

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du diplôme MASTER

## Thème

# Analyse physico-chimique et microbiologique de la mélasse au niveau de Cevital.

Présenté par : Moussaoui Yacine

Khaldi Mebarka

Soutenu le : 27/06/2023 soutenue le :27/06/2023

Devant le jury composé de :

Mme Salmi Adouda

MCA

Présidente

Mme BOUCHERBA Nawal

Pr

promotrice

Mme Azzouz Zahra

MCB

examinatrice

Années universitaire : 2022/2023

## **Remerciement**

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce travail.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements à tous nos professeurs qui ont contribué à notre formation.

Nos sincères remerciements sont adressés à notre chère promotrice, **Mme Boucherba**, qui a mis toutes ces compétences à notre disposition, pour ces directives et Conseils judicieux durant la réalisation de notre mémoire qui n'aurait pas été possible sans son intervention.

Nous remercions les membres du jury **Mme Salmi, MmeAzzouz** d'avoir accepté de juger notre travail.

Nous remercions également tous les membres de laboratoire physico chimiques du complexe **Cevital** qui nous ont aidés à réaliser ce travail.

Nos derniers remerciements et ce ne sont pas les moindres, vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour l'aboutissement de ce travail.

**Yacine et Mebarka**

## **Dédicaces**

C'est avec un énorme plaisir, un cœur ouvert et une immense joie que je dédie ce travail à ma chère **Mère** et mon cher **Père** qui m'ont soutenu tout au long de ma vie, à mes très chers frères, à mes chères sœurs.

A mon amie **GUENDOUL Khaled** qui n'a pas cessé de m'encourager tout au long de l'élaboration de ce travail.

Je vous remercie du fond du cœur.

*Je vous dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, santé et de réussite.*

***Yacine***

## **Dédicaces**

C'est avec un grand plaisir et joie que je dédie ce travail à mes parents qui m'ont soutenu tout au long de ma vie, à mes très chers frères Raouf et ateh , à mes chères sœurs Nacera ,salima ,chafia ,ouassila et leurs maries ,Louanas Yacine ,Walid, Nabil et mes nièces et neveux .

Je vous remercie du fond du cœur.

## Liste des abréviations

- **ICUMSA** : International Commission for Uniforme Methods of Sugar Analysis.
- **ISO** : International Organization for Standardization.
- **pH** : potentiel Hydrogène.
- **OGA** : Oxytétracycline Glucose Agar.
- **PCA** : Plat Count Agar.
- **VF** : Bouillon Viande-Fois.
- **MCL** : Mac Kleisky.
- **LM** : Levures et Moisissures.
- **GA** : Germes Aérobie.
- **GAC** : Germes Acidifiants.
- **ASR** : Clostridium sulfito- réducteurs.
- **SNFS** : Syndicat National des Fabricants de Sucre de France.

- **nm** : Unité de longueur, nanomètre.
- **OM** : Dimension moyenne des cristaux (ouverture moyenne).
- **SPA** : Société Par Action

## **Liste des tableaux**

**Tableau I :** composition moyenne de la canne à sucre.

**Tableau II :** composition moyenne de la betterave sucrière.

**Tableau III :** composition moyenne de la mélasse.

**Tableau IV :** Flore microbienne de la mélasse.

**Tableau V :** Germes recherchés et la composition de milieu de culture.

**Tableau VI :** caractéristiques physico-chimiques de mélasse et normes de CEVITAL

**Tableau VII :** mesure de l'absorbance en fonction de la température.

**Tableau VIII :** composition de la mélasse en sucre.

## Liste des figures

**Figure N° 01** : Schéma du procédé de raffinage du sucre roux.

**Figure N°** : Organigramme général de CEVITAL.

**Figure N° 03** : Évolution du pourcentage de Brix en fonction des jours.

**Figure N° 04** : Evaluation des résultats de polarisation en fonction des jours.

**Figure N° 05** : Évolution de la pureté en fonction des jours

**Figure N° 06** : évolution de la couleur en fonction des jours

**Figure N° 07** : Évolution du pH en fonction des jours



## Table de matière

Liste des abréviations.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Introduction ..... 1

### Chapitre I : Partie théorique

I. Généralité sur la canne à sucre ..... 2

I.1. Betterave sucrière.....3

I.2.1. Définition et type ..... 4

I.2.1.1. Mélasse de canne à sucre ..... 4

I.2.1.2. Mélasse de betterave sucrière ..... 4

I.2.1.3. Mélasse de raffinerie ..... 4

I.2.2. Composition de mélasse ..... 5

I.2.3. Caractéristiques physico-chimiques ..... 6

I.2.4. Qualités microbiologiques ..... 7

I . 1 Le processus de raffinage du Sucre et production de la mélasse (process de CEVITAL)

I.3.1. Affinage ..... 8

I.3.2. Refonte ..... 8

I.3.3. Carbonatation ..... 9

I.3.4. Filtration ..... 10

I.3.5. Décoloration ..... 11

## Sommaire

---

I.3.6. Concentration .....	11
I.3.6.1. Cristallisation .....	11
I.3.6.2. Cristallisation des hauts produits (HP) .....	11
I.3.6.3. Cristallisation des bas produits (BP) .....	11
I.3.7. Séchage et maturation .....	12
I.3.8. Stockage et conditionnement .....	13

## Partie pratique

### Chapitre II : Matériel et Méthode

Introduction .....	19
I.1 Analyses physico-chimiques de la mélasse .....	20
I.1.2. Prélèvement.....	20
I.1.3. Brix .....	21
I.1.4. Polarisation .....	22
I.1.5. Pureté .....	22
I.1.6. Estimation de la couleur.....	23
I.1.7. Densité .....	23
I.1.8. pH .....	23
I.1.9. Détermination de composition en sucres de mélasse .....	24
I.2 Analyse microbiologique .....	25
I.2.1. Prélèvements et échantillonnages .....	25
I.2.1. Analyse .....	26

# Sommaire

---

I.2.2. Préparation des milieux du culture .....	21
I.2.3. Recherche des germes .....	22
I.2.3.1. Recherche des levures et moisissures .....	22
I.2.3.2. Recherche des germes totaux.....	22
I.2.3.3. Recherche des germe acidifiants .....	22
I.2.3.4. Recherche et des Anaérobies sulfito-réducteur.....	22

## **Chapitre III : résultats et discussions**

II.1 Analyses physico-chimiques .....	23
II.1.1. Taux de Brix .....	23
II.1.2. Polarisation .....	24
II.1.3. Pureté .....	24
II.1.4. Estimation de la couleur .....	25
II.1.5. Absorbance .....	25
II.1.6. pH .....	25
II.1.7. Composition en sucres de mélasse .....	26
II.2 Analyses microbiologiques.....	27
II.2.1. Flore totale aérobie mésophiles (FTAM) .....	27
II.2.2. Coliformes fécaux et Coliformes.....	27
II.2.3. Clostridium Solfito-réducteurs .....	27
II.2.4. Levures et moisissure .....	27
<b>Conclusion.....</b>	<b>28</b>
<b>Résumé .....</b>	<b>28</b>

## **Références bibliographiques**

# Introduction Générale

---

## Introduction

L'industrie du sucre est considérée comme un secteur mûr reposant sur les principes de base développés au XIX<sup>ème</sup> siècle. Cette industrie éprouve des changements, y compris des développements technologiques. L'économie d'énergie a toujours été un point clé dans l'avancement de la technologie (**Arzate, 2005**)

Le raffinage des sucres produit environ 15 tonnes de mélasse par jour, soit 5400 tonnes par an. Le tonnage moyen commercialisées est d'environ 450 tonne par mois. CEVITAL exporte 5800 tonnes de mélasse tous les trois mois, une autonomie de stockage de 7000 tonnes. Le raffinage des sucres roux est une nouvelle technologie introduite en 2002 par le complexe agroalimentaire CEVITAL. La confection du sucre blanc repose sur des principes physico-chimiques et microbiologiques de cristallisation de saccharose qui demeurent encore aujourd'hui obscure. Il est absolument nécessaire de caractériser les effets des paramètres de fabrication tout au long du processus de cristallisation pour contrôler la qualité du produit fini destiné au consommateur. Il est également important de valoriser les coproduits de cette industrie comme la mélasse.

Le complexe agroalimentaire CEVITAL assure la production d'une mélasse dont la pureté est conforme à la réglementation ainsi aux concurrences nationales et internationales tout en appliquant les normes ISO9001 et ISO2200 (**Curtin, 1983**).

C'est dans ce cadre que nous avons réalisé un travail que nous avons structuré comme suit : une partie bibliographique sur la technologie sucrière de canne et généralités sur la mélasse et une partie pratique concernant l'analyse physicochimique et microbiologique de la mélasse de canne coproduit de la raffinerie de sucre du groupe CEVITAL pour étudier cette problématique quelles sont les analyses physicochimique et microbiologiques possibles de la mélasse

## I. Généralité sur la canne à sucre

La mélasse de canne est une graminée, Elle est connue depuis la préhistoire, elle est originaire de Nouvelle-Guinée. Sa culture s'est progressivement étendue aux îles avoisinantes, puis a gagné l'Inde et la Chine. L'extraction de sucre de canne est attestée en Chine environ six siècles avant Jésus-Christ. La production de sucre existait en Inde 3000 ans avant Jésus Christ. C'est l'expédition d'Alexandre le Grand jusqu'à l'Inde aux alentours de -325 ans avant Jésus-Christ qui la fit connaître la première fois aux Européens **(Debibakas, 2012)**.

Aux XVII<sup>e</sup> le commerce du sucre prenant une importance considérable et le prix commençait à baisser, tendance qui se confirme au XVIII<sup>e</sup> siècle. A cette époque le raffinage du sucre brut importé de l'Amérique commençait à se développer dans les ports européens **(Multon, 1992)**.

Au départ de la fabrication du sucre, on trouve la matière première agricole la canne à sucre ou la betterave. Malgré le développement de la culture de betterave, la canne à sucre reste un des produits agricoles les plus cultivée dans le monde **(Arzate, 2005)**

La canne à sucre « *Saccharum officinarum* » est une plante de la famille des poacées, principalement cultivée dans les régions tropicales et subtropicales . La canne à sucre est une plante facile à cultiver car elle s'adapte à des conditions très variées **(Debibakas, 2012)**.

La plupart du temps, la récolte de la canne se fait à la main, l'utilisations de la coupeuse mécanique n'est possible que sur champ épierrés. La canne est coupée au ras sol car sa partie inférieure est la plus riche en jus sucré. Son sommet appelé « bout blanc » est laissé au champ, il servira d'aliment pour le bétail **(Arzate, 2005)**

Le cycle de culture de la canne comprend : la plantation, la levée, le tallage, la croissance, la floraison, la maturation et la récolte **(Carine, 2008)**.

La composition moyenne de la canne à sucre est présentée. Selon l'état de maturité de la plante, la teneur en fibre peut varier de 10 % à 18 %, la quantité d'eau de 70 % à 77 % et le saccharose de 12 % à 16 % **(Arzate, 2005)**.

**Tableau I** : la composition moyenne de la canne à sucre (Arzate, 2005).

COMPOSANT	TENEUR (%)
<b>Eau</b>	70 %
<b>Fibres ligneuses</b>	14 %
<b>Saccharose</b>	14 %
<b>Impuretés</b>	2 %
<b>Total</b>	100 %

### I.1. Betterave sucrière

La filière européenne de betterave sucrière est régie depuis 1968 par une organisation commune de marché (OCM) spécifique (Desbois et al., 2007). Il fit remarquer que grâce à une pléiade de chercheurs dans le domaine de la chimie, la physique, l'agriculture et d'autres branches de la science, la fabrication du sucre de betteraves connaissait un développement prodigieux (Hendrik et al., 2008).

La betterave sucrière est une plante gourmande en azote. Il peut donc être intéressant d'enrichir le sol avec du compost ou du fumier. A l'automne précédant le semis, un bêchage en profondeur s'impose pour permettre le développement futur des racines.(cultiver-jardinier, 2008).

La betterave sucrière « Beta vulgaris » appartient, comme les épinards, à la famille des « chénopodiacées », préfère un climat tempéré, des terres riches, profondes et humides (Arzate, 2005)

La betterave sucrière est composée de : 76% d'eau, 15 à 18% de saccharose, 4 à 5% de pulpe, 2 à 3% de non sucre (Decloux, 2003).

**Tableau II** : représentela composition moyenne de la betterave sucrière(Decloux, 2003).

Composant	Teneur (%)
<b>Eau</b>	76
<b>Saccharose</b>	15 à 18
<b>Pulpe</b>	4 à 5
<b>Non sucre</b>	2 à 3

## **I.2. Mélasse**

### **I.2.1. Définition et type**

La mélasse désigne le principal co-produit de préparation du sucre cristallisé à partir de la betterave sucrière, canne à sucre ou de raffinerie. La mélasse se présente sous forme d'un résidu sirupeux, pâteux, visqueux, de coloration brun noirâtre, incristallisable, obtenu après le turbinage de la masse cuite du 3ème jet. (clément, 1978)

#### **I.2.1.1. Mélasse de canne à sucre**

C'est le co-produit de fabrication ou de raffinage du sucre à partir de la canne à sucre. Sa teneur en sucre totaux est supérieure à 46%. Elle présente une humidité de 27% et une teneur en matière sèche supérieure à 79,5°Brix. Son pH varie entre 5 et 6 (Larpent, 1985)

#### **I.2.1.2. Mélasse de betterave sucrière**

C'est le co-produit de fabrication ou de raffinage du sucre de la betterave sucrière. Sa teneur en sucres totaux est supérieure à 48%, et sa densité est supérieure à 79°Brix, et son pH varie entre 5 et 6 (Curtin, 1983)

#### **I.2.1.3. Mélasse de raffinerie**

Est une industrie complémentaire de la sucrerie. Elle traite le sucre roux de canne, quelques sucres de 2ème et 3ème jet de betterave. (clément, 1978). Où la teneur en sucre totaux est comprise entre 50 et 58 %, le pH varie entre 5 et 6.

## **I.2.2. Composition de mélasse**

La composition exacte de la mélasse est difficile à prévoir. Cette dernière est influencée par le sol, les conditions climatiques, la variété et la maturation de la canne à sucre et la betterave, les conditions du processus de fabrication et les variables de stockage (Curtin, 1983).

La mélasse contient 35 % de saccharose, des sucres réducteurs et d'autre produit comme des minéraux et des vitamines. Elle est produite à raison de 30 kg/tonne de canne soit 3% de la matière première. Une bonne partie de la mélasse produit par les sucreries est utilisée pour

la production du rhum industriel. Une autre fraction est destinée ver l'alimentation animale (Houda, 2008).

**Tableau III** :représente la composition moyenne de la mélasse (Tables INRA 2007)

<b>Matière sèche</b>	<b>74</b>	<b>%</b>	<b>Calcium</b>	10,1	g / kg MS
Matière minérale	14	% MS	<b>Phosphore</b>	0,8	g / kg MS
<b>Matière azotée totale</b>	<b>5,5</b>	<b>% MS</b>	<b>Magnésium</b>	4,5	g / kg MS
Matière grasse	1,5	% MS	<b>Potassium</b>	50,7	g / kg MS
<b>Cellulose brute</b>	<b>0</b>	<b>% MS</b>	<b>Méthionine</b>	0,1	g / kg MS
NDF	0	g / kg MS	<b>Lysine</b>	0,2	g / kg MS
ADF	0	g / kg MS			
<b>Sucres</b>	<b>64</b>	<b>% MS</b>			

### I.2.3. Caractéristiques physico-chimiques

La mélasse contient des bulles d'air, le volume d'air est d'ordre de 15% de volume de la mélasse et plus élevé que la mélasse est manipulée et aussi que la mélasse est visqueuse (Kulkarni, 1996 et Hugot, 1987).

Le saccharose est très soluble dans l'eau, dans l'alcool et autres solvants polaires. Il est généralement insoluble dans le benzène et d'autres solvants organiques apolaires. La solubilité du saccharose en solution aqueuse pure est définie comme étant l'état d'équilibre entre la solution (liquide) et le cristal (solide) (Mathlouthi et al., 2004).

La viscosité de la mélasse augmente rapidement lorsque sa température diminue. La viscosité augmente aussi avec le Brix et aussi avec la proportion d'air emprisonnée sous forme des fines bulles dans la mélasse (Bernard et al, 1991 et Hugot, 1987).

Une autre propriété importante du saccharose est sa capacité d'hydratation. Cette caractéristique affecte l'activité de l'eau ( $A_w$ ) de la solution ou du produit dans lequel le saccharose est présent (Technomitron, 2021).

La pureté de la mélasse est le rapport exprimé en pourcentage (%) entre le taux de sucre et la matière sèche (Brix) (Larpent, 1985)

Lorsqu'on chauffe une solution, l'eau (E) s'évapore et lorsqu'elle est totalement évaporée, il reste les matières sèches (MS). Une solution est donc composée de matières sèches et d'eau (AFISUC, 2002).



### I.2.4. Qualités microbiologiques

La qualité microbiologie de denrée alimentaires est très important afin de vérifier si l'aliment ne contienne pas de micro-organisme (bactéries, levures et moisissures). Les rapports concernant les germes et l'ampleur de la flore microbienne dans la mélasse sont tout à fait divergents.

La mélasse contient 29 à 500 millions de germes par gramme, alors que la mélasse de betterave contient environ 10.000 à 5 millions de microorganismes par gramme. Le développement des microorganismes est relié à la perte de sucre et de matériaux azotés organiques et à la production de divers métabolites peu désirés. L'invertase des levures a donné une augmentation de la teneur en sucre inverti de la mélasse, avec une perte environ de 4 % du sucre présent(Olbrich H, 2006).

Cette qualité est déterminée selon un plan d'échantillonnages suivant :

- Plan d'échantillonnage à 2 classes
- Plan d'échantillonnage à 3 classes

Dans un plan d'échantillonnage à deux classes, les échantillons analysés sont divisés en deux catégories: satisfaisant et insatisfaisant qui sont basées sur une valeur limite « m ».

**Tableau IV** :représente la flore microbienne de la mélasse (Anonyme 2,2011).

La flore microbienne	Critère microbiologique
<b>Flore Aérobie Mésophile</b>	< 500 000
<b>Coliforme totaux</b>	<10 000
<b>Levures et moisissure</b>	< 5000

## I.3. Le processus de raffinage du Sucre et production de la mélasse (process de CEVITAL).

### I.3.1. Affinage

C'est une opération qui consiste à un malaxage de sucre roux avec un sirop chaud légèrement sous saturé donnant un produit appelé magma d'affinage d'un degré Brix variant de 80% à 85% (**Decloux et al., 1999**).

### **I.3.2. Refonte**

Le magma passe dans des turbines d'affinage pour être débarrassé des impureté et colorant sur la surface des cristaux puis refondu dans un fondoir avec de l'eau chaud à 50°C pour obtenir un sirop de refonte (**Rachedi, 2002**).

### **I.3.3. Carbonatation**

La carbonatation est un procédé chimique permettant de décolorer le sirop de la refonte du sucre brut affiné. Ce procédé consiste à additionner au sirop de refonte le lait de chaux préparé puis introduire le CO<sub>2</sub> provenant des chaudières à vapeur, à faire barboter dans ce mélange. Sous l'action du CO<sub>2</sub> la chaux se transforme en carbonate insoluble qui piège les impuretés contenues dans le sirop de refonte (**MANUEL CEVITAL, 2008**).

### **I.3.4. Filtration**

Cette étape a pour but d'enlever la suspension de carbonate de calcium résiduelle dans le sirop issu de la carbonatation par une filtration sur des filtres autonettoyants à bougies en toile. Le sirop filtré est envoyé vers la décoloration, la boue résultante passera par un filtrepresse pour récupérer le sucre résiduel, sous forme de petit jus (**MANUEL CEVITAL, 2008**).

### **I.3.5. Décoloration**

Le procédé de décoloration proprement dit n'a pas pour seul objectif de faire disparaître la coloration mais surtout d'éliminer les molécules colorables ou précurseurs de colorants (**Punidades, 1990**).

C'est une section très importante qui permet de décolorer le sirop filtré par l'intermédiaire d'une résine échangeuse d'ions (anions). Les résines échangeuses d'ions sont régénérées après saturation par le passage de saumure (**MANUEL CEVITAL, 2008**).

En effet, les résines échangeuses d'ions possèdent, outre leurs propriétés d'échange d'ions, de très bonnes propriétés d'adsorption. Les résines anioniques fortement basique se relèvent plus efficaces sur le sirop de canne (**Lameloise et Decloux, 2007**).

La couleur du sirop qui est de l'ordre de 1000 ICUMSA sera ramenée jusqu'à 200 voire 100 ICUMSA après la décoloration (**Theoleyere et al., 1999 ; Lameloise et Decloux, 2007**).

### **I.3.6. Concentration**

Consiste à ramener la concentration du sirop décoloré à un Brix de 70% par l'évaporation d'une certaine quantité d'eau introduite par les opérations précédentes. Cette opération facilitera la cristallisation du sucre. Le sirop initialement à environ 58% de Brix se retrouve à la sortie du concentrateur à un Brix de 72%. Elle est la partie la plus subtile du processus de fabrication. A la fin de l'évaporation, le sirop de sucre se caractérise par un taux de pureté de 93% (**Mathlouthi et al., 2004**).

#### **I.3.6.1. Cristallisation**

La cristallisation est une opération physique où le sirop concentré est introduit dans des cuites pour sa cristallisation. Cette dernière est généralement effectuée en trois étapes appelées jets. Chaque jet comprend lui-même trois étapes principales : cuisson, malaxage et essorage. On obtient le sucre de premier jet. Le sirop épuisé est malaxé et turbiné à nouveau pour obtenir le sucre de deuxième jet. Le sirop est encore malaxé et turbiné une deuxième fois pour l'obtention du sucre de troisième jet et de la mélasse (**MANUEL CEVITAL, 2008**).

#### **I.3.6.2. Cristallisation des hauts produits (HP)**

La cristallisation du saccharose se fait selon une chronologie, qui met en jeu deux facteurs : la couleur du sucre et sa pureté c'est selon ces derniers paramètres qu'on détermine le nombre de jets qu'on doit avoir. Le cas récurrent le plus souvent est la cristallisation à trois jets (**Romain et al., 2007**).

#### **I.3.6.3. La cristallisation des bas produits (BP)**

La cristallisation des bas produits s'alimente des issues de la cristallisation des hauts produits, généralement des égouts 3. Figure 2 représente le cycle de cristallisation des produits (**Romain et al., 2007**). Elle aboutit à « un sucre A » qui est acheminé avec des

quantités modérées vers le fondoir (recyclage), et une mélasse qui est une matière première utilisée dans plusieurs secteurs agroalimentaires (**Romain et al., 2007**).

## **II.8. Séchage et maturation**

Le but de séchage est de réduire le taux d'humidité du sucre cristallisé à une valeur permettant une bonne conservation et la prise en masse (**Claus, 1937**).

Le temps de maturation du sucre est de 48 h. Un air conditionné circule à l'intérieur des silos, dans le but de maintenir le sucre dans de bonnes conditions de température et d'humidité, et pour que le sucre soit fluide au moment de la vidange des silos (**MANUEL CEVITAL, 2008**).

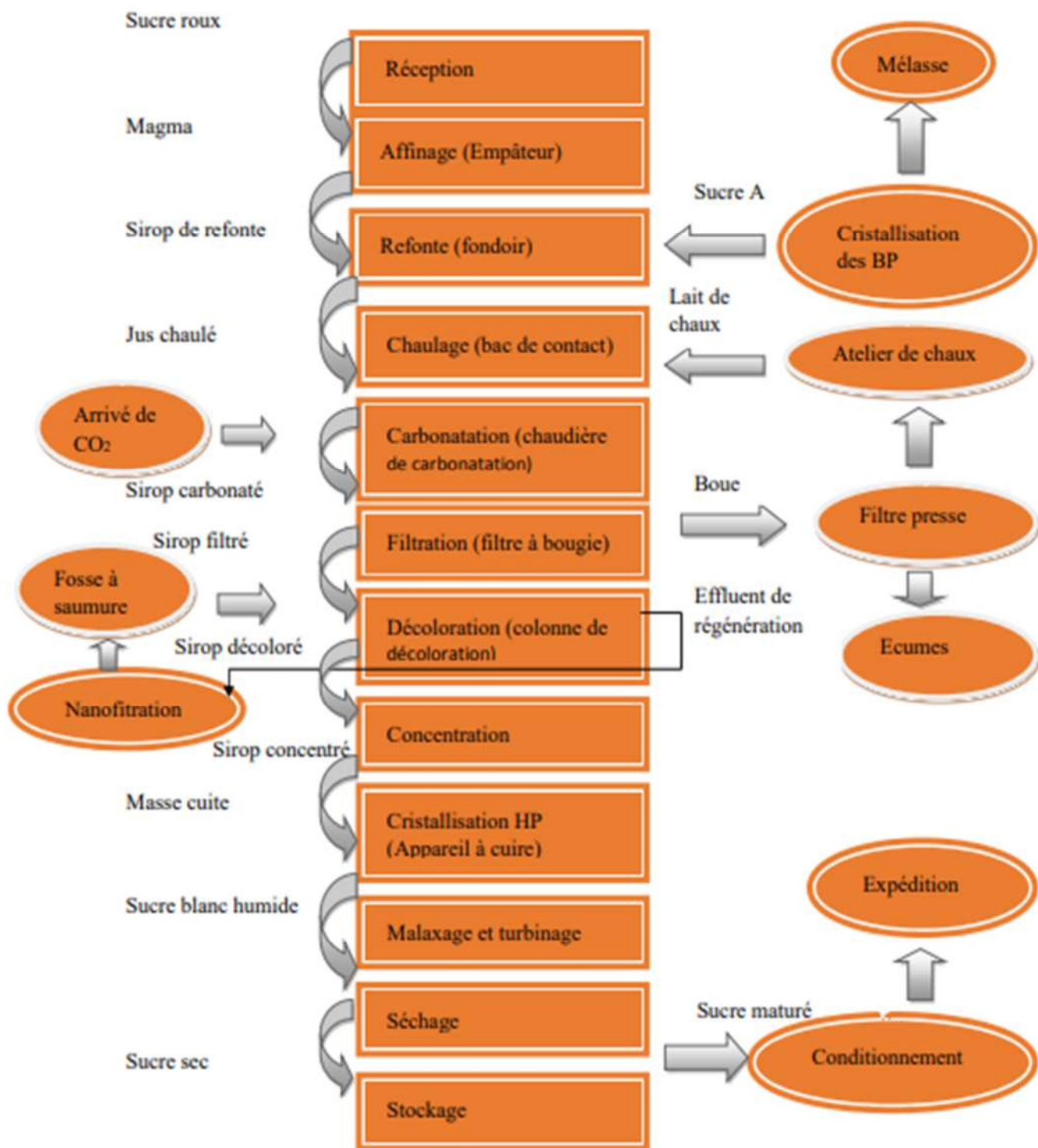
## **II.9. Stockage et conditionnement**

Le but est d'assurer la maturation du sucre avec de l'air conditionné qui élimine l'humidité résiduelle contenue dans les cristaux de sucre. Il est important que la couche de sucre soit bien ventilée par air pouvant entraîner l'excès d'humidité par contre cet air ne doit pas être trop sec. Le sucre est ensuite stocké dans des silos dont l'air est conditionné en température et humidité afin d'éviter la prise en masse (maturation) (**Burzawa, 1994**).

Le sucre tamisé est dirigé vers l'atelier d'ensachage ou vers les silos de stockage où il est conservé en vrac. Au niveau de la raffinerie de CEVITAL, il y a quatre silos de stockage d'une capacité de 3200 tonnes chacun (**MANUEL CEVITAL, 2008**).

Le conditionnement du sucre en morceaux est le résultat d'une succession d'étapes :

- Humidification du sucre à 2 % avec de l'eau chaude ou de la vapeur d'eau ;
  - Moulage des morceaux ;
  - Séchage des morceaux jusqu'à 0,3% d'humidité (pendant 20min à 70 C) ; sur un tapis
- Conditionnement en boîtes (**MANUEL CEVITAL, 2008**).



**Figure N°01 :** schéma du procédé de raffinage du sucre roux (MANNUEL CEVITAL ,2008).

---

## Partie pratique

### Introduction

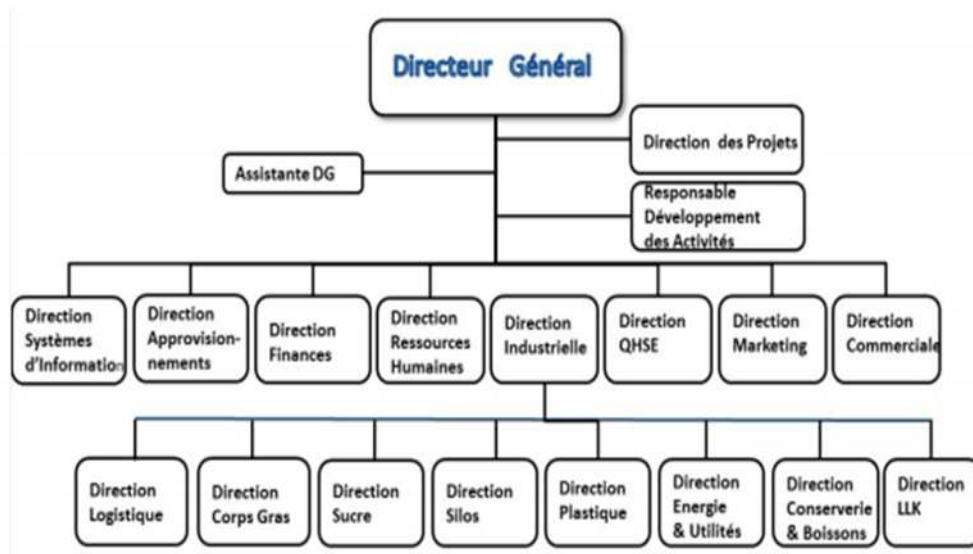
Cevital est une filiale Agro-industrie du Groupe Cevital, créée en 1998. Implantée au sein du port de Bejaia, Cevital dispose de plusieurs unités de production :

1. Deux raffineries de sucre.
2. Une unité de sucre liquide.
3. Une raffinerie d'huile.
4. Une margarinerie.
5. Une unité de conditionnement d'eau minérale.
6. Une unité de fabrication et de conditionnement de boisson rafraichissante et une conserverie.
7. Une unité de trituration de l'huile.

Elle possède également plusieurs silos portuaires ainsi qu'un terminal de déchargement portuaire d'une capacité de 2000 tonnes/heure. De plus elle exporte ses produits dans plusieurs pays, notamment en : Europe, au Maghreb, au Moyen Orient et en Afrique de l'Ouest. Elle compte parmi ses clients de grandes marques mondiales d'agro-business, tel que : Coca Cola, Kraft Food, Danone... Cevital est le plus grand complexe privé en Algérie et le leader en Afrique et dans le bassin méditerranéen dans l'industrie du sucre et l'huile végétale.

L'organigramme général de Cevital est donné dans ci-dessous :

Figures N° 01: Organigramme général de Cevital(MANUEL CEVITAL, 2008).



**QHSE** : Environnement, Hygiènes, Sécurité

**LLK** : Lala Khadîdja

**DG** : Direction général

## I.1. Analyses physicochimiques de la mélasse

Le matériel utilisé pour les analyses physico-chimiques au niveau de complexe Cevital est :

- Réfractomètre (RFM340)
- Diluteur automatique mené d'une balance de précision (REICCULAB)
- Polarimètre (POLASER-S)
- Agitateur Rotateste (SM-30 CONTROL)
- Etuve (Memmert 500)
- pH-mètre (HANNA instruments)
- Densimètre (Anton PaarDMA 4500M)
- Spectrophotomètre (Thermo scientific)

### I.1.2. Prélèvement

Pour nos échantillons, tous les prélèvements ont été effectués chaque 3h au niveau des : 35 les tons section bas produits, le prélèvement consiste à ouvrir la vanne de bac permettant de recueillir une quantité suffisante pour faire les analyses physicochimiques : Brix, pureté, polarisation, ph, L'absorbance, densité, taux de sucres et sucre invertis.

### I.1.3. Brix (%) (ICUMSA, 1998)

On pèse d'abord 15 à 20g de mélasse à l'aide d'une balance de précision, est dilué jusqu'à 10 à l'aide d'un diluteur automatique, puis on agite jusqu'à dissolution et homogénéisation de la solution dans un agitateur pendant quelques minutes, la solution est filtrée en utilisant le papier filtre et une petite quantité de la terre infusoire, à la fin on verse une quantité de la solution filtrée dans le réfractomètre et on lit la valeur chiffrée.

Les résultats sont exprimés comme suit :

$$\text{Brix} = \text{lecture sur le réfractomètre} \times \text{le facteur de dilution}$$

### I.1.4. Polarisation (%) (ICUMSA, 2009)

Rotation optique d'une solution du sucre déterminer par polarimètre produit par sa teneur en saccharose optiquement active

Après avoir filtrer la solution précédemment préparée, à l'aide d'un filtre PLISSE, on verse un certain volume dans le polarimètre et on lit la polarisation à l'échelle de 26g

A l'aide d'un polarimètre on mesure la polarisation puis la lecture par expression des résultats, Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$\text{Polarisation (\%)} = \frac{\text{quantité de sucre(g)}}{\text{quantité de solution}} \times 100$$

Remarque : **K = 0.26** facteur de dilution

### I.1.5. Pureté



La pureté est définie par le rapport exprimé en pourcentage (%) entre le taux de sucre(saccharose) et la teneur de la matière sèche (Brix). Que On peut calculer à l'aide de la formule suivant :

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

La pureté est définie par le rapport entre la teneur en saccharose et la teneur en matière sèche (MS).

$$\text{Pureté (\%)} = \frac{\text{polarisation}}{\text{Brix}} \times 100$$

### I.1.6. Estimation de la couleur (ICUMSA 1998)

L'absorbance mesure la capacité d'un milieu à absorber la lumière qui le traverse. On utilise aussi le terme densité optique.

On prend une petite quantité de la solution déjà filtrée dans une cuve de 1 cm, et on l'essuie bien, puis on la met dans l'appareil de spectrophotomètre pour mesurer la DO à 420nm.

La mesure de la couleur a été faite par le personnel du laboratoire de physico-chimique la base de sucre 3500T de Cevital.

- On Pesé environ 50g de mélasse ou 25g à l'aide d'une balance de précision dans un pot.
- On réalise une dilution de (1/5) ou (1/10) l'aide d'un diluteur automatique.
- On met les pots dans un agitateur magnétique.
- On Filtre si nécessaire à l'aide d'un papier filtre et la terre.
- On Ajuste le PH de filtrat à 7 par l'ajout de quelques gouttes de NaOH ou HCl de normalité de 0.1N.
- On Rince la cellule pour les sirops (ou la cellule de 5cm pour le sucre blanc) avec de l'eau osmosée.
- On Rince la cuve avec la solution de sucre avant la remplir.

- On lit la valeur d'absorbance indiquée sur le spectre.

La formule de calcul est la suivante :

$$\text{Couleur ICUMSA} = \frac{1000 \times \text{Abs}}{a \times c}$$

Où :

- Abs : Absorbance de la solution à 420 nanomètres.
- b : Epaisseur (1cm) de la cellule (chemin optique à l'intérieur de la solution).
- c : Concentration (g/ml) de la solution de sucre.

### I.1.7. Densité

On prend 6 ml de la mélasse et on l'injecte dans le densimètre qui mesure la densité à une température de 20°C à de 50°C.

### I.1.8. pH

Le pH est la mesure du potentiel d'Hydrogène de la solution, 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.

On prend dans un pot d 25g à 30g de la mélasse et on mesure un Brix de 50%, dont on effectue une dilution 1/2 à l'aide d'un diluteur automatique, puis on agite jusqu'à dissolution et homogénéisation de la solution dans un agitateur pendant quelques minutes, à la fin on introduit la sonde du PH-mètre à l'intérieur de la solution homogènes et on prend la valeur affichée sur le PH-mètre.

### **I.1.9. Détermination de la composition en sucres de mélasse**

Une Analyse complémentaire de mélasse est faite sur **CPLHP (chromatographie en phase liquide à haut performance)** a été réalisé par le personnel du laboratoire de sucre liquide de la base **3000T**.

## **I.2. Analyse microbiologique**

### **I.2.1. Prélèvements et échantillonnages**

Le prélèvement des échantillons en vue d'un contrôle microbiologique nécessite des Précautions particulières afin que l'échantillon prélevé reflète fidèlement la flore microbienne du produit dont il dérive (Faradji, 2017).

Afin d'obtenir un produit fini conforme, il faut respecter tous les conditions et les règlements lors du transport, réception et au stockage. Le contrôle microbiologie il nécessite d'obtention des résultats d'analyses fiables.

### **I.2.1. Analyse**

Pour assurer une bonne qualité bactériologie, la mélasse a été soumis à des analyses microbiologiques. Au niveau de laboratoire microbiologie du complexe Cevital, Deux méthodes d'analyses sont réalisées pour dénombrement des germes selon les méthodes d'analyse ICUMSA et ISO15213.

- **Technique d'ensemencement en masse**

Un ensemencement en masse est le plus souvent réalisé afin de dénombrer des micro-organismes. Un volume de 1 ml d'inoculum est dispersé dans le fond d'une boîte de Pétri, et le milieu de culture est ensuite coulé par-dessus. Les micro-organismes se développent dans la masse du milieu gélosé, on obtient donc des Unités Formant Colonies (U.F.C.).

Le calcul du nombre N de micro-organismes par g de produit est obtenu à l'aide de l'équation suivante :

$$\frac{\Sigma C}{(n1+0.2n2)*d} \quad \text{UFC / g}$$

$\Sigma C$ : somme des colonies comptées sur les boîtes retenues

d : taux de dilution correspondant à la première dilution

n1 : nombre des boîtes de Pétri comptées pour la première dilution

n2 : nombre des boîtes de Pétri comptée

- **Filtration sur membrane**

Les bactéries présentes dans l'échantillon à analyser sont retenues sur un des membranes stériles dont les pores sont inférieurs à la taille des bactéries. Le filtre qui a retenu les bactéries, est ensuite déposé sur un milieu de culture bactéries puisent les éléments nécessaires à sa croissance et se développent après incubation, en dénombre les bactérie (unités formants colonies). les bactéries sont comptées pour évaluer la qualité microbiologique de mélasse. Selon le milieu de culture où est déposé la membrane, on met en évidence la présence de différents types de micro-organismes. Le calcul du nombre N de micro-organismes par 10 g de produit est obtenu à l'aide de l'équation suivant :

$$N = \frac{\Sigma C}{n} \quad \text{UFC / 10g}$$

## I.2.2. Préparation des milieux de culture

**Tableau V** : Germes recherchés et la composition de milieu de culture. (NF EN ISO 11133 :2014).

Germe recherché	Milieu de culture	Composition du milieu de culture (dans 1L D'eau distillé)	pH de milieu ( $\pm 0.2$ )
<b>Flore totale aérobie Mésophile</b>	PCA	Tryptone .....5g Extrait de levure ....2.5g Glucose.....1g Agar.....15g	7
<b>Levures et moisissures</b>	OGA	Extrait de levure...5g Glucose.....10g Agar.....15g	6.5
<b>Germes acidifiants</b>	MCL	Tryptone.....10g Agar.....20g Sucre rou..... 100g Extrait de levure...5g	4
<b>Anaérobie solfito-réducteur</b>	VF	Base viande foie ...30g Glucose ..... 2g Agar ..... 6g	7.4

**PCA** : Plate Count Agar, **OGA** :Oxytétracycline Glucose Agar, **MCL** : Mac Kleisky, **VF** : Viande-Foie

### I.2.3. Recherche des germes

#### I.2.3.1. Recherche des levures et moisissures

La recherche et le dénombrement des levures et des moisissures ont été réalisés sur gélose OGA en surfusion additionnée d'un antibiotique chlorophynicol, selon la méthode (ICUMSA.GS2/3-47). L'incubation a été effectuée à 25°C pendant 3 à 5 jours.

#### I.2.3.2. Recherche des germes totaux

Renseignant sur les conditions d'hygiène et sur une possible contamination fécale. Le nombre de germes totaux pourront donner une indication de l'état de fraîcheur ou de décomposition (altération) du produit. Après incubation 24 heures à 37 °C pour les coliformes totaux et à 44°C pour les coliformes fécaux, les colonies ont été dénombrées sur des boîtes contenant

entre 15 et 150 colonies (**Hammoudi, 2013**). La recherche de la flore mésophile totale est effectuée sur gélose PCA selon la méthode de (**ICUMSA.GS2/3-41 :2011**).

### **I.2.3.3. Recherche des germe acidifiants**

Les acidifiants alimentaires accroissent l'acidité et confèrent un gout acide aux aliments. Également appelé régulateurs alimentaires de pH, ils permettent de contrôler l'acidité d'une denrée alimentaire. Les germes acidifiants sont dénombrés sur le milieu de culture MCL selon la méthode (**ICUMSA.GS2/3-45 :2002**).

### **I.2.3.4. Recherche des Anaérobies Sulfito-Réducteur**

Ce sont des bacilles à Gram +, anaérobies strictes, catalase (-), sporules, mobiles, ils sont en général mésophiles et supportent des variations assez importantes de pH et de température. Ils sont saccharolytiques ou protéolytiques selon les espèces. Ils sont très répandus dans la nature et ils contaminent de nombreux produits (GUIRAUD et al, 1980). La recherche des bactéries sulfito-réducteurs s'effectue sur gélose viande foie, Incuber à 37 °C pendant 48 heures (ISO 15213)

## II.1. Analyses physico-chimiques

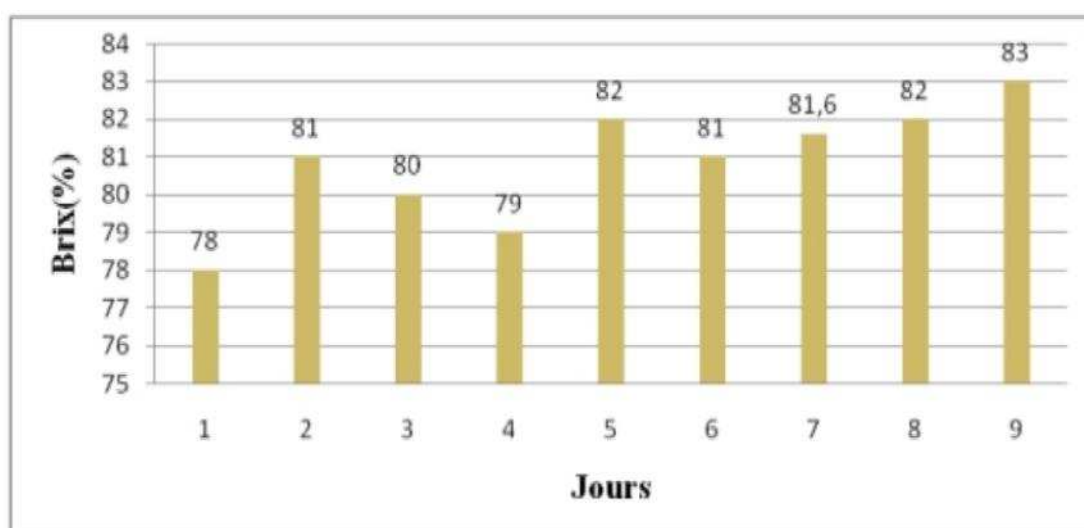
Les résultats obtenus sont conformés aux normes de l'entrepris en vigueur par ailleurs le taux élevé de saccharose 71% justifier leurs utilisations comme source de carbone Très élevée para porte aux normes de ce vital 71% qui est supérieures à 65% justifier leurres utilisation aux sources de carbone, le taux de pureté est conforme à la norme de l'entreprise ; il est 71% ce taux est supérieur au taux rapporter par Curtin collaborateur (1983) la valeur est 65% ce résultats ver la fin.

**Tableau VI** : caractéristiques physico-chimiques de mélasse et normes de CEVITAL.

Caractéristiques	Résultats obtenus	Les normes de CEVITAL
Brix % (teneur en matière sèche)	76 %	73 % Minimum
Polarisation (taux de saccharose)	71 %	40 % Minimum
Pureté	71 %	50 % Minimum
pH	4.7	Supérieure 4.

### II.1.1. Taux de Brix

Les résultats obtenus pour le Brix est résumé dans la figure N° 02 :

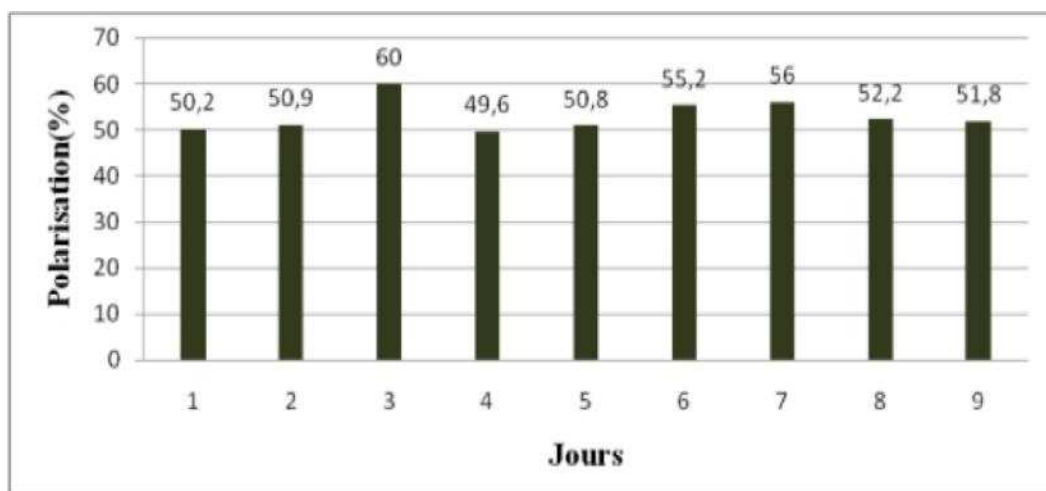


**Figure N° 03** : Évolution du pourcentage de Brix en fonction des jours.

L'analyse de l'évolution du Brix au cours de processus de raffinage du sucre montre une légère diminution de la moyenne jusqu'à 78 % et cela n'a pas d'influence sur la qualité de la mélasse car les résultats répondent aux normes de Cevital (Minimum 73 %).

### II.1.2. Polarisation

Les données présentées dans la figure N° 04 illustrent l'évolution de la polarisation des échantillons de la mélasse.



**Figure N° 04 :** Evaluation des résultats de polarisation en fonction des jours.

D'après la figure, on remarque que le taux de saccharose dans la solution de mélasse varie entre 49.6 % et 60 %, si cette valeur augmente cela peut indiquer une augmentation de quantité en sucre dans la mélasse. Les résultats sont conformes aux normes de l'entreprise à minimum 40 %.



### II.1.3. Pureté

Les résultats obtenus sont exprimés dans la figure N° 04. La pureté de mélasse varie entre 60 et 65 avec une augmentation jusqu'à 72 se qui implique que la melasse importe des imputée telles que les sucres invertie

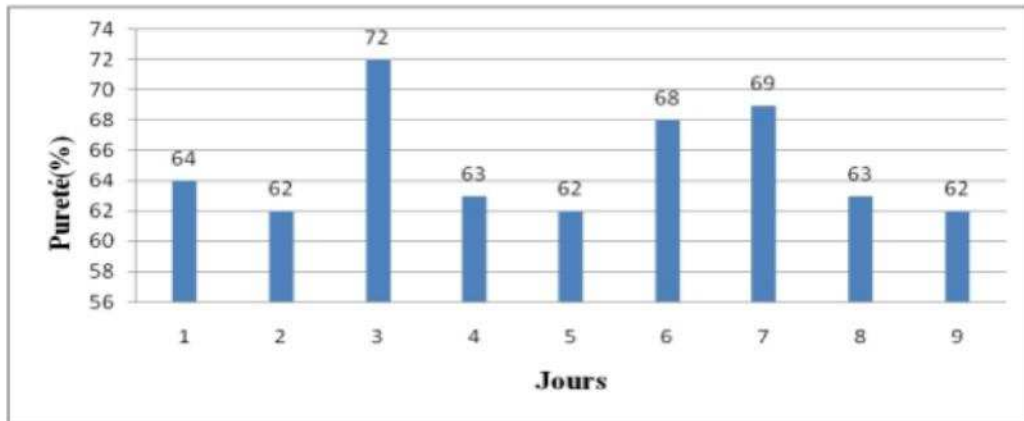


Figure N° 05 : Évolution de la pureté en fonction des jours

### II.1.4. Estimation de la couleur

Les résultats obtenus sont exprimés dans la figure N° 06.

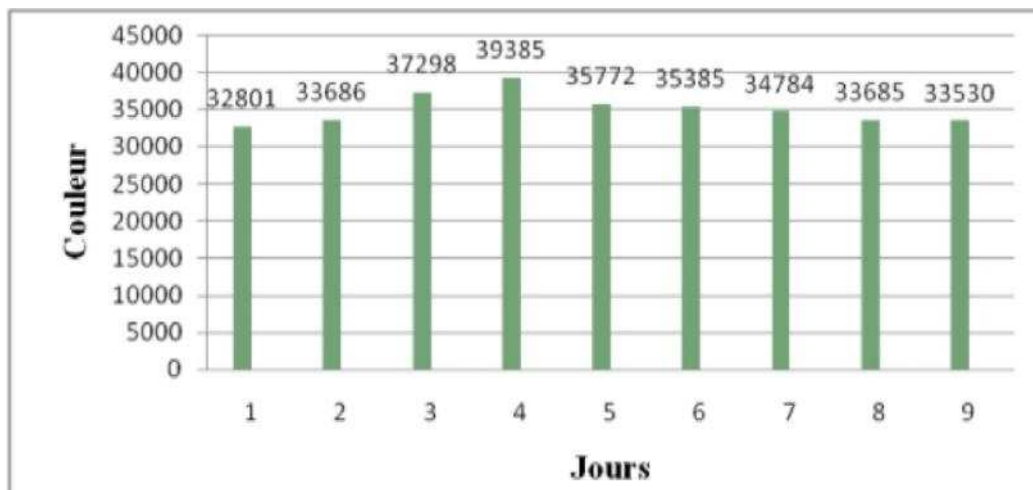


Figure N° 06 : évolution de la couleur en fonction des jours

D'après la figure on remarque que les valeurs de couleur varient entre 32801 et 39985, La norme de ce vital est de 30000 à 60000 ICUMUSA. Plus l'absorbance augmente plus la couleur

augmente aussi. En général la mélasse de canne a une couleur brune. Les résultats sont conformés aux normes de l'entreprise.

### II.1.5. Absorbances en fonction températures

Les résultats de l'absorbance en fonction de changement de température sont exprimés dans le tableau ci-dessus :

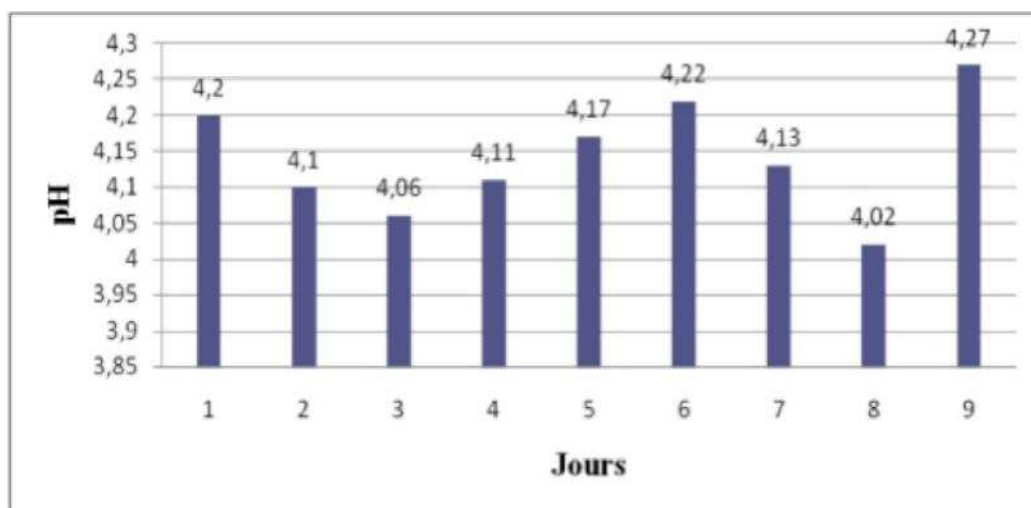
**Tableau VII** : mesure de l'absorbance en fonction de la température.

Température (°C)	Absorbance
20	1,39173
22	1,39008
24	1,38920
26	1,38348
28	1,38348
30	1,38348
30	1,37719

On remarque que la température ne l'influence pas sur l'absorbance mais elle a influé sur l'absorbance de la mélasse, parce que on augmente la température. La consistance devient plus fluide mais pour l'absorbance elle reste presque les mêmes valeurs car le spectrophomètre va calculer les valeurs de la mélasse.

### II.1.6. pH

La variation des pH des échantillons de la mélasse est montrée sur les figures N° 07 :



**Figure N° 07 :** Évolution du pH en fonction des jours

D'après la figure Les résultats de ph trouver indiquent que les le ph de la mélasse est toujours bas pour des raison utilisation d'une eau de processus avec un ph bas (eaux récupérer au cours de processus. Le ph de mélasse de peut changer en fonction de différents facteurs tels que la température, la concentration, la durée de stockage et les réactions chimique. En générale, la mélasse de canne a un ph acide compris entre 4.5et 5.5.

### II.1.7. Composition en sucres de mélasse

**Tableau VIII :** composition de la mélasse en sucre

Suce	Taux de sucre (%)
Saccharose	9. 6(%)
Glucose	5.4(%)
Fructose	4.2(%)

Les résultats d'analyses obtenus par méthodes **HPLC** montre que le saccharose est un constituant majeur est très importants dans la mélasse, ce dernier se dégrade au cours du processus de raffinage sous l'effet de la température et de la pression où l'apparition de sucres invertis (fructose et glucose).

## II.2. Analyses microbiologiques

Les résultats d'analyse microbiologiques de la mélasse de canne sont récapitulés dans le

Tableau ci-dessus :

**Tableau IX** : Analyses microbiologiques dans la mélasse de canne

Microorganismes recherchée	Valeurs trouvée UFC/ml
Flore aérobie mésophile	18.10 *5 UFC/ml
Coliformes fic eau	Absence
Coliformes totaux	Absence
Clostridium-Sulfitoréducteurs	Absence
Levures et moisissures	Levures : 2,3 .10 5 Moisissures :2,9.10 5

### II.2.1. Flore totale aérobie mésophiles (FTAM)

Dans notre étude, la valeur obtenue pour le dénombrement des FTAM est de  $18 \times 10^5$  UFC/ml. D'après ce résultat, nous avons constaté clairement que notre valeur pas élevée si on la compare aux normes européennes relatives aux produits concentrés qui sont de  $3 \cdot 10^6$  UFC/ml pour les FTAM.s

Le développement de cette flore est du s probablement aux conditions de conservation au sein du laboratoire (Réfrigérateur remplis de diverses préparations, étuve remplis de boîtes de Pétri contaminées, etc.). De plus, notre produit élaboré est artisanal qui n'a subi aucune pasteurisation.

La microflore aérobie mésophile, est représentée par des microorganismes d'altération, leur dénombrement est un test important. Sur le plan technologique, une flore mésophile nombreuse indique que le processus d'altération microbienne est fortement engagé, bien qu'en fait il n'y ait pas de corrélation précise entre l'importance quantitative de cette flore et le temps qui s'écoule avant que l'altération soit perceptible de point de vue organoleptique, en effet l'altération peut être l'œuvre d'un groupe spécialisé qui ne présente initialement qu'une petite partie de la population.

D'un point de vue hygiénique, il n'y a pas de relation étroite entre la valeur de la flore générale et les microorganismes pathogènes du produit. Le dénombrement de cette flore totale reste la meilleure méthode d'appréciation de la qualité microbiologique générale des aliments (Bourgois et Levreau, 1991).

### **II.2.2. Coliformes fécaux et Coliformes totaux**

Les résultats obtenus indiquent une absence totale des coliformes totaux et fécaux de la mélasse de canne analysée. Cette innocuité microbiologique peut être attribuée à la qualité des matières premières (présence des substances bioactives tels que les polyphénols), bonnes conditions d'hygiène lors du processus de fabrication à l'efficacité du traitement thermique (concentration) appliqué à la mélasse de canne lors de sa préparation.

Ceci peut indiquer également les bonnes conditions d'hygiène dans lesquelles la mélasse a été préparée et analysée.

### **II.2.3. Clostridium -Sulfito-réducteurs**

L'absence de cette flore indique des bonnes conditions d'hygiène et de manipulation des levures et moisissures. Les levures qui se trouvent dans la mélasse de canne sont celles qui sont capables de croître dans des solutions relativement humides.

### **II.2.4 Les levures et moisissures**

La présence des levures et moisissures indique une contamination fongique. Ces microorganismes aiment se développer sur les milieux concentrés en saccharose, tels que les zygomycètes et les saccharomycètes.

## Conclusion Générale

---

### Conclusion

La mélasse est un coproduit du raffinage du sucre roux, elle constitue des matières premières pour divers industries, lors de stockage elle subit des modifications chimiques et biologiques et se dégrade rapidement, ce qui conduit à la réduction de sa qualité ainsi que de sa valeur commerciale et nutritive.

Afin de répondre à cette problématique, nous avons effectué notre stage au niveau CEVITAL pour réaliser d'abord les analyses physicochimiques qui sont effectuées lors des étapes de raffinage de sucres roux à savoir : le Brix, la polarisation, la pureté, le pH, la couleur, l'humidité, ces paramètres répondent aux normes de l'entreprise et ECUMUSA. Concernant les analyses microbiologiques, les résultats sont conformes aux normes de l'entreprise.

Comme perspectives, il est souhaitable de valoriser la mélasse soit comme coproduit d'une fermentation microbienne dans le but de produire des enzymes ou d'autres substances bioactives, il est également intéressant d'effectuer une analyse statistique qui rendra les résultats plus fiables.

# Référence bibliographiques

---

**Arzate A. (2005).** Extraction et raffinage du sucre de canne. Revue de l'ACER (Centre de recherche, de développement et de transfert technologique en acériculture).

**Anonyme 2, (2011).** Markal, Mélasse de canne biologique.

**Clément J.M. (1978).** Dictionnaire des industries alimentaires. 191p et 254 p

**Curtin L.V. (1983).** Molasses general considerations, molasses in animal nutrition, National Feed Ingredients Association, p 3-9.

**Decloux M., Tatoud L. et Messad A, (1999).** Rétention des impuretés de refonte de sucre roux de canne par filtration tangentielle ( p 58-63).Association avh, 6ème symposium, Reims.

**Hugot E. (1987) :** La sucrerie de canne : Technique et documentation LAVOISIER, p.375.

**Kulkarni. D. P. (1996).** Cane sugar Manufacture in India. The sugar technologists' association of India. P390-396.

**Larpent J.P. et Larpent M. G. (1985).** Éléments de microbiologie, P369.Hermann

**Lameloise L., et Decloux M. (2007).** Les membranes en sucrerie et distillerie : Lavoisier. Ed Tec et Doc.

**Mathlouthi M. et Rogé B., (2004).** Sucreries de canne, dossier CEDUS avec la collaboration de l'université de Reims, 7p.

**Olbrich H. (2006).** The molasses. Biotechnologie-Kempe GmbH. Berlin. pp 6- 14.

**Rachedi N. (2002).** Précèdes de transformation dans la raffinerie de CEVITAL spa. Rapport de formation. p1-30, Reims.

**Romain J., Thomas C., Pierre S. et Gérard B, (2007).** Science des aliments. (p 449).

## Résumé

Les analyses physico-chimiques et microbiologique de la mélasse de canne sont importantes pour déterminer sa qualité et sa sécurité. Les analyses microbiologiques sont utilisées pour détecter la présence des micro-organismes tels que les coliformes totaux et les fécaux, ainsi que les clostridium sulfite-réducteurs

La présence de ces micro-organismes peut indiquer une contamination fécale ou une contamination par déchets organiques, ce qui peut être préoccupant pour la santé humaine.

Les analyses physico-chimiques sont utilisées pour mesurer les paramètres tels que le pH, la teneur en sucre, la viscosité de la mélasse de canne, ces paramètres peuvent affecter la qualité de la mélasse de canne et doivent être surveillés pour assurer sa qualité. En effet, les résultats des analyses physico-chimiques de la mélasse au sein du laboratoire de l'unité, se sont révélés globalement conformes aux normes de l'entreprise.

En somme les analyses microbiologiques et physico-chimiques sont essentielles pour garantir la qualité et la sécurité de la mélasse de canne.

**Mot clés :** mélasse, canne a sucre, sucre roux, analyse physico-chimique, analyses microbiologique.

## Abstract

Physicochemical and microbiological analyzes of cane molasses are important to determine its quality and safety. Microbiological analyzes are used to detect the presence of microorganisms such as total and fecal coliforms, as well as sulphite-reducing clostridia

The presence of these microorganisms may indicate fecal contamination or contamination by organic waste, which may be of concern for human health.

Physico-chemical analyzes are used to measure parameters such as pH, sugar content, viscosity of cane molasses, these parameters can affect the quality of cane molasses and should be monitored to ensure its quality. Indeed, the results of the physicochemical analyzes of the molasses in the unit's laboratory were found to generally comply with company standards.

In short, microbiological and physicochemical analyzes are essential to guarantee the quality and safety of cane molasses.

Key words: molasses, sugar cane, brown sugar, physicochemical analysis, microbiological analyses.