

Etude expérimentale : Evaluation des sucres et matières sèches

1) Aperçu sur le matériel utilisé

a) Le filtre à panier

Après dilution, la mélasse passe par un filtre utilisé pour retenir les grandes particules contenues dans la mélasse diluée, et pour faciliter l'étape de clarification.



Figure 17: Filtre à panier

Un filtre à panier est un cylindre hermétiquement clos contenant un panier en tôle perforée, le panier peut être aisément retiré pour le nettoyage. Chaque filtre à panier est muni d'une bride de connexion pour l'alimentation et d'une ou deux brides de connexion pour la sortie.

Disposés sur la tuyauterie d'aspiration de la pompe d'alimentation, ils permettent d'éviter le bouchage des buses de sous-verse des hydro-cyclones de petit diamètre par des corps étrangers

b) Les clarificateurs

Le clarificateur est un séparateur mécanique, par action de la force centrifuge, de deux phases ayant deux densités différentes (solide et liquide). En tant qu'étape de traitement, elle consiste à éliminer de la mélasse les impuretés solides pour obtenir une MDC.

Le principe de clarification, c'est éliminer les particules en suspension dans les fluides pour une bonne pureté (mélasse) qui utilise le principe de la force centrifuge pour séparer des substances de densités différentes.

Dans la société LESAFFRE MAROC, il y a trois modèles de clarificateurs « **Alfa Laval, SB60, SB80** » traitent la MD afin de permettre la récupération d'une MDC et obtenir des rendements plus élevés.

Pour bien montrer la différence entre les trois clarificateurs centraux de l'entreprise LESAFFRE, nous avons schématisé les caractéristiques de chacun d'entre eux :

Tableau 4: Caractéristiques des clarificateurs utilisés dans la société LESAFFRE

Types de clarificateurs	Débit (en m ³ /h)	Durée total de cycle (min)	Volume de chambre de boue (en L)
ALPHA LAVAL	12	11	48
SB 80	9	10	30
SB 60	7-10	10	30

2) Mesures effectuées sur la mélasse

Les analyses du taux des sucres et matières sèches ont été effectuée sur des échantillons de la MD (80% de mélasse de betterave et 20% mélasse de canne), MDC, MDSCS et le DB. Ces échantillons ont été prélevés pendant la durée de stage à partir du clarificateur ALPHA LAVAL.

a) Détermination du taux de saccharose par polarimétrie

- **Définition :** C'est un diholoside qui a la formule chimique C₁₂H₂₂O₁₁ formé par une molécule de *glucose* et une molécule de *fructose*.

C'est le sucre que l'on trouve dans les végétaux et mis en réserve dans les tiges de la canne à sucre et dans les racines des betteraves.

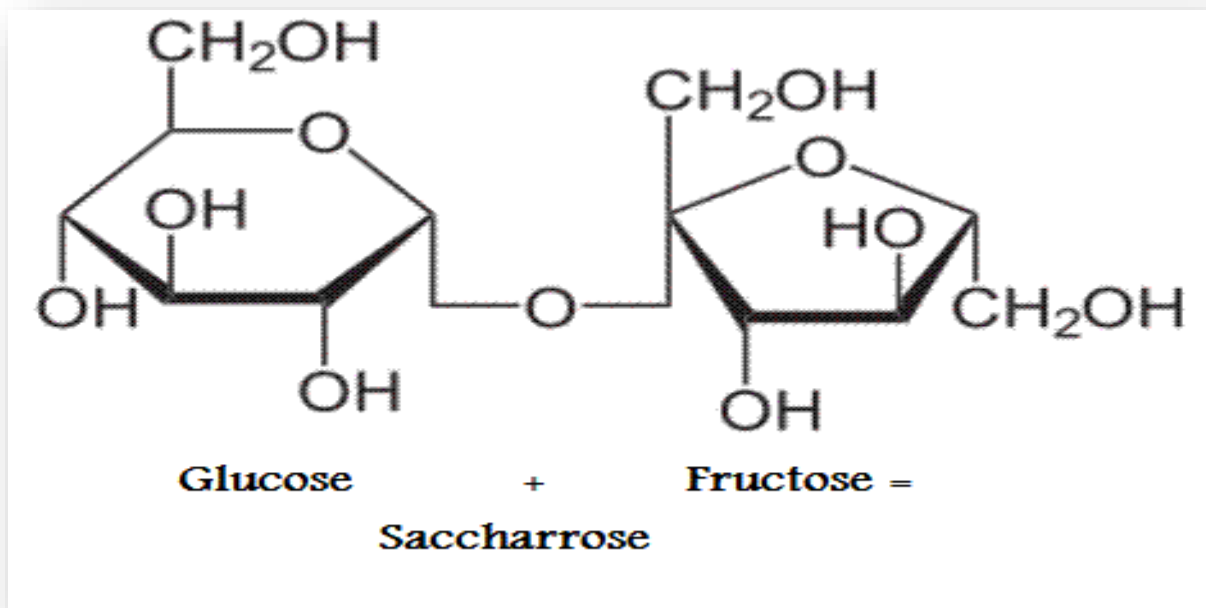


Figure 18: Structure chimique de la molécule du saccharose

- Mode opératoire :

Dans des fioles jaugées de 220ml, on pèse 20 ml pour les mélasses : MD, MDC, MDCS et DB et 16 ml pour les mélasses brutes : Canne et Betterave, on dissout la solution dans de l'eau distillée, puis on y ajoute 15 ml d'acétate de plomb basique pour tout type de mélasses sauf la mélasse de canne brute on y ajoute 25 ml.

On complète avec l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et on laisse reposer 13 min.

Enfin, on filtre la solution, après avoir mélangé la solution, à l'aide du papier filtre et on récupère le filtrat.



Figure 19: Mode opératoire d'analyse des sucres

A l'aide d'un Polarimètre, on mesure la polarisation c'est-à-dire l'angle de rotation α .

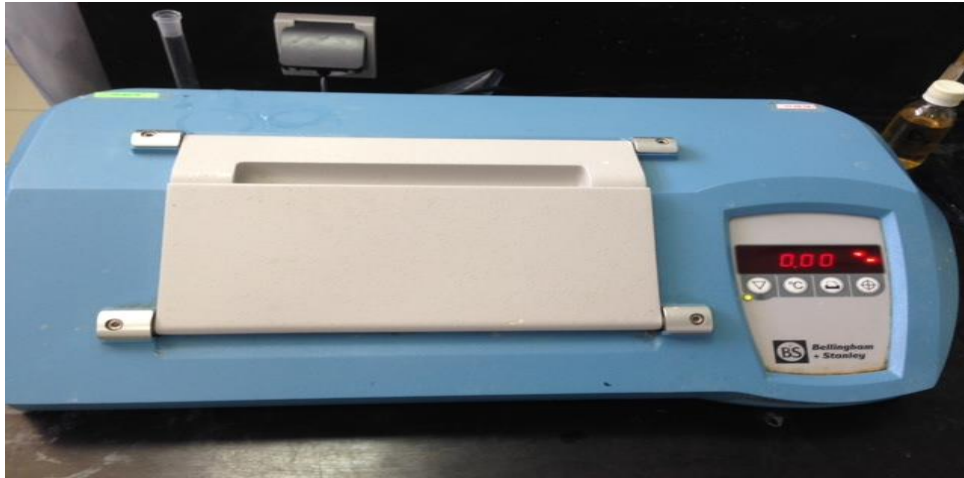


Figure 20: Polarimètre (Saccharimètre)

- Calcul du taux de Saccharose

Le taux du saccharose est calculé par la relation suivante :

$$\text{Taux de saccharose (\%)} = \alpha \times \frac{0.75}{PE} \times 100$$

α : angle de rotation 0,75 : constante de l'appareil

PE : prise d'essai

- Résultats

Les résultats d'analyse du taux de saccharose sont présentés sur le tableau suivant :

Tableau 5: Taux du saccharose dans les différents types de mélasse

Date de l'échantillon	TAUX DE SACCHAROSE												Pertes
	C		B		MD		MDC		MDCS		DB		
	α	%SAC	α	%SAC	α	%SAC	α	%SAC	α	%SAC	α	%SAC	
25-avr	3,30	30,93	4,77	44,71	3,73	27,97	3,60	27,00	3,46	25,95	2,40	18,00	0,97
27-avr	3,41	31,96	4,81	45,09	3,69	27,67	3,63	27,22	3,44	25,80	2,50	18,75	0,45
03-mai	3,40	31,87	4,79	44,90	3,71	27,82	3,65	27,37	3,49	26,17	2,24	16,80	0,45
09-mai	3,34	31,31	4,72	44,25	3,71	27,82	3,67	27,52	3,48	26,10	2,30	17,27	0,30
10-mai	3,39	31,78	4,75	44,53	3,69	27,67	3,66	27,45	3,46	25,95	2,42	18,15	0,22
11-mai	3,41	31,96	4,80	45,00	3,70	27,75	3,63	27,22	3,43	25,72	2,32	17,40	0,53
16-mai	3,32	31,12	4,76	44,62	3,70	27,75	3,60	27,00	3,45	25,87	2,42	18,15	0,75

17-mai	3,36	31,50	4,81	45,09	3,66	27,45	3,61	27,07	3,46	25,95	2,45	18,37	0,38
18-mai	3,31	31,03	4,87	45,65	3,71	27,82	3,64	27,30	3,48	26,10	2,50	18,75	0,52
19-mai	3,39	31,78	4,85	45,46	3,70	27,75	3,63	27,22	3,47	26,02	2,51	18,82	0,53
Moyenne	3,36	31,52	4,79	44,93	3,70	27,75	3,63	27,24	3,46	25,96	2,41	18,05	0,51
Max	3,41	31,96	4,87	45,65	3,73	27,97	3,67	27,52	3,49	26,17	2,51	18,82	0,45
Min	3,30	30,93	4,72	44,25	3,66	27,45	3,60	27,00	3,43	25,72	2,24	16,80	0,45
Ecart-type	0,11	1,03	0,15	1,40	0,07	0,52	0,07	0,52	0,06	0,45	0,27	2,02	0,00

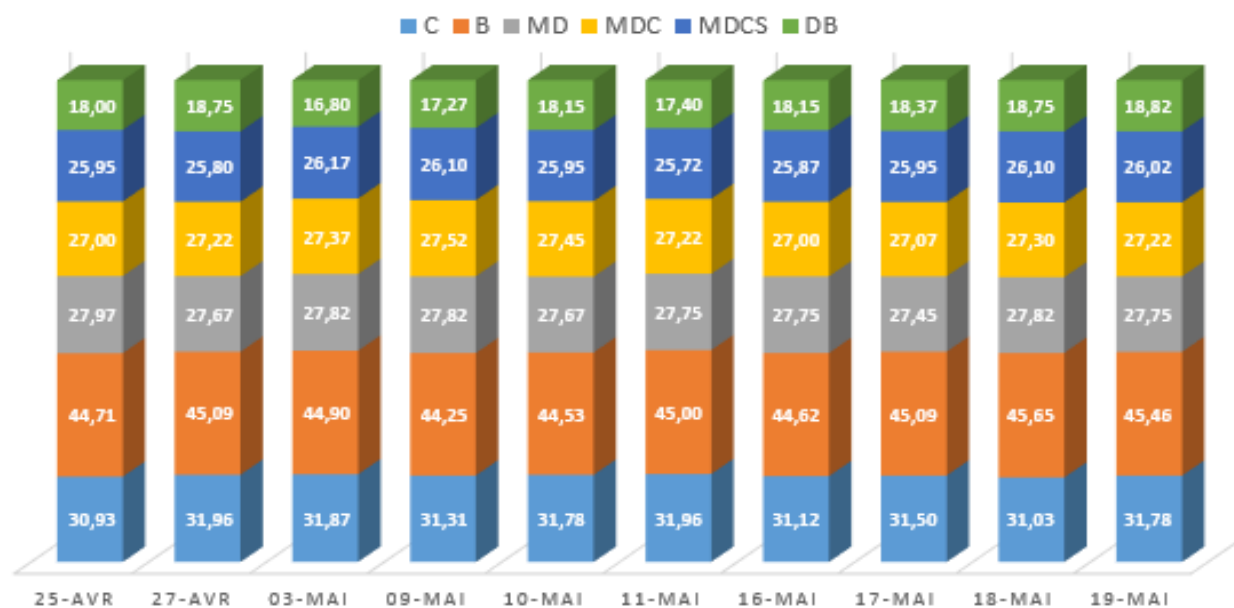


Figure 21: Histogramme du Taux du saccharose

- Interprétations

Les résultats d'analyses effectués sur les 6 échantillons pendant 10 jours sur la mélasse montrent qu'il n'y a pas une grande variation de taux de saccharose contenus dans la mélasse durant cette période.

On remarque que le pourcentage du saccharose dans la betterave est supérieur à celui de la canne à sucre ce qui permet de constater que la betterave est plus riche en sucre non réducteur que la canne à sucre.

D'après les résultats d'analyses de sucres obtenus, on remarque toujours l'existence d'un écart minime entre la MD à l'entrée et la sortie du clarificateur, cette différence se traduit par des pertes en sucre au niveau du débouillage et sa faible quantité par le bon fonctionnement du clarificateur lors de l'élimination des impuretés.

La variation du taux de sucre au niveau de la MD à l'entrée du clarificateur est justifiée par le fait que :

- L'origine de la raffinerie qui n'est pas la même.
- La mélasse subit une dilution avant clarification alors le taux de dilution n'est pas constant ce qui provoque des changements en teneur en sucres.
- La mélasse stockée dans le tank connaît une décantation, un dépôt des boues chargé en sucre vers le fond, ce qui provoque la non homogénéisation de la mélasse brute.

b) Détermination du taux de sucre réducteur libre

- Définition

Les sucres réducteurs sont des sucres simples réactifs (donneur d'électrons dans une réaction d'oxydo-réduction). On peut citer le glucose, le fructose et le maltose. Historiquement, ce terme vient de la découverte de Fehling au 19^{ème} siècle qui prouva que certains sucres réagissaient avec des ions cuivriques pour les transformer en ions cuivreux. Visuellement, cette réaction dite « de réduction » s'observe par un changement de couleur de la liqueur de Fehling : au départ bleu, elle vire au rouge brique en présence de sucres réducteurs. Au niveau industriel, ces sucres participent aux réactions de Maillard ou de caramélisation lors des cuissons.

- Mode opératoire

On procède comme cité pour l'analyse du taux de saccharose.

Après filtration de la solution, on introduit dans un erlenmeyer :

- 10ml du sulfate de cuivre CuSO_4 .
- 10ml de double tartrate de sodium.
- 10ml du filtrat obtenu (sauf pour la canne : 2ml du filtrat obtenu+8ml de l'eau distillée).

On agite puis on porte le mélange à ébullition dans un bain-marie pendant 8 minutes à 95 °C.

Après refroidissement de la solution dans un bain de glace, on ajoute :

- 5ml d'acide acétique (5N)
- 20ml d'une solution d'iode (N/30)

On agite et on titre notre solution par le thiosulfate de sodium (N/30) en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

Le virage est indiqué par le changement de la coloration verte à la coloration bleue.

- Mécanisme

Il s'agit d'utiliser la réaction des sucres réducteurs avec la liqueur de Fehling pour évaluer la concentration en sucre d'une solution.

La liqueur de Fehling est une solution alcaline de sulfate de cuivre (CuSO_4) qui est un agent oxydant :



L'hydroxyde de cuivre $\text{Cu}(\text{OH})_2$ en présence de tartrate double de sodium forme un complexe stable.

A chaud, les sucres réducteurs en présence de la liqueur de Fehling réduisent l'oxyde cuivrique bleu soluble en oxyde cuivreux insoluble de teinte rouge.

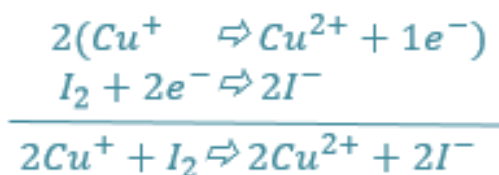


Avant ébullition

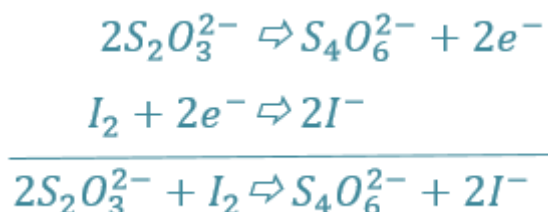


Après ébullition (précipité rouge brique insoluble)

Ensuite Les ions Cu^+ sont oxydés par l'iode en Cu^{2+} :



Enfin l'excès d'iode est dosé par les thiosulfates de sodium



Le taux des sucres réducteurs est calculé par la formule suivante :

$$\text{Taux des SR (\%)} = \frac{V_{\text{Blanc}} - V_{\text{ech}}}{PE} \times 0,1 \times 100$$

Avec :

V (blanc) : volume de thiosulfates de sodium versé lors du dosage du blanc.

V (échantillon) : volume de thiosulfates de sodium versé lors du dosage de l'échantillon.

PE : poids de la prise d'essai

- Résultats

Les résultats d'analyse du taux des sucres réducteurs sont présentés sur l'histogramme suivant :

Tableau 6: Taux du sucre réducteur dans les différents types de mélasse

	TAUX DE SUCRE REDUCTEUR										
	C		MD		MDC		MDCS		DB		Pertes
Date de l'échantillon	Vthio	% SR	Vthio	%SR	Vthio	%SR	Vthio	%SR	Vthio	%SR	
25-avr	7,50	7,81	7,60	1,24	8,00	1,20	11,00	0,90	13,50	0,65	0,04
27-avr	8,50	7,18	9,00	1,10	10,00	1,00	13,00	0,70	14,50	0,55	0,10
03-mai	9,50	6,56	7,50	1,25	8,00	1,20	10,70	0,93	13,50	0,65	0,05
09-mai	7,00	8,12	8,50	1,15	9,50	1,05	11,60	0,84	15,00	0,50	0,10
10-mai	6,50	8,43	8,50	1,15	9,40	1,06	12,20	0,78	14,00	0,60	0,09
11-mai	9,00	6,87	9,00	1,10	9,70	1,03	12,50	0,75	16,00	0,40	0,07

16-mai	8,00	7,50	7,50	1,25	8,50	1,15	11,00	0,90	16,00	0,40	0,10
17-mai	7,00	8,12	8,00	1,20	9,20	1,08	12,00	0,80	15,50	0,45	0,12
18-mai	7,50	7,81	8,50	1,15	10,00	1,00	11,80	0,82	13,50	0,65	0,15
19-mai	7,20	8,00	9,50	1,05	10,00	1,00	13,50	0,65	15,00	0,50	0,05
Moyenne	7,77	7,64	8,36	1,16	9,23	1,08	11,93	0,81	14,65	0,54	0,09
Max	9,50	8,43	9,50	1,25	10,00	1,20	13,50	0,93	16,00	0,65	0,05
Min	6,50	6,56	7,50	1,05	8,00	1,00	10,70	0,65	13,50	0,40	0,05
Ecart type	3,00	1,87	2,00	0,20	2,00	0,20	2,80	0,28	2,50	0,25	0,00

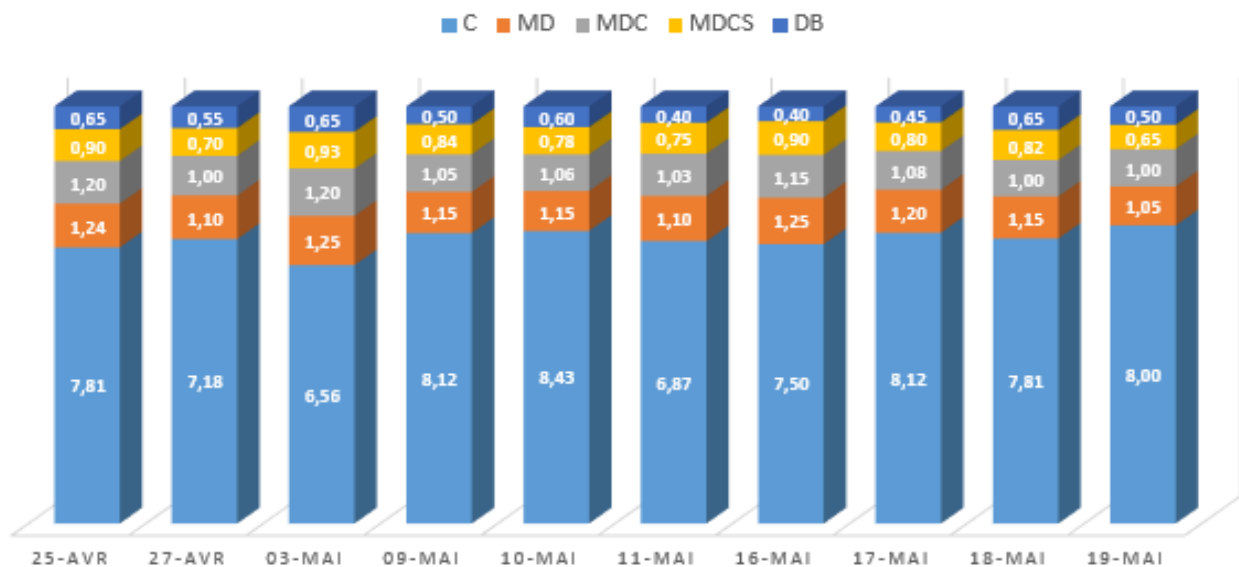


Figure 22: Histogramme du Taux du sucre réducteur

- Interprétations

On remarque que le pourcentage des sucres réducteurs dans la betterave est nul, ce qui permet de dire que la canne est plus riche en sucres réducteurs qu'en saccharose.

Donc on peut dire que c'est un test spécifique pour la mélasse de canne.

On remarque aussi une variation du pourcentage du sucre entre la MD et la MDC peut être expliqué par des pertes au niveau du débouillage.

Le pourcentage des pertes du taux de sucres réducteurs est très faible, ce qui montre bien le bon fonctionnement du clarificateur.

Ainsi, les pertes des sucres dans la MDCS sont influencées par la dilution à la stérilisation.

Remarques

- L'acétate de plomb est utilisé pour éliminer la couleur et tout ce qui est non sucres comme les impuretés, les protéines et les vitamines.
- On effectue aussi un dosage de blanc (pour les sucres réducteurs).
- La prise d'essai du filtrat est en fonction de la concentration des sucres réducteurs dans la mélasse donc on prélève que 2 ml de canne car elle est très riche en sucres réducteurs.
- L'acide acétique est utilisé dans le but de neutraliser la solution.

c) Evaluation des sucres perdus dans le débouillage :

Pour évaluer la masse des sucres totaux perdus lors de la procédure de clarification, nous devons calculer tout d'abord le taux des sucres totaux selon la relation suivante :

$$\text{Taux des sucres totaux} = \text{TAUX SACCHAROSE} + \text{TAUX SUCRES REDUCTEURS}$$

- Résultats

Les résultats d'analyse du taux des sucres totaux dans le débouillage sont présentés sur le tableau suivant :

Date de l'échantillon	Taux des sucres dans le DB		
	Saccharose	Sucre réducteur	%Massique des sucres totaux dans le DB
25-avr	18,00	0,65	18,65
27-avr	18,75	0,55	19,30
03-mai	16,80	0,65	17,45
09-mai	17,27	0,50	17,77
10-mai	18,15	0,60	18,75
11-mai	17,40	0,40	17,80
16-mai	18,15	0,40	18,55
17-mai	18,37	0,45	18,82
18-mai	18,75	0,65	19,40
19-mai	18,82	0,50	19,32
Moyenne	18,05	0,54	18,58

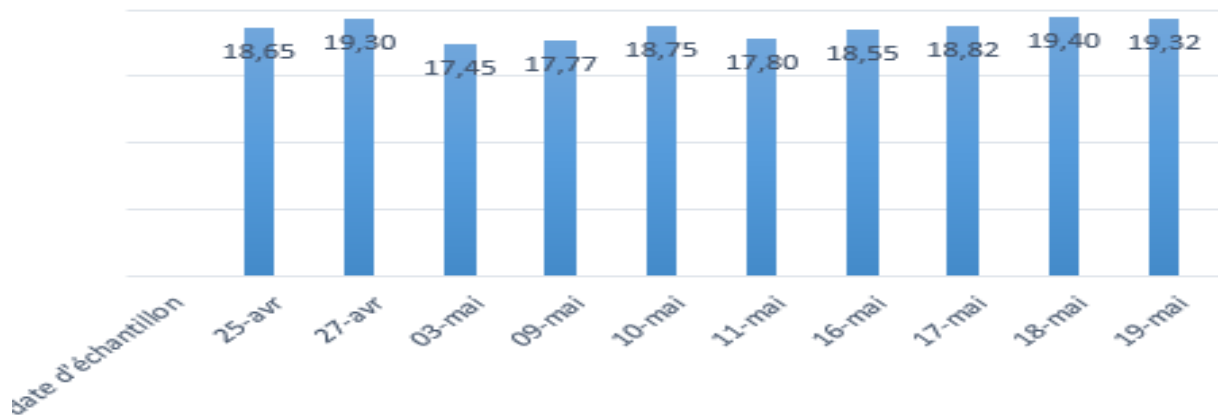


Figure 23: Histogramme du taux des sucres totaux dans le DB

Selon l'historique, on remarque que le taux des sucres totaux dans le débouillage varie peu.

- Calcul des pertes en sucres

On a : Le volume du débouillage = 50 l

La masse volumique du débouillage = 1,23 Kg/l

Donc : La masse du débouillage rejeté = $50 \times 1,23 = 61,5$ kg

D'après le tableau Le débouillage en moyenne contient 18,58% de sucres

Donc à chaque débouillage on perd : $61,5 \times 18,58\% = 11,4267$ Kg de sucres

Et on sait que la mélasse brute contient presque la moitié de son poids en sucres, soit 46%, Donc la quantité de mélasse brute perdue à chaque débouillage est de :

$$11,4267 / 46\% = 24,84 \text{ Kg de mélasse brute}$$

d) Détermination du taux de la matière sèche dans la mélasse

- Définition

La matière sèche (MS) est ce qu'on obtient quand on retire l'eau d'un produit.

Le pourcentage de matière sèche est la différence entre la masse de la matière sèche et celle de la matière non-sèche (hydratée).

L'échantillon de la mélasse déshydraté dans une étuve à 105°C, montre que la perte de poids correspond à la quantité d'eau évaporée dans l'échantillon.

Réalisé par la méthode gravimétrique basée sur la détermination de la perte de l'échantillon après évaporation des matières volatiles à une température appropriée dans un dessiccateur.

- **Mode opératoire**

Dans une fiole jaugée de 100ml (noté F1), on introduit 20g de mélasse, puis on complète en agitant avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et on pèse la fiole pleine (noté F2), On prépare les capsules auxquelles on fait la pesée de la mélasse, puis on pose la capsule vide avec son couvercle pour l'obtention du poids P1 en gramme.

Ensuite, on tare la balance et on introduit dans la capsule 5ml de la mélasse et on obtient le poids de la prise d'essai en gramme.

On place la capsule contenant la mélasse avec son couvercle dans l'étuve pendant 16h à la température de 105°C. À la sortie de l'étuve on ferme la capsule et on la laisse dans un dessiccateur pendant 1h. Puis on la pèse d'où son poids est P2.

Un dessiccateur est un équipement servant à protéger des substances contre l'humidité.

- **Calcul de taux de matière sèche**

Le taux de la matière sèche est calculé par la formule suivante :

$$\text{Taux de MS (\%)} = \frac{(F2 - F1) \times (P2 - P1)}{20 \times P(5ml)} \times 100$$

Avec :

F1 : poids de fiole vide

P1 : poids de capsule vide

F2 : poids de fiole plein

P2 : poids de capsule après étuvage

P (5ml) : poids de la prise d'essai 5ml introduite dans la capsule.

- **Résultats**

Les résultats d'analyse du taux de la matière sèche sont présentés sur l'histogramme suivant :

Tableau 7: Taux de la matière sèche dans différents types de mélasse

Date de l'échantillon	Taux de la matière sèche en %						
	B	C	MD	MDC	MDCS	DB	Pertes
25-avr	74,97	67,74	47,75	46,70	40,70	50,11	1,05
27-avr	75,95	67,45	47,36	46,22	39,16	47,25	1,14
03-mai	75,60	67,56	47,75	46,87	41,72	50,45	0,88
09-mai	74,90	67,81	46,90	46,10	41,73	44,21	0,80
10-mai	76,50	67,88	46,93	45,87	40,51	43,86	1,06
11-mai	75,70	67,50	47,95	46,32	40,86	49,45	1,63
16-mai	75,23	67,75	47,33	46,58	39,69	54,64	0,75
17-mai	75,30	67,33	47,52	46,55	40,46	52,35	0,97
18-mai	75,69	67,35	47,47	46,07	40,51	47,58	1,40
19-mai	76,74	67,78	47,88	46,16	41,92	48,89	1,72
Moyenne	75,66	67,62	47,48	46,34	40,73	48,88	1,14
Max	76,74	67,88	47,95	46,87	41,92	54,64	1,08
Min	74,90	67,33	46,90	45,87	39,16	43,86	1,03
Ecart type	1,84	0,55	1,05	1,00	2,76	10,78	0,05

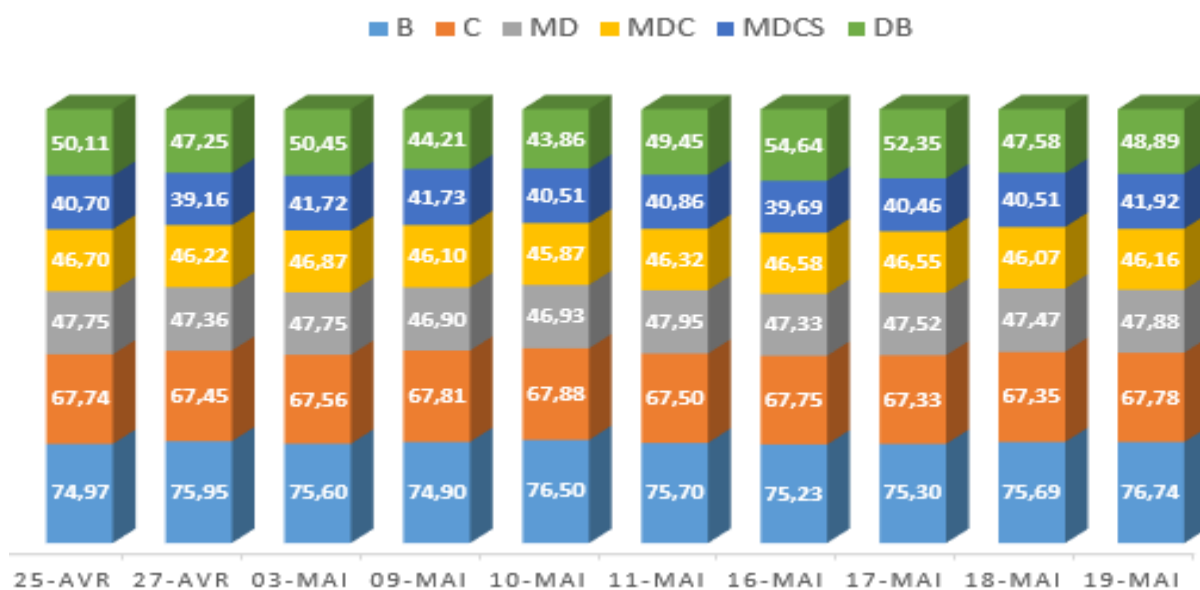


Figure 24: Histogramme du taux de matière sèche

- Interprétations

On constate que le pourcentage du taux de matière sèche dans la betterave est largement supérieur que celui de la canne ce qui permet de remarquer que la canne plus riche en éléments nutritifs et protéines.

Des variations du pourcentage de la matière sèche entre la MD et MDC est minime.

Ces variations peuvent être expliquées par le fait que la grande partie des éléments nutritifs, les protéines et les boues restent insolubles dans la mélasse. Ceci est peut-être dû au fonctionnement du clarificateur et à l'injection de vapeur d'eau.

Le pourcentage de la matière sèche diminue dans la MDCS ceci est dû à la stérilisation de la MDC qui provoque la dénaturation des protéines et la mort des microorganismes.

e) Détermination du taux de la coloration

- Définition

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique en solution. Plus la solution est concentrée, plus elle absorbe de la lumière.

- Mode opératoire

Le spectrophotomètre est allumé et réglé à une longueur d'onde de 420 nm.

Dans une fiole jaugée de 100ml, on introduit 20g de mélasse et on complète jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée tout en agitant, on obtient une solution noté (S_A), on prélève de la S_A 5ml et on l'introduit dans une autre fiole de 100ml puis on complète avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.

Enfin, on mesure l'absorbance à l'aide d'un spectrophotomètre.



Figure 25: Spectrophotomètre

- Calcul du taux de coloration

Le taux de coloration est calculé par la relation suivante :

$$\text{Taux de coloration (\%)} = \frac{Abs}{MS \times ST} \times 100$$

Avec : Abs : absorbance

MS : matière sèche

ST : sucre totaux

- Résultats

Les résultats d'analyse du taux de coloration sont présentés sur le tableau suivant :

Tableau 8: Taux de coloration dans les différents types de la mélasse

Date de l'échantillon	Taux de coloration											
	B		C		MD		MDC		MDCS		DB	
	Abs	%COL	Abs	%COL	Abs	%COL	Abs	%COL	Abs	%COL	Abs	%COL
25-avr	0,5740	0,0171	1,2650	0,0482	0,5260	0,0377	0,4890	0,0371	0,3780	0,0345	1,0180	0,1089
27-avr	0,5600	0,0163	1,2400	0,0470	0,5450	0,0400	0,4990	0,0382	0,3600	0,0347	1,1120	0,1219
03-mai	0,5520	0,0162	0,9630	0,0371	0,5210	0,0395	0,5150	0,0384	0,3660	0,0323	0,9800	0,1113
09-mai	0,5740	0,0173	1,1470	0,0429	0,4880	0,0348	0,4510	0,0342	0,3370	0,0299	0,9970	0,1269
10-mai	0,5600	0,0164	1,1400	0,0418	0,5160	0,0381	0,4880	0,0373	0,3600	0,0332	1,0480	0,1274
11-mai	0,5300	0,0155	1,2590	0,0480	0,5520	0,0399	0,4390	0,0335	0,3780	0,0349	0,9800	0,1113
16-mai	0,5430	0,0161	1,3330	0,0509	0,5260	0,0383	0,5020	0,0382	0,3430	0,0322	1,1180	0,1103
17-mai	0,5500	0,0162	1,1800	0,0442	0,5420	0,0384	0,4710	0,0359	0,3410	0,0315	1,0260	0,1041
18-mai	0,5200	0,0151	0,9140	0,0350	0,4990	0,0392	0,4860	0,0372	0,3320	0,0304	1,0440	0,1131
19-mai	0,5520	0,0158	0,9240	0,0342	0,4440	0,0321	0,4180	0,0321	0,3790	0,0338	0,9800	0,1037
Moyenne	0,5515	0,0162	1,1365	0,0429	0,5159	0,0378	0,4758	0,0362	0,3574	0,0327	1,0303	0,1139
Max	0,5740	0,0173	1,3330	0,0509	0,5520	0,0400	0,5150	0,0384	0,3790	0,0349	1,1180	0,1274
Min	0,5200	0,0151	0,9140	0,0342	0,4440	0,0321	0,4180	0,0321	0,3320	0,0299	0,9800	0,1037
Ecart type	0,0540	0,0022	0,4190	0,0167	0,1080	0,0079	0,0970	0,0063	0,0470	0,0050	0,1380	0,0237

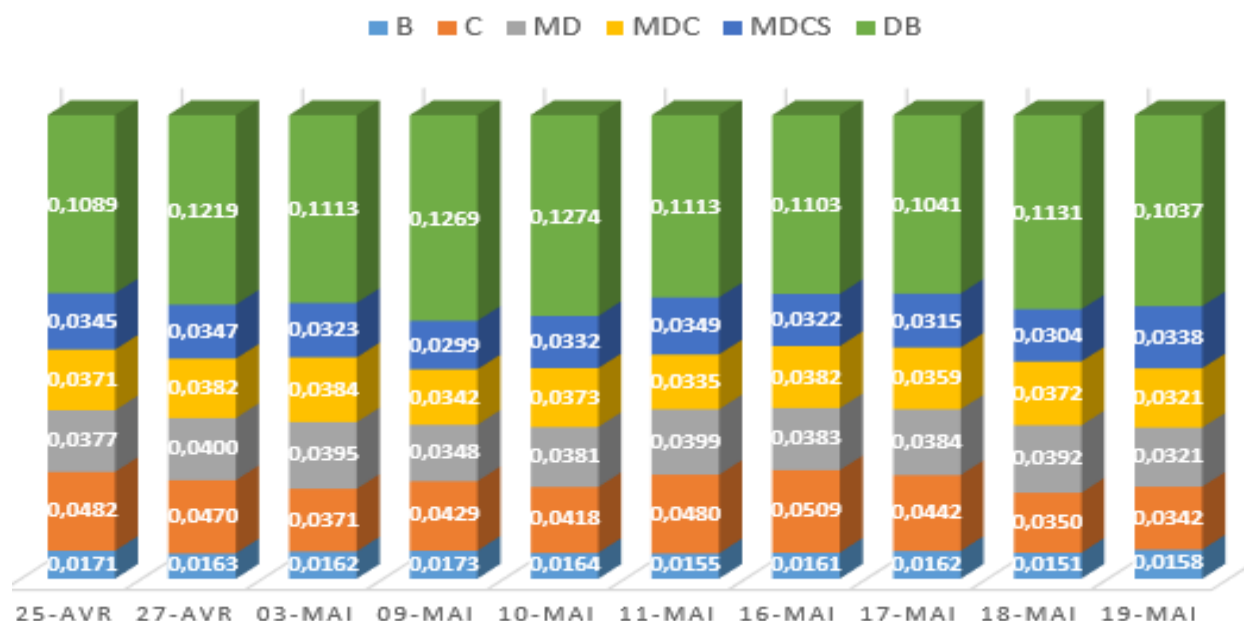


Figure 26: Histogramme du taux de coloration

- Interprétations

On constate que le pourcentage du taux de coloration dans la canne est supérieur à celui de la betterave ce qui permet de remarquer que la canne est plus riche en non sucre.

On remarque une variation du pourcentage de coloration entre la MD et MDC, ces variations peuvent être expliquées par l'augmentation des non sucre parce que lors de la clarification il y a une perte de sucre et par l'injection de vapeur d'eau.

