Publications Universitaires, Alger, p 272.
- [30] **Bartens A. (2007).** ICUMSA Methods Book. ICUMSA Methods book supplement 2005. Ed: Bartens.
- [31] **Mathlouthi M. et Reiser P. (1995) :** Le saccharose propriétés et application. Edition française polytechnique (ISBN2-84054-031-2), pp 199-240.
- [32] **Linden G., Lorient D. 1994.** Biochimie agro-industrielle. Valorisation alimentaire de la production agricole. Ed Masson. Paris. pp 367.
- [33] **Safari I., Sbatkova Z. et Safarikova M. (2009).** Invert sugar formation with *saccharomyces cerevisiae* cells encapsulated in magnetically responsive alginate. Microparticles. Ed. Elsevier, p 14478-1481.
- [34] **Lefrançois P. Ruby F. (2005).** Petit glossaire de sucre. pp15.
- [35] **Anjushri S. K., Hariprasad J. S., Hidajat K. et Ajay K. R. (2004).** Optimal design and operation of SMB bioreactor for sucrose inversion. Ed. Elsevier, pp 21
- [36] **Guerin B., Gauthier A. et Ortlieb J. (1978).** Les sirops (saccharose, glucose, fructose et autres édulcorants), valeur technologique et utilisation, pp28-29.
- [37] **Bussiere G., Nowak P. et Cotillon M. (1990).** Les sucres invertis. Actualités des industries alimentaires et agro-industrielles, pp 645-649.

Références Bibliographiques

[38] **Nasef M. M., Saidi H. et Senna M. M. (2004).** Hydrolysis of sucrose by radiation grafted sulfonic acid membranes. Ed. Elsevier, p 13-14.

[39] **Anh Tuan Mai. (2004).** Développement Des Biocapteurs Electrochimiques A Base De Tyrosinase Pour La Détection Des Polluants Organiques En Phase Aqueuse, Thèse présentée devant l'université Claude Bernard - Lyon 1 l'institut polytechnique pour obtenir le grade de Docteur .

[40] **Bousmaha L., Elmoualdi L., Ouhssine M. et El Yachioui M. (2007).** Souche de CANDIDA guilliermondii isolée de la saumure de carottes productrice d'une β -fructofuranosidase extracellulaire. Ed. Bull. Soc. Pharm. Bordeaux, 146, pp 51-62.

[41] **Tanriseven A., Dogan S. (2001).** Immobilization of invertase within alginate gel capsules. Proc Biochem. 36: pp1081-1083.

[42] **Monsan P., Combes D. (1984).** Application of immobilized invertase to continuous hydrolysis of concentrated sucrose solution. Biotechnol Bioeng. 26: 347-35.

[43] **Santana de Almeida (A.C.), Costa de Araújo (L.), Mendes Costa (A.), Moraes de Abreu (C.A.), Gomes de Andrade Lima (M.A.), Perez Fernandez Palha (M. de L.A.). (2005).** Sucrose hydrolysis catalyzed by autoimmobilized invertase into intact cells of *Cladosporium cladosporioides*. - J. Biotechnol., 8(1), pp 54-62.

[44] **Thierry DAMBROUCK. (2004).** Contribution à l'étude des protéines des moûts et des vins de Champagne Détermination de leur origine Etude d'une glycoprotéine majeure, l'invertase de raisin. THESE Doctorat, Université de REIMS champagne-ardenne. Spécialité : Biologie et Biochimie Appliquée. Option : Œnologie.

[45] **Zeng C. et Biemann K. (1999).** Determination of N-linked glycosylation of yeast external invertase by matrix-assisted laser desorption/ionisation time-of-flight mass spectrometry. J. Mass Spectrom., 34, pp 311-319.

[46] **Geissmann M., Frey T. et Ruffner H.P. (1991),** "Occurrence and properties of acid invertase in cultures of *Botrytis cinerea*." Mycol. Res., 95, pp 1321-1327.

Références Bibliographiques

[47] **Collin¹ S., Bodart¹ E., Nizet S. et Bouseta² A. (2010).** Technologies Douces Pour La Détoxification De Mycotoxines. Cas De La Patuline. Vérification De L'innocuité Des Produits Formes. 1Unité de Brasserie et des Industries Alimentaires, Université catholique de Louvain, Belgique. 2Laboratoire de Biochimie, UFR de Biochimie Appliquée et Sciences Alimentaires, Université Sidi Mohamed Ben Abdellah, Faculté des Sciences Dhar El Mahraz, , Maroc. novembre 2006.

[48] **JF Perrin.** genieenz-immob-reacteurpiston-invertase. v2. Fev

[49] **Sârbu A., Udrea I., Beda M e Sârbut L. (2007).** Préparation des substrats fibreux pour l'immobilisation des enzymes, preparation of fibrous supports for the covalent immobilization of enzymes. *Revue Roumaine de Chimie*, 52(4), pp 325–330.

[50] **Bartlett, P. N. et Whitaker R. G. (1987).** Electrochemical immobilization of enzymes *In* electropolymerized films. *J. of electroanalytical chemistry* 362, pp 1-12.

[51] **Silvia Fabiano. (2002).** Immobilisation d'enzymes dans des films de polymères conducteurs. these Doctorat en chimie-biochimie. Université Claud Bernard-Lyon I.

[52] **Aziz Tanriseven. et Senay Dogan.** Immobilization of invertase within calcium alginate gel capsules. Department of Biochemistry, Gebze Institute of Technology, Gebze, Kocaeli, Turkey. 8 February

[53] **Machiels D. et Istasse L. (2002).** La réaction de Maillard : Importance et application en chimie des aliments, p 347.

[54] **Mersade A., Lewandowski R., Heyd B. et Decloux M. (2003).** Colorants in the sugar Industry: Laboratory preparation and Spectrometric analysis. *International sugar journal* 105, p 269-281.

[55] **Charles A., Guy L. et Laurent M. (2008).** Biochimie alimentaire. Ed. DUNOD. Paris, pp 260.

Références Bibliographiques

- [56] **Zimmermann M. (1992)**. Le sucre issus des amidons (oses : sirop de glucose, fructose, dextrose). *In* : le sucre, les sucrés, les édulcorants et les glucides des charges dans les industries agroalimentaires. Ed. TEC et DOC Lavoisier, pp 282-310.
- [57] **Wei Lu. (2010)**. Etude de l'échange d'ion modulé électriquement : Application du couplage échange d'ion-électrodialyse à la séparation de biomolécules, thèse doctoral, université Nancy INPL, , pp 21-28.
- [58] **Theoleyre M. A., Cartier S. et Decloux M. (1999)**. Couplage de la décoloration et de la nanofiltration des éluant de régénération en sucrerie de canne. Association AVH, 6ème Symposium, Reims, pp 13.
- [59] **Stephen N. et Walford M. (2002)**. Applications of ion chromatography in cane sugar research and process problems. *Journal of chromatography A*(956), pp 187-199.
- [60] **Antonot E. et Marchal R. (1998)**. Chromatographie, pp 42.
- [61] **Khalfouni L. et Belhouari N. (2008)**. Extraction du cadmium (II) par une résine fonctionnelle purolite MNN500. Mémoire de D.E.U.A option : Analyse. Département de génie des procédés. Université de Bejaia, pp 7-8.
- [62] **Bali K. (1992)**. Etude de la carbonatation de l'eau sur la résine carboxylique et quelques analyses microbiologiques lors de traitement. Mémoire de techniciens supérieurs, option : contrôle de qualité et analyse alimentaire. Université de Bejaia, pp 6-20.
- [63] **Iadadene M. et Gueslem F. (2009)**. Extraction de AU (III) à l'aide de la résine imprégnée XAD7HP par différents extractants dans un milieu acide. Mémoire de DEUA en chimie industrielle option : Analyse. Département de génie des procédés. Université de Bejaia, pp 5.
- [64] **Applexion. (2006)**. Management de la qualité. Extraction de l'unité de décoloration existante. Manuel opératoire Cevital-Algérie. FORM 002A.
- [65] **Rachdi N. (2002)**. Procèdes de transformation dans la raffinerie de Cevital (SPA). Rapport de formation, pp1-30.
- [66] **Manuel opératoire interne de l'entreprise.**
- [67] **ICUMSA. (2007)**. International Commission for Uniform Methods of sugar analysis.

Références Bibliographiques

[68] **Clarke M. (1996).** Sugar beet and sugarcane polysaccharides: sugar processing research. Ed. Polytechnic, p 368-388.

ANNEXES

Tableau VI : Résultats d'analyse de sucre liquide inverti

		Sirop Prédécoloré					Sirop déminéralisé					
Jours	Paramètres	Brix	Pol (%)	Pureté (%)	Couleur (UI)	pH	Brix	Pol (%)	Pureté (%)	pH	Conductivité	Couleur (UI)
	1		61,79	60,11	99,68	105	7,90	58,35	60,28	99,88	7,00	1,21
		60,50	58,00	99,57	112	8,55	56,95	59,80	99,75	4,30	3,05	20
		62,88	59,87	99,29	93	8,08	59,10	58,75	99,41	4,94	2,87	22
		60,90	60,64	99,63	120	8,71	60,10	59,93	99,72	5,70	2,66	21
	MJ	61,51	59,65	99,54	107,5	8,31	58,62	59,69	99,69	5,48	2,44	21
2		61,30	60,98	99,48	101	8,66	58,75	58,52	99,61	6,02	3,86	19
		62,13	59,50	99,33	119	7,89	59,10	58,52	99,44	6,13	3,27	17
		62,84	59,72	99,37	130	7,62	58,80	59,27	99,20	4,55	2,94	17
		60,45	60,44	99,98	160	7,70	61,25	61,16	99,85	6,20	5,59	18
	MJ	61,68	60,16	99,54	127,5	7,96	59,47	59,36	99,52	5,72	3,91	17,75
3		62,10	61,65	99,28	68	7,05	60,60	60,34	99,57	6,23	2,24	13
		62,25	61,93	99,29	94	7,15	60,85	60,47	99,38	6,17	2,10	14
		62,20	62,00	99,68	79	7,12	61,15	60,81	99,44	6,21	2,98	15
		62,55	62,22	99,47	73	7,00	61,75	61,65	99,64	6,55	1,51	14
	MJ	62,27	61,95	99,43	78,5	7,08	61,08	60,79	99,50	6,29	2,20	14
4		62,49	58,84	99,73	64	7,27	58,70	58,31	99,34	7,12	1,65	12
		60,50	59,85	98,93	70	6,95	60,05	59,89	99,15	7,19	1,55	16
		60,95	60,33	98,98	47	7,35	59,20	60,61	99,04	6,85	1,39	12
		61,40	59,75	99,58	38	7,05	58,15	59,83	99,47	6,59	2,79	12
	MJ	61,33	59,69	99,80	54,75	7,15	59,02	59,66	99,25	6,93	1,82	13
5		61,75	60,59	99,74	148	7,33	60,80	60,35	99,26	5,66	4,90	20
		61,55	60,40	99,75	134	7,21	60,65	60,37	99,54	5,62	4,56	20
		62,61	61,00	99,59	144	7,09	61,00	60,55	99,26	6,81	4,78	21
		62,89	60,80	99,84	227	7,38	61,55	61,35	99,68	7,50	3,48	28
	MJ	62,20	60,69	99,73	163,25	7,25	61,00	60,65	99,43	6,39	4,43	22,25
6		60,10	56,89	99,63	158	8,64	57,30	47,09	99,22	3,26	5,72	20
		62,05	56,85	99,65	147	7,87	56,65	56,12	99,51	3,52	4,93	22
		60,65	54,14	99,07	122	7,47	56,00	56,15	99,52	3,48	5,56	24
		61,20	54,66	99,02	105	7,13	58,45	58,21	99,59	5,41	7,41	29
	MJ	61,00	55,63	99,34	133	7,77	57,10	54,39	99,46	3,91	5,90	23,75
	MS	61,66	59,62	99,56	110,75	7,58	59,38	59,09	99,47	4,83	3,45	18,62

Tableau VII : Résultats d'analyse de sucre liquide inverti

		Sirop Sortie colonne (V220)		Sirop hydrolysé				
Jours	Paramètres	Taux d'inversion (%)	Taux de saccharose (%)	Brix (%)	Couleur (UI)	pH	Taux d'inversion (%)	Taux de saccharose (%)
	1		79,74	20,26	53,50	18	3,70	45,06
		83,34	16,67	56,80	16	3,05	68,08	31,92
		84,54	15,46	59,75	17	3,66	68,44	31,56
		86,40	13,60	60,04	18	2,98	66,86	33,14
	MJ	83,50	16,49	57,52	17,25	3,34	62,11	37,89
2		84,66	16,95	58,45	15	3,32	68,98	31,03
		84,48	15,52	59,42	13	3,70	69,04	30,97
		82,56	17,44	59,92	15	4,03	68,72	31,28
		82,92	17,08	60,35	15	3,94	68,82	31,18
	MJ	83,65	16,74	59,53	14,50	3,75	68,89	31,11
3		79,70	20,30	59,65	15	3,43	69,60	30,40
		79,09	29,91	60,10	16	3,55	66,82	33,18
		79,16	20,84	59,75	15	3,69	66,24	33,76
		81,00	19,00	61,55	16	3,53	67,12	31,25
	MJ	79,73	22,51	60,26	15,50	3,55	67,44	32,14
4		81,66	18,34	59,43	12	3,82	68,34	31,62
		83,88	16,12	59,45	15	3,60	68,29	31,71
		80,08	19,99	58,74	14	3,70	68,19	31,81
		83,10	16,89	58,80	20	4,00	65,08	34,92
	MJ	82,18	17,83	59,10	15,25	3,78	67,47	32,51
5		84,64	15,35	59,65	20	4,41	66,44	33,55
		84,62	15,37	59,00	21	4,49	68,22	31,78
		84,76	15,24	60,55	21	4,02	68,68	31,32
		84,63	16,37	60,30	19	4,21	67,33	31,45
	MJ	84,66	15,58	59,87	20,25	4,28	67,66	32,02
6		83,66	16,31	54,70	18	3,00	65,40	34,61
		85,06	14,94	55,60	18	2,98	66,74	33,25
		85,02	14,96	56,12	19	3,03	66,36	33,64
		85,22	14,78	58,10	21	3,22	68,19	31,81
	MJ	84,74	15,24	56,13	19	3,05	66,67	33,32
	MS	83,07	17,39	58,72	16,95	3,62	66,70	33,16

Tableau VIII : Résultats d'analyse de sucre liquide inverti

Paramètres Jours	Sirop déminéralisé						Sirop pasteurisé							
	Brix (%)	Couleur (UI)	Trouble (UI)	Taux d'inversion (%)	Taux de saccharose (%)	pH	Brix (%)	Couleur (UI)	Brix (%)	Couleur (UI)	pH	Cendre conductimétriques (%)	Taux d'inversion (%)	Taux de saccharose (%)
1	52,19	14	1,00	68,02	29,98	4,18	57,35	13	73,00	17	4,22	0,003	69,32	30,68
	56,35	11	1,00	67,06	32,93	3,70	53,80	13	74,30	12	5,50	0,004	66,44	33,56
	57,15	09	1,00	67,34	31,66	3,89	58,75	11	73,20	11	4,89	0,004	68,82	31,18
	58,65	10	1,00	68,78	30,22	3,07	58,45	11	73,35	11	4,40	0,003	69,68	30,33
MJ	56,08	11	1,00	67,80	31,19	3,71	57,08	12	73,46	12,75	4,75	0,003	68,56	31,41
2	57,23	08	0,00	69,39	28,61	3,70	57,67	8	74,00	8	4,65	0,003	69,31	28,69
	58,40	09	0,00	68,37	29,71	3,91	56,92	9	72,80	8	4,92	0,003	68,95	31,05
	57,00	11	0,00	66,63	33,37	3,95	57,89	10	73,90	9	5,03	0,004	66,28	29,72
	59,10	08	0,00	67,04	32,96	3,93	58,91	8	73,50	9	4,89	0,004	68,01	31,03
MJ	57,93	09	0,00	67,85	31,16	3,87	57,84	8,75	73,55	8,50	4,87	0,003	68,13	30,12
3	57,79	11	0,00	67,71	32,29	3,46	56,70	11	73,15	11	5,70	0,003	64,94	35,05
	58,88	12	1,00	67,60	32,40	4,03	58,12	11	73,35	9	5,90	0,002	68,30	31,70
	57,41	12	0,00	63,18	36,82	4,06	58,38	12	73,15	9	5,88	0,002	68,24	31,75
	57,14	08	0,00	67,00	32,80	3,63	58,35	8	72,95	10	5,54	0,002	68,86	31,14
MJ	57,80	10,75	0,25	66,37	33,57	3,79	57,88	10,50	73,15	9,75	5,75	0,002	67,58	32,41
4	58,15	04	0,00	68,19	31,81	3,62	58,10	8	73,45	7	4,65	0,003	66,59	33,41
	58,50	09	0,00	70,25	29,75	3,87	58,20	9	74,30	9	4,28	0,004	70,35	29,65
	57,50	08	0,00	69,34	30,66	3,74	56,54	9	74,80	11	4,53	0,003	69,16	30,84
	57,35	10	1,00	67,10	32,89	4,14	57,20	9	74,30	9	4,84	0,003	68,00	32,00
MJ	57,87	7,75	0,25	68,72	31,27	3,84	57,51	8,75	74,21	9	4,57	0,003	68,52	31,47
5	57,65	14	1,00	68,88	31,14	4,39	58,38	14	71,80	14	5,76	0,003	68,30	31,69
	57,54	15	0,00	68,75	31,13	4,42	58,33	15	72,00	15	5,61	0,003	68,26	31,73
	58,36	15	1,00	66,69	31,25	4,30	58,30	15	71,75	15	5,59	0,004	68,38	31,62
	58,60	14	0,00	68,87	31,13	4,02	59,25	12	73,10	15	4,55	0,003	68,29	31,71
MJ	58,03	14,50	0,50	68,29	31,16	4,28	58,56	14	72,16	14,57	5,37	0,003	68,28	31,68
6	54,02	18	0,00	63,82	36,18	2,72	56,08	13	71,30	16	4,60	0,003	63,54	36,46
	56,12	19	0,00	65,51	34,49	3,78	56,06	17	71,60	17	4,55	0,003	64,12	35,88
	56,33	16	1,00	68,20	31,80	3,87	56,32	14	71,35	16	4,52	0,003	64,20	35,80
	58,38	16	1,00	70,03	29,97	3,56	56,21	15	72,40	16	4,12	0,004	68,23	31,77
MJ	56,21	17,25	0,50	66,89	33,11	3,33	56,16	14,75	71,66	16,25	4,44	0,003	65,02	34,97
MS	57,32	11,70	0,58	67,65	31,91	3,80	57,50	11,45	73,03	11,83	4,95	0,003	67,68	32,01

Tableau IX : Résultats d'analyse de sucre liquide inverti

Sirop stocké									
Paramètres Jours	Brix	Couleur (UI)	pH	Trouble (UI)	Cendres conductimétriques (%)	Taux d'inversion (%)	Taux de saccharose (%)	Densité	Température (°C)
1	71,00	12,07	4,50	1	0,003	70,30	29,43	1,36	24
2	71,40	11	5,45	0	0,003	70,43	29,57	1,36	24
3	73,30	9,13	6,00	0	0,003	66,70	33,15	1,36	25
4	71,02	8,30	5,33	1	0,003	68,26	31,70	1,36	25
5	72,32	15,06	4,77	0	0,003	71,34	27,33	1,36	26
6	71,20	16,25	5,18	0	0,003	67,90	32,10	1,36	25
M	71,70	11,96	5,20	0,33	0,003	69,15	30,33	1,36	24,83

Tableau X : Normes des paramètres étudiés dans chaque étape de fabrication de sucre liquide inversi selon ICUMSA

	Brix (%)	Couleur (%)	pH	Pureté (%)	Conductivité (µs/cm)	Trouble (UI)	Cendres conductimétriques (%)
Prédécoloration	60-63	Max 250	6,5-9	Min 98	-	-	-
Déminéralisation	56-62	Max 45	6,5-9	Min 98	Max 10	-	-
Hydrolyse	56-62	Max 35	4 - 6	-	-	-	-
Filtration	56-62	Max 35	4 - 6	-	-	Max 15	-
Pasteurisation	56 62	Max 35	4 - 6	-	-	-	-
Concentration	7 ±2	Max 35	4 - 6	-	-	Max 15	0,05
Sortie cuve de stockage	73±2	Max 35	4 - 6	-	-	Max 15	0,05

Tableau XI : Normes du taux d'inversion de chaque étape de fabrication selon ICUMSA

	Sortie Colonne	Hydrolyse	Concentration	Sortie cuve de stockage
Taux d'inversion (%)	85 ± 4	66 ± 3	66 ± 3	66 ±3

Tableau XII : Résultats de Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et le pH du sirop

Taux d'inversion (%)	86,95	86,2	84,48	82,92	79,74
pH	3,45	4,55	5,2	6,27	7,4

Tableau XIII : Résultats de Corrélation entre le taux d'inversion de saccharose et le Brix du sirop

Taux d'inversion (%)	86,78	86,22	84,54	83,31	83,13
Brix (%)	57,3	58,50	59,92	60,45	60,60

Tableau XIV : Résultats de Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et la température du sirop

Taux d'inversion (%)	73,24	73,80	76,02	77,12	78,79
Température (°C)	37,45	37,59	38,00	38,70	39,11

Tableau XV : Résultats de Corrélation entre le taux d'inversion du saccharose et débit du sirop

Taux d'inversion (%)	84,50	84,16	83,67	82,72	82,34
Débit (bar)	23,87	24,20	24,72	25,18	25,52

Tableau XVI : Tolérances des germes recherché dans le sucre liquide

Les germes	Mésophiles	Levures	Moisissure
Tolérance	200 germes dans 1ml	25 germes dans 1ml	25 germes dans 1ml

Annexe II

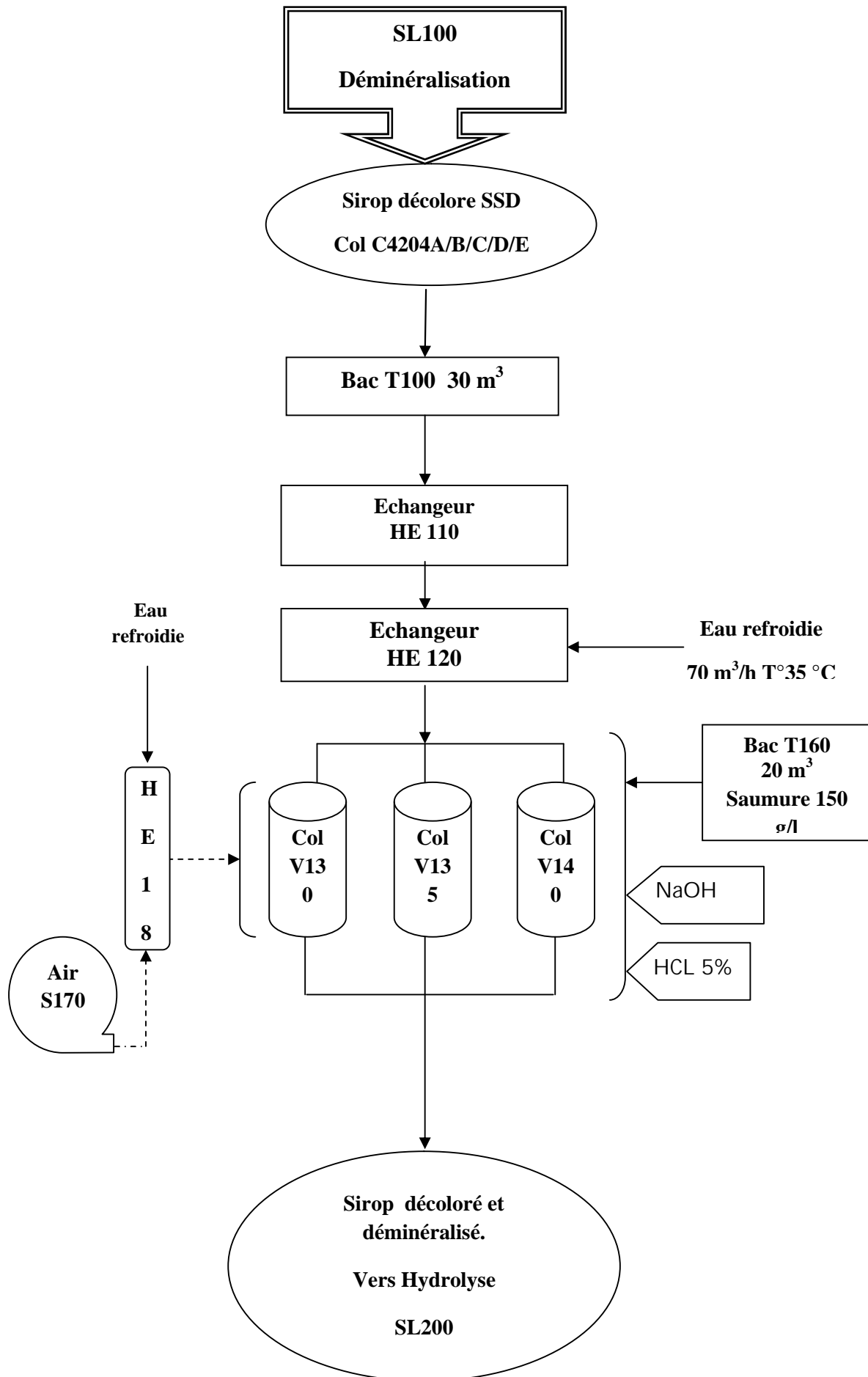


Figure 26 : Schéma synoptique de l'unité sucre liquide SL100 (déméralisation)

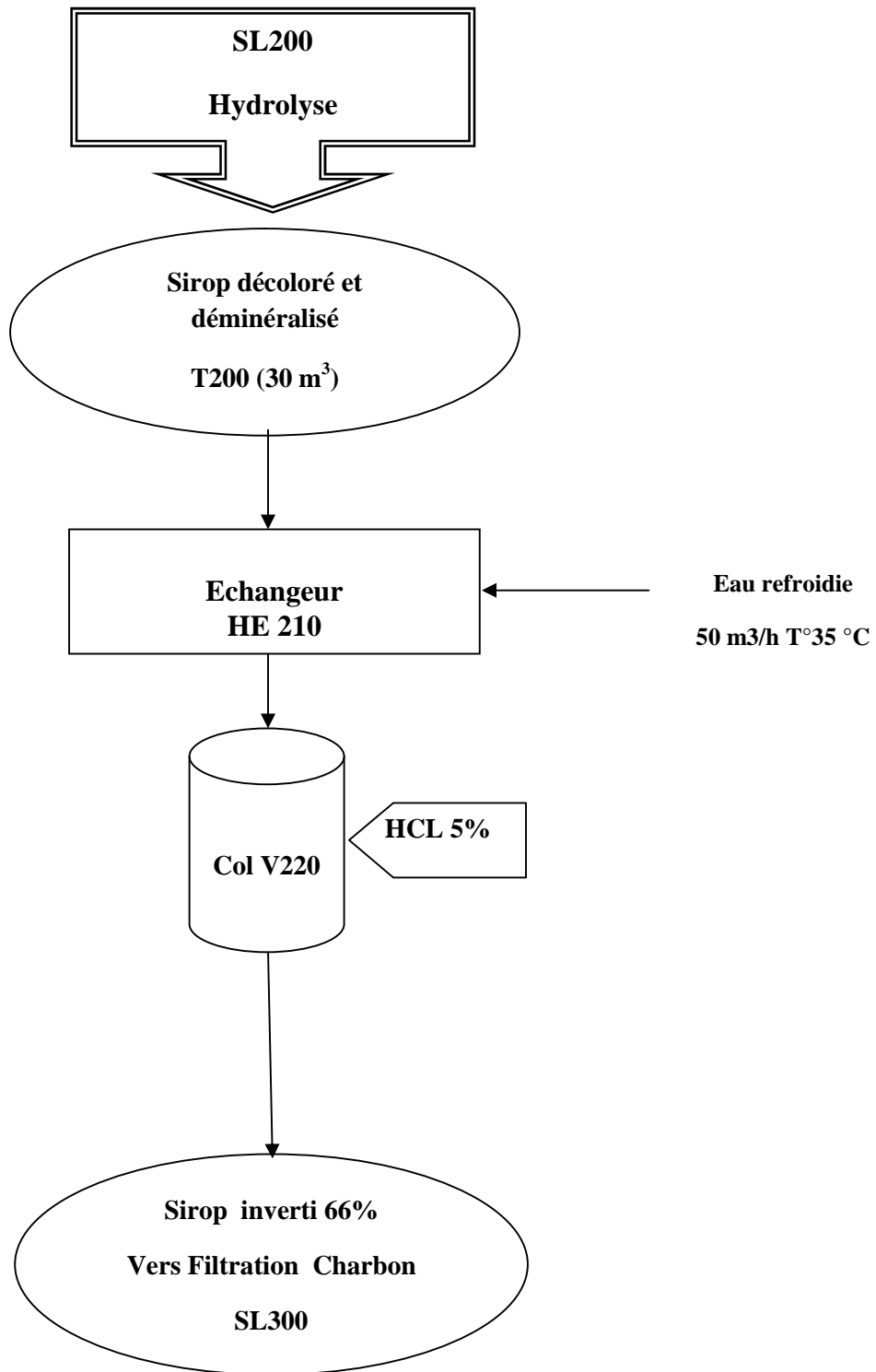


Figure 27 : Schéma synoptique de l'unité de sucre liquide SL200 (Hydrolyse)

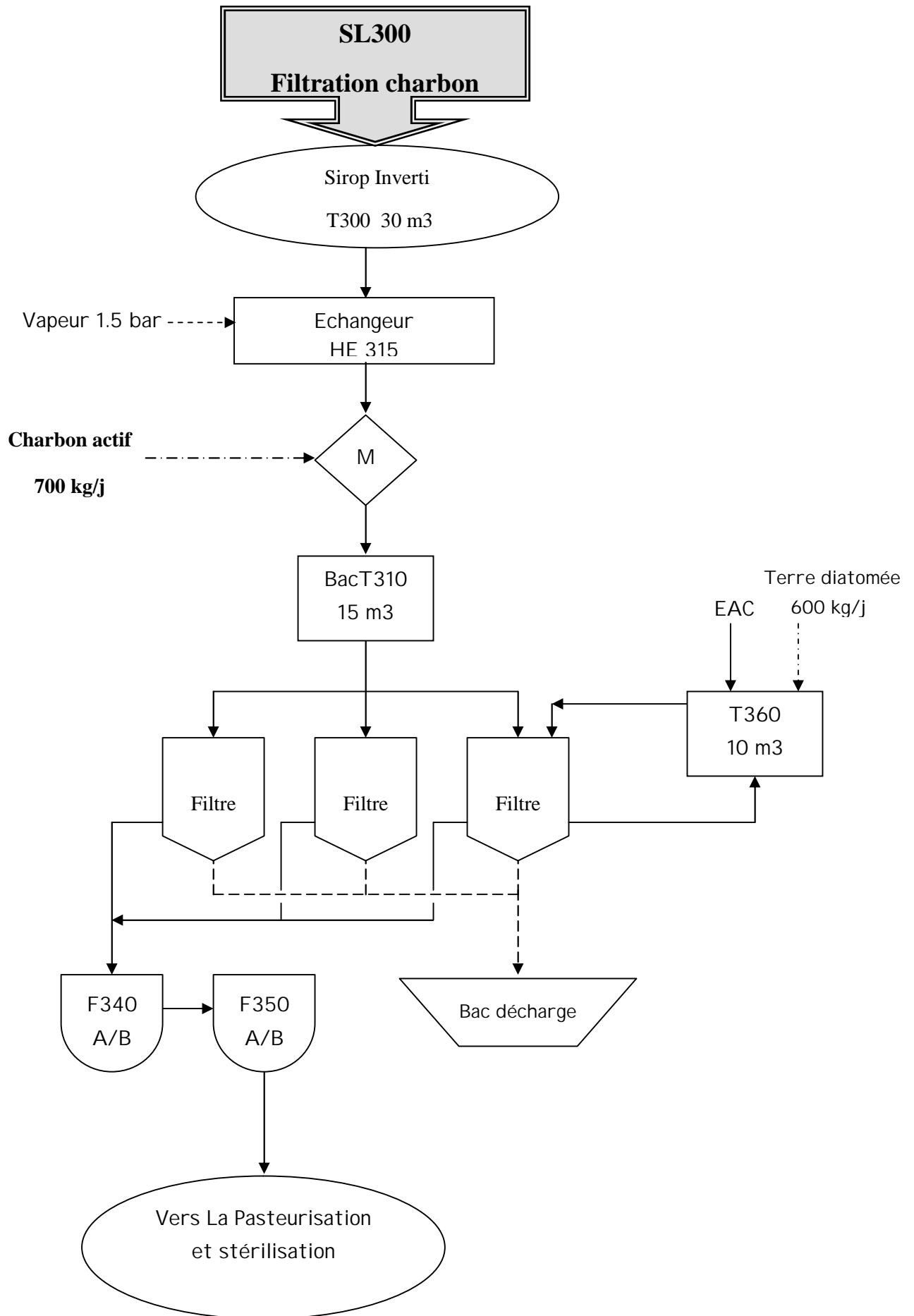


Figure 28 : Schéma synoptique de l'unité sucre liquide SL300

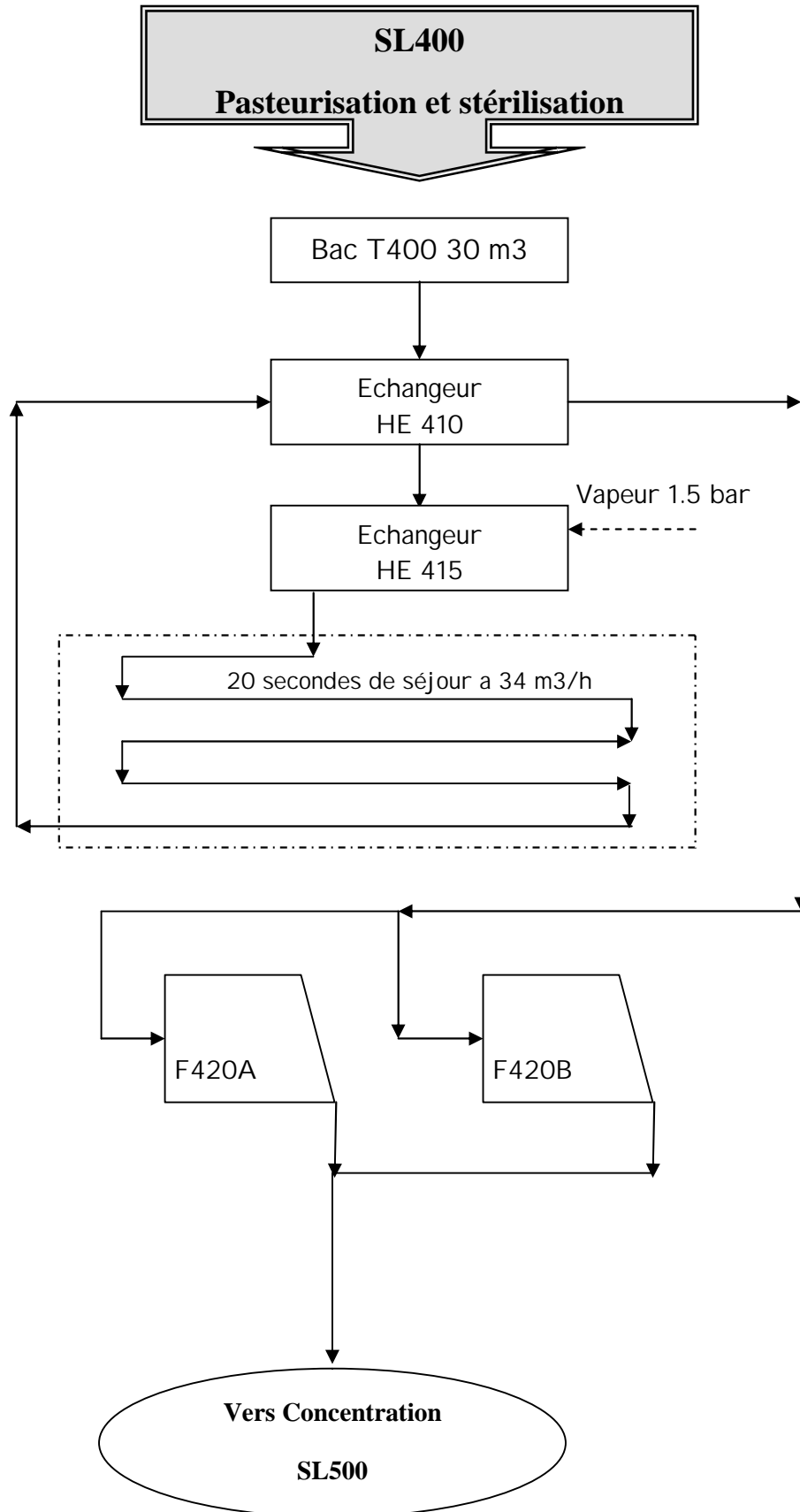


Figure 29 : Schéma synoptique de l'unité sucre liquide SL400

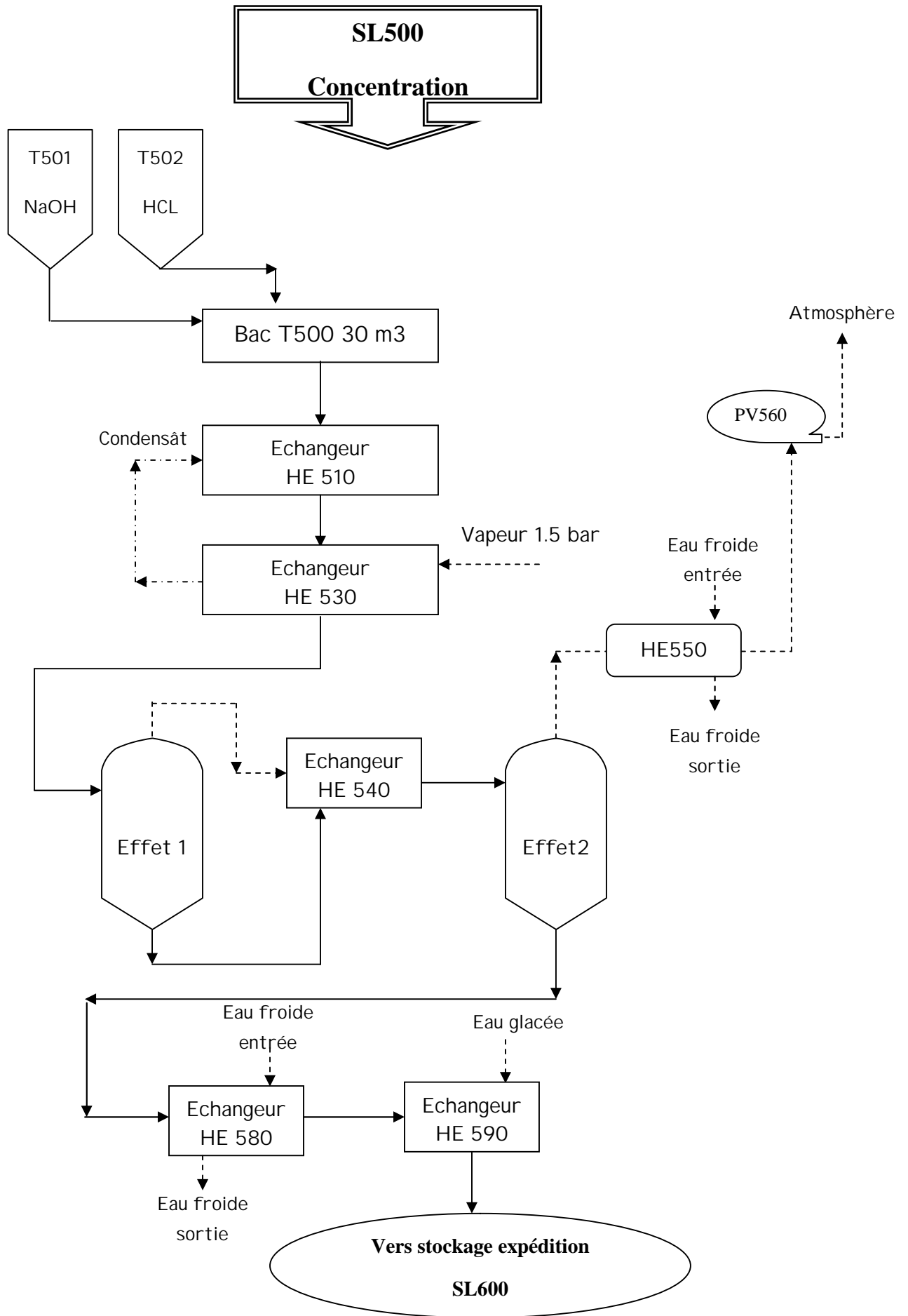


Figure 30 : Schéma synoptique de l'unité de sucre liquide SL500

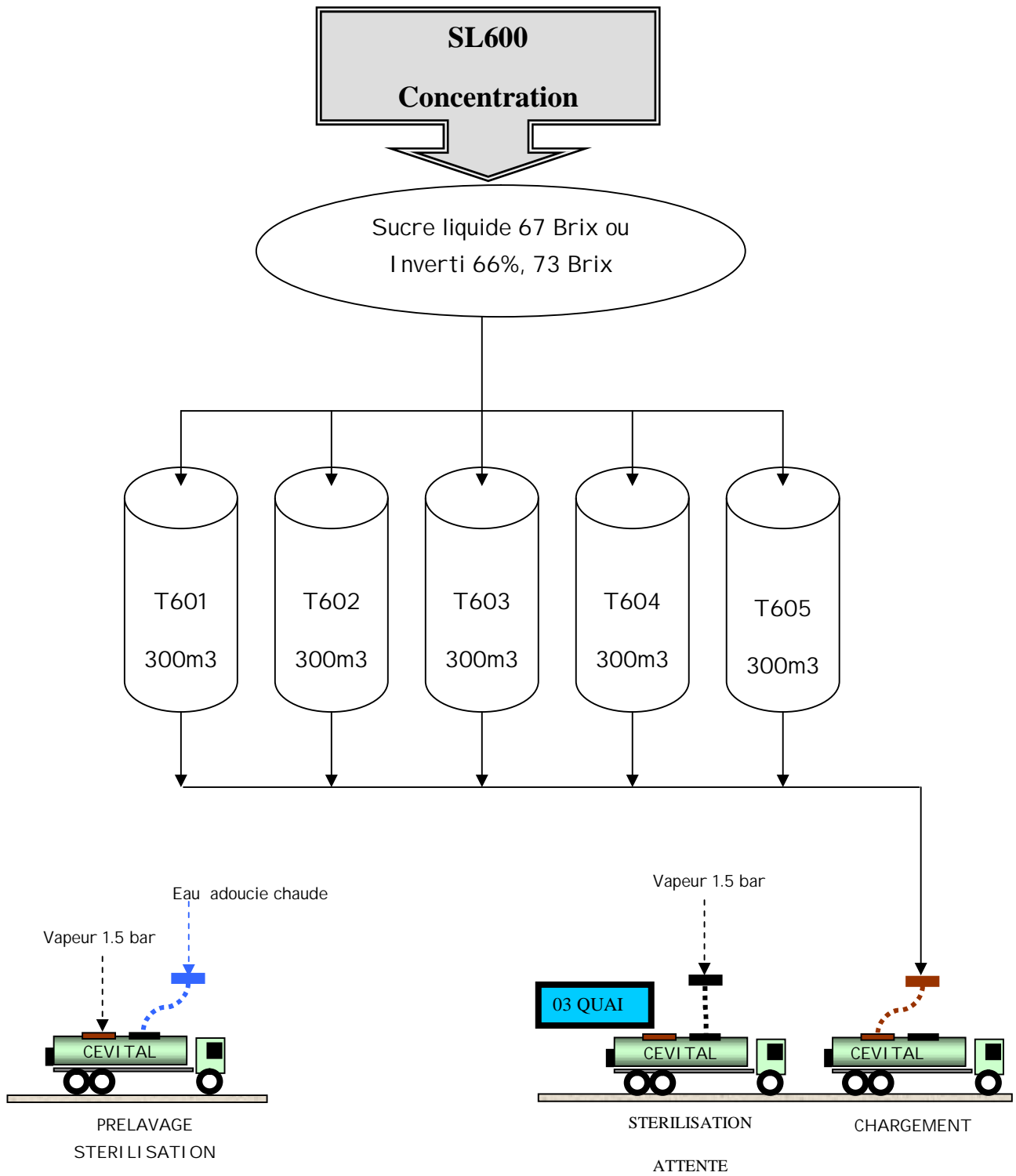


Figure 31 : Schéma synoptique de l'unité de sucre liquide SL600

SL1000
Réactifs

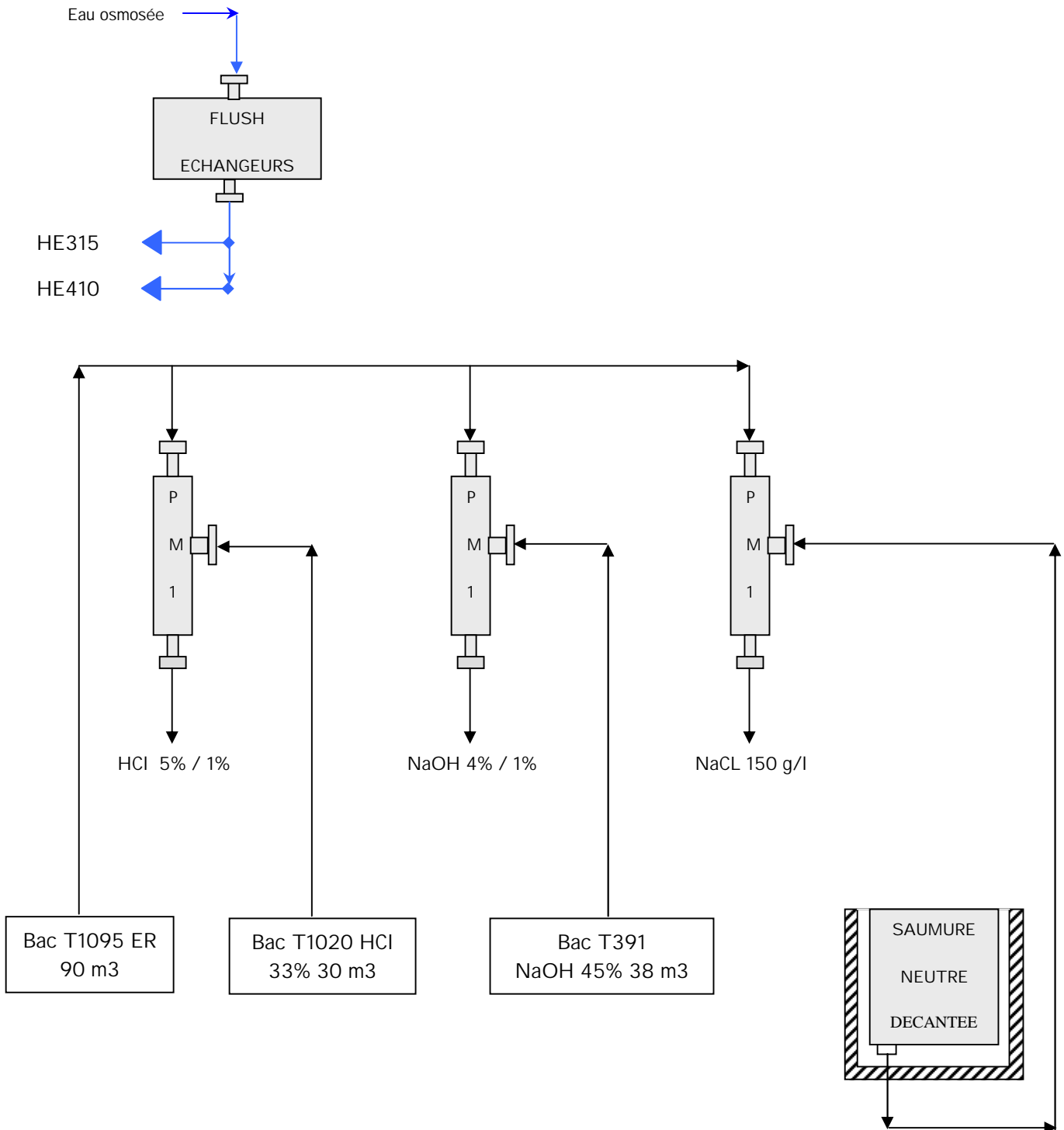


Figure 32 : Schéma synoptique de l'unité sucre liquide SL1000

Résumé :

Le sucre figure parmi les denrées alimentaires majeures sur le plan du commerce international. La sucrochimie s'intéresse depuis fort longtemps à valoriser la production essentielle de la filière « canne à sucre » : le saccharose. Le process technologique de transformation vise à extraire cette matière par diverses étapes distinctes et successives.

La fabrication de sucre liquide (saccharose et inverti) est nouvelle technologie industrielle introduite dans notre pays par l'organisme industrielle Cevital.

A l'échelle industrielle, un suivi de cette matière est assuré tout au long de la chaîne de production par le biais des méthodes d'analyse recommandées à cet effet. Ainsi, l'industrie sucrière propose une large panoplie de produits qui ne cessent d'inonder nos marchés et trouvent des applications dans divers secteurs : confiserie, viennoiserie, pâtisserie, conserves et bien d'autres secteurs de l'alimentation humaine.

Mots clés : saccharose, hydrolyse, sucre liquide inverti, inversion, technologie de fabrication

