



**HAL**  
open science

# Étude et modélisation de la trempe en malterie

Ahmed Hariri

► **To cite this version:**

Ahmed Hariri. Étude et modélisation de la trempe en malterie. Alimentation et Nutrition. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2003. Français. NNT : 2003INPL038N . tel-01749704

**HAL Id: tel-01749704**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749704>**

Submitted on 29 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

136035152 2

03 INPL038N

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires

Laboratoire des Sciences du Génie Chimique

THÈSE  2003 HARIRI A.

présentée à l'INPL

par

Ahmed HARIRI

en vue d'obtenir le grade de

DOCTEUR DE L' INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialisation : Biotechnologie et Industries Alimentaires

---

# ÉTUDE ET MODÉLISATION DE LA TREMPE EN MALTERIE

---

Soutenue publiquement le 8 juillet 2003 devant la commission d'examen

Membres du jury :

<i>Rapporteurs :</i>	M. Christophe DAGOT	Maître de conférences	ENSIL
	Prof. Nicolas ROCHE	Professeur	IUT-Aix Marseille
<i>Examineurs :</i>	Prof. Emile BENIZRI	Professeur	ENSAIA
	M. Patrick BOIVIN	Directeur de recherche	IFBM
	M. Frantz FOURNIER	Maître de conférences	ENSAIA
	M. Robert MORAND	Directeur Malteurop	MALTEUROP
<i>Directeur de thèse :</i>	Prof. Michel FICK	Professeur	ENSAIA

Service Commun de la Documentation  
INPL  
Nancy-Brabois



*A mes parents,*

*A ma famille,*

*Pour eux,*

*Ahmed*



## **Avant-propos**

*Ces travaux ont été réalisés à l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires (ENSAIA) à Nancy, dans le laboratoire des Sciences du Génie Chimiques. Cette thèse est l'aboutissement d'une collaboration entre le LSGC, l'IFBM (Institut Français des Boissons de la Brasserie Malterie) et les Malteurs de France.*

*Je remercie Messieurs Hans-Günter LINTZ et Michel SARDIN, Directeurs du Laboratoire des Sciences du Génie Chimiques de m'avoir accueilli au sein de ce laboratoire.*

*Je remercie vivement M. Michel FICK (Directeur du Laboratoire Génie des Procédés et Biotechnologies Alimentaires (GPBA) et Directeur des études de l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires (ENSAIA) pour avoir accepté d'être mon directeur de thèse. J'associe à ces remerciements, M. Patrick Boivin (Directeur scientifique de l'IFBM) pour ses conseils précieux.*

*Je remercie Messieurs Nicolas ROCHE, professeur à IUT de Aix Marseille, M. Christophe DAGOT, maître de conférences à l'ENSIL et M. Emile BENIZRI, professeur à l'ENSAIA. Je tiens à remercier plus particulièrement M. Ivan MARC, directeur de recherche au GPBA et M. Frantz FOURNIER maître de conférences à l'ENSAIA ) pour leurs conseils précieux*

*Je remercie également M. Mbaka MALANDA (Responsable biochimie à l'IFBM), M<sup>lle</sup> Myriam Fliss et Mme Nathalie OUARNIER (Responsable de qualité à l'IFBM) pour leurs conseils judicieux. Je remercie également M. Robert Morand (Directeur du groupe Malteurop) de m'avoir aidé tout au long de ce travail. Je remercie également les Directeurs des malteries (Soufflet, Malteurop et Grandes Malteries Modernes) pour m'avoir accueillis dans leurs locaux et pour m'avoir permis de réaliser une partie de ce travail.*

*Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes que j'ai côtoyé durant ces trois années au GPBA, et particulièrement Evelyne, Bernard, Fabrice, Emmanuel, Davin, Nadine, Bérengère, François, Damien, Stéphane, Mme Isabelle Chevalot, Mme Annie Marc et M. Joseph Boudrant. Je remercie en particulier Jean Marie, Sandra, Aude, Catherine, Delphine et tous les personnels du laboratoire de production à l'IFBM.*



## ***SOMMAIRE***

---



---

<b>NOMENCLATURE .....</b>	<b>3</b>
<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>8</b>
<b>PREMIÈRE PARTIE - CHAPITRE 1</b>	
<b>Etude bibliographique : de l'orge au malt .....</b>	<b>11</b>
I. Le marché mondial de l'orge, du malt et de la bière .....	14
II. L'orge de brasserie .....	16
III. Le procédé de maltage .....	24
IV. Les enzymes de l'orge et du malt .....	41
V. Microflore de l'orge et du malt .....	46
<b>PREMIÈRE PARTIE - CHAPITRE 2</b>	
<b>Etude bibliographique : La collecte de l'information pour l'expérimentation ..50</b>	
I. Méthodes de recherche .....	52
II. Modélisation .....	56
III. Le plan d'expériences .....	59
<b>DEUXIÈME PARTIE - CHAPITRE 3</b>	
<b>Matériels et Méthodes .....</b>	<b>75</b>
I. Matériel végétal .....	77
II. Matériels de l'expérimentation .....	77
III. Méthodes analytiques .....	79
<b>DEUXIÈME PARTIE - CHAPITRE 4</b>	
<b>Méthodes d'optimisation .....</b>	<b>92</b>
I. Introduction .....	94
II. Algorithmes génétiques .....	95
III. Application des algorithmes génétique à l'optimisation de la trempé .....	102
<b>TROISIÈME PARTIE - CHAPITRE 5</b>	
<b>Effet de l'aération sur la qualité de la trempé et du malt ..106</b>	

I. Etude de la trempe industrielle .....	110
II. Etude de la trempe en fermenteur .....	122
III. Mesure de la demande de l'orge en oxygène .....	149
IV. Conclusion .....	154

**TROISIÈME PARTIE – CHAPITRE 6**

**Optimisation de la trempe en malterie .....**155

I. Construction des plans d'expériences optimaux .....	159
II. Effet des diagrammes de trempe sur la qualité de la trempe et du malt .....	164
III. Modélisation et traitement des résultats .....	179
IV. Essais de modélisation avec un nouveau lot de Scarlett .....	186
V. Optimisation de la trempe .....	193
VI. Validation expérimentale des conditions optimales .....	197
VII. Conclusion .....	204

**CONCLUSION ET PERSPECTIVES .....**205

**RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....**209

**ANNEXES**

## ***NOMENCLATURE***



## ***Abréviations***

ADN	Acide DésoxyriboNucléique
ATP	Adenosine-TriPhosphate
AG3	Acide Gibbérellique
ALA	Atténuation Limite Apparente
A.G.	Algorithme génétique
CLHP	Chromatographie Liquide Haute Performance
DO	Densité Optique
D	Désagrégation au calcofluor
DOV	DésOxyniValénol.
DAS	DiAcétoxyScirpénol
Da	Dalton
Ev.Op	Evolutionary Operation
EBC	European Brewery Convention
F*	Friabilité (Valeur cible du critère à optimiser)
Fr	Freinte Réelle
Fa	Freinte Apparente
GP	Grains Piqués
GE	Grains Entiers
GID	Grains Incomplètement Désagrégés
H()	Humidité
H	Homogénéité au calcofluor
IT	Indice de Trempe
IP	Indice de Plumule
M()	Masse
M.S	Matière Sèche
NA	Nutrient Agar
NDMA	N-nitrosoDiMéthylAmine
O.F.A.T	One Factor At a Time (un-facteur-à-la-fois)
P()	Poids de la capsule
Pra	Pertes par radicelles
PDA	Potato Dextrose Agar
ppm	partie par million

R.I	Indice de Réfraction (CLHP)
R	Rendement
SE	Stratégie d'Evolution
UV	Ultra Violet
UFC	Unité Formant Colonie
W.K.	Windish Kolback : unité de mesure du pouvoir diastatique

*Symboles mathématiques*

$a_0$	Coefficients du modèle
D	Fonction de Dominance de Pareto
D-optimal	Déterminant optimal
$E()$	Espérance mathématique
E	vecteur de l'Erreur de mesure
$\xi$	Erreur de mesure expérimentale
$EP_i$	Erreur de Prévision au point i
$F()$	Fonction représentant le modèle
g	génération courante
L	nombre de gènes
M	Matrice d'information de Fisher
m	taux de mortalité de l'algorithme génétique
N	Nombre d'individus qui composent une génération
$n_f$	Nombre de facteurs du plan
p	nombre de paramètres
r	Nombre d'individus non-dominés de la génération g
s	Taux de survie (A.G.)
T	Matrice triangulaire issue de l'orthogonalisation de X
$T^{-1}$	Inverse de la matrice T
T	seuil de mortalité infantile
Var	Variance
$X^T$	Transposé de la matrice X
X	Matrice d'expériences
$X^T X$	Matrice d'information de Fisher
$(X^T X)^{-1}$	Inverse de $X^T X$
$x_i$	Vecteur représentant une expérience
y	Réponse mesurée
$\hat{y}$	Réponse calculée
$\Sigma$	somme de :

## *Vocabulaire*

Acide gibbérellique (AG3)	Hormone de croissance
Allèles	Un des deux chromosomes dans le cas de représentation diploïde
Atténuation	La diminution de la densité de la bière au cours de la fermentation
Chromosome	Codage d'un individu
Coup de feu	Denier pallier thermique de touraillage
Diagramme de trempe	Phases et durées de la trempe
Désagrégation	Modification du malt par action des enzymes
Domaine expérimental	Aire d'étude des différents facteurs
Dominance	Indique le gène qui sera exprimé ou transmit aux enfants parmi les deux allèles
Enfants	Individus générés par action des opérateurs génétiques sur les parents
Freintes	Pertes au maltage
Friabilité	Désagrégation physique du malt
Facteur	Variable d'entrée du système dont on étudie l'effet des variations
Facteur maîtrisable	Facteur dont on peut fixer le niveau au cours des essais
Facteur qualitatif	Désigne un facteur dont les variations ne sont pas continues
Facteur quantitatif	Désigne un facteur dont les variations sont continues dans un intervalle donné
Facteurs bruits	Facteurs non maîtrisables
Génération	Passage d'une population à une autre
Génotype	Représentation codée d'une solution dont l'expression donne le phénotype
Hussard	Développement poussé de la plumule
Hétérozygote	Individu diploïde dont les deux allèles sont différents
Homozygote	Individu diploïde dont les deux allèles sont identiques
Indice de Kolbach	Indice de désagrégation chimique du malt
Individu	Point de l'espace des solutions

---

Niveau d'un facteur	Les valeurs d'un facteur
Périodes sous eau	Phases d'immersions d'orge
Périodes sous air	Phases de repos
Piquage	Croissance du germe
Parents	Individus sélectionnés pour former une nouvelle génération
Phénotype	Expression réelle du génotype d'une solution
Plan optimal	Plan construit selon un critère d'optimalité défini
Population	Ensemble des individus
Réponses	Grandeur mesurée d'un procédé
Résidu	Différence entre les résultats expérimentaux et les résultats calculés
Tourailage	Opération de séchage du malt vert
Variante continue	Variante indépendante qui change de façon continue sur un intervalle
Variante discrète	Variante indépendante qui change par palier



## ***INTRODUCTION***

---



## ***Introduction***

Le malt constitue la matière première principale de la fabrication de la bière et conditionne sa qualité finale. Les tendances actuelles de la malterie sont de mieux maîtriser le procédé afin de répondre aux exigences accrues du client et aux particularités des cahiers des charges établis.

La fabrication du malt représente l'un des premiers procédés alimentaires développés depuis plus de 6000 ans (Briggs, 1998). Au fil des siècles, les techniques se sont améliorées en passant de la production artisanale à la production industrielle. Cependant, malgré de récents progrès technologiques, la fabrication du malt est restée aux mains du « savoir faire ». Bien que de nombreuses recherches d'ordre sensoriel (Fliss M, 1996) ou d'ordres qualitatifs sont entreprises dans le domaine de la malterie, peu d'approches scientifiques de l'optimisation de ce procédé ont été constatées.

En tant que premier exportateur mondial de malt, la France se doit de produire un malt de qualité physico-chimique et sanitaire correspondant aux nouvelles attentes de ses clients internationaux. Le malteur français, pour répondre à ces nouvelles normes, devra maîtriser et contrôler rigoureusement son approvisionnement et son procédé. Sur le marché du malt, seuls les faibles coûts et la différenciation par la qualité permettent aux différents acteurs de conserver leurs marchés actuels, sans pour autant en gagner de nouveaux.

Une démarche de recherche et d'optimisation du procédé de maltage devient ainsi un moyen de se différencier de la concurrence par une meilleure connaissance du procédé. Cette maîtrise passe par une limitation de la variabilité de la qualité du malt produit. Pour obtenir un malt de qualité homogène, on doit être en mesure de prendre en compte la variabilité des variétés d'orge utilisées et celle du procédé de production appliqué.

Le maltage se déroule en trois étapes principales : la trempage, la germination et le touraillage. L'orge est tout d'abord trempée pour augmenter sa teneur en eau, puis elle subit une phase de germination pour développer les principales enzymes responsables de la désagrégation de l'endosperme et de l'amidon. Enfin, l'orge est touraillée pour arrêter la croissance du germe, développer les arômes et la couleur de la bière finale et aboutir à un produit stable.

La trempage est une opération essentielle dont la conduite déterminera le déroulement de toutes les opérations ultérieures au maltage. Ainsi, l'optimisation de cette opération est-elle tout à fait justifiée dans la maîtrise de la qualité du malt.

L'intitulé exact de ce programme d'étude est « Etude et modélisation de la trempage en malterie ». Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire des Sciences du Génie Chimique (LSGC), en collaboration avec les malteurs de France et l'IFBM (Institut Français des Boissons, de la Brasserie et de la Malterie).

L'objectif de ce travail est d'améliorer les connaissances des phénomènes impliqués dans la trempage et de mieux maîtriser les paramètres opératoires de ce procédé pour optimiser la qualité du malt.

L'acquisition de nouvelles connaissances sur l'action de trempage est indispensable à la maîtrise de la qualité physico-chimique du malt. Cette maîtrise nécessite cependant, de disposer d'outils performants permettant l'optimisation de ce procédé. Pour cela, de nombreuses techniques sont couramment utilisées, mais leur application est souvent limitée par les nombreuses contraintes rencontrées. Le choix des expériences à réaliser revêt une importance considérable lors d'une démarche d'optimisation puisque le temps et les coûts consacrés à la phase expérimentale ainsi que la qualité des informations recueillies en dépendront directement.

Le principe du projet repose sur un ensemble de résultats menés à trois niveaux, un niveau industriel, en micromalterie et en cuve de laboratoire. Dans ce contexte, ce projet a pour but de maîtriser la trempage en :

- Identifiant l'impact de l'aération des trempages en malteries industrielles et en laboratoire sur la qualité finale du malt,
- Optimisant le diagramme de trempage et en caractérisant l'effet de chaque phase de trempage sur la qualité du malt.

Ce travail a fait l'objet d'une étude à la fois expérimentale et théorique et se décompose en trois parties.

La première partie est consacrée à une étude bibliographique approfondie, constituée de deux chapitres. Elle contribue à une meilleure connaissance des données disponibles tant au niveau du procédé de maltage qu'au niveau des principales modifications qui accompagnent la production du malt. Elle détaille ensuite la méthodologie appliquée à la planification d'expériences, la modélisation et l'optimisation des performances.

La deuxième partie présente l'ensemble des techniques utilisées et est scindée en deux chapitres. Le chapitre 3 décrit les matériels et méthodes expérimentaux appliqués à l'évaluation de la qualité du malt au cours et après sa production. Le chapitre 4 décrit l'outil d'optimisation utilisé pour construire les plans d'expériences optimaux et pour la détermination des conditions optimales de la trempe.

La troisième et dernière partie présente les principaux résultats obtenus. Le chapitre 5 est consacré aux résultats obtenus à l'échelle industrielle et à l'échelle laboratoire et présente l'impact de l'aération des trempes sur la qualité finale du malt. Le chapitre 6 détaille les résultats de la planification expérimentale, les modèles établis ainsi que les diagrammes de trempe optimaux obtenus à partir de ces derniers. Ce chapitre présente également la validation des résultats précédents.

Enfin une conclusion résume les résultats obtenus et est suivie des principales perspectives à ce travail.



**PREMIÈRE PARTIE**

**ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE**



**PREMIÈRE PARTIE**

**Chapitre 1**

**De l'orge au malt**

---



## PREMIÈRE PARTIE

### Chapitre I

#### *De l'orge au malt*

<b>I. Le marché mondial de l'orge, du malt et de la bière .....</b>	<b>14</b>
<b>II. L'orge de brasserie .....</b>	<b>16</b>
II.1. Taxonomie et histologie .....	16
II.2. Composition du grain d'orge .....	18
II.2.1. L'embryon .....	18
II.2.2. L'endosperme .....	20
II.2.3. La couche à aleurone .....	22
II.2.4. Les glumelles .....	22
II.2.5. Le péricarpe-testa .....	22
II.2.6. La paroi externe .....	23
II.3. Qualités requises pour le maltage .....	23
<b>III. Le procédé de maltage .....</b>	<b>24</b>
III.1. Nettoyage et calibrage .....	25
III.2. Le trempage .....	27
III.2.1. Importance de l'hydratation de l'endosperme du grain .....	27
III.2.2. La température des eaux de trempage .....	29
III.2.3. Disponibilité de l'oxygène en trempage .....	30
III.2.4. Matériels de la trempage .....	31

III.2.5. Eau de trempage .....	33
III.3. La germination .....	34
III.3.1. Modalités de la germination .....	34
III.3.2. La respiration de l'embryon .....	36
III.3.3. Paramètres de la germination .....	37
III.3.3.1. Influence de l'humidité du grain .....	37
III.3.3.2. Influence de la température de l'air .....	37
III.3.3.3. Aération .....	37
III.3.3.4. Durée de la germination .....	38
III.3.4. Matériels de la germination .....	38
III.4. Touraillage du malt vert .....	39
III.5. Le dégermage et le stockage du malt .....	40
<b>IV. Les enzymes de l'orge et du malt .....</b>	<b>41</b>
IV.1. Les enzymes dégradant les esters phosphoriques .....	41
IV.2. Les enzymes dégradant les parois cellulaires de l'albumen .....	42
IV.3. Les enzymes dégradant les protéines .....	43
IV.4. Les enzymes dégradant l'amidon .....	43
IV.5. Les enzymes dégradant les lipides .....	46
<b>V. Microflore de l'orge et du malt .....</b>	<b>46</b>
V.1. Effet de la microflore sur la transformation de l'orge .....	48
V.2. Maîtrise de la microflore au maltage .....	49

**FIGURES**

Figure I-1 : Coupe longitudinale d'un grain d'orge.....	17
Figure I-2 : Coupe transversale des enveloppes, de la couche à aleurone et de l'endosperme amylicé d'un grain d'orge.....	17
Figure I-3 : Embryon d'un grain d'orge.....	17
Figure I-4 : Nombre d'épillettes fertiles par article de rachis (x 5).....	18
Figure I-5 : Structure des granules d'amidon.....	21
Figure I-6 : Schéma des opérations en malterie.....	26
Figure I-7 : Cuve de trempage cylindro-conique.....	32

Figure I-8 : Cuve de trempage à fond plat.....	32
Figure I-9 : Modèle de la modification du malt.....	35
Figure I-10 : Case de germination Saladin.....	38
Figure I-11 : Réactions enzymatiques au cours du maltage et brassage.....	41
Figure I-12 : Schéma de dégradation enzymatique de l'amidon au maltage et brassage.....	44

**TABLEAUX**

Tableau I.1 : Classement des 12 premiers brasseurs (Bios, mars 2002).....	15
Tableau I.2 : Classement des 12 premiers malteurs (mars 2002).....	16
Tableau I.3 : Composition biochimique de l'orge et du malt.....	19
Tableau I.4 : Les principales modifications biochimiques au cours du maltage.....	36
Tableau I.5 : Propriétés des enzymes protéolytiques du malt.....	43
Tableau I.6 : Conditions optimales des enzymes amylolytiques .....	45

## **PREMIÈRE PARTIE**

### **Chapitre 1**

#### *De l'orge au malt*

Afin de situer l'étude de la trempe dans la technologie de la malterie et son effet sur la qualité du malt, il est utile, en premier lieu, de résumer les différentes étapes qui, de l'orge, nous conduisent au malt. La malterie est une industrie qui transforme l'orge sélectionnée, aux caractéristiques botaniques, biologiques et biochimiques bien déterminées, en malt matière première essentielle dans la fabrication de la bière.

#### **I. Le marché mondial de l'orge, du malt et de la bière**

La consommation de bière s'est mondialement accrue depuis les années 1950. En 25 ans, celle-ci a plus que doublé, passant ainsi de 650 millions d'hectolitres en 1970 à 1200 millions en 1992. La production de bière est de 1400 millions d'hectolitres en 2001. Les 12 leaders mondiaux représentent environ 52 % de la production mondiale de la bière (tableau I.1).

Cette évolution implique à son tour une augmentation des besoins en orge de brasserie de qualité et donc en malt. La production mondiale du malt est de l'ordre de 16 millions de tonnes, dont 94% est destinée à la production de la bière, 4% à la fabrication du whisky et 2% à l'alimentation humaine.

Tableau I.1 : Classement des 12 premiers brasseurs (Bios, mars 2002).

Brasseurs	Production (millions hl)	Axes de développement
Anheuser-Busch (Etats Unis)	155	Europe, Amérique du Sud et la Chine
Interbrew (Belgique)	90	Monde
Heineken (Pays-Bas)	88	Monde
AmBev (Brésil)	63	Amérique du sud
S.A.B (G.B)	60	Afrique, Europe Centrale, Chine et Amérique
Carlsberg (Danemark)	54	Europe Centrale et l'Europe d'Ouest
Miller (Etats Unis)	52	Etats Unis
Scottish & Newcastle (G.B)	37	Europe Centrale et l'Europe de l'Ouest
Modelo (Mexique)	36	Mexique
Kirin (Japon)	35	Asie pacifique
Foster's (Australie)	29	-
Guinness (Irlande)	27	-

Contrairement à la bière qui est brassée dans 130 pays, la production de malt est limitée à 49 pays où les conditions climatiques sont favorables à la culture de l'orge. Approximativement, 30 pays participent à l'exportation de malt. Le nombre de malteries dans le monde est estimé à 450 usines, dont 155 situées dans les pays de la CEE. Les 12 premiers malteurs représentent environ 54 % de la production mondiale (tableau I.2).

La France, premier exportateur mondial de malt depuis plus de 25 ans, fournit les brasseries du monde entier. Actuellement, des malteries Soufflet, sont à la tête des principaux producteurs Français de malt avec une capacité de production de 1 273 000 tonnes, suivie par Malteurop et Grande Malteries Modernes, respectivement avec une production de 946 000 t et 750 000 t.

Tableau I.2 : Classement des 12 premiers malteurs (Bios, mars 2002).

Malteries	Production estimée en tonnes (2000-2001)
Soufflet (France)	1 273 000
Cargill (Etats Unis)	1 250 000
Conagra (Etats Unis)	1 240 000
Malteurop (France)	946 000
IMC (France)	750 000
Greencore (Irlande)	660 000
Rahr (Etats Unis)	530 000
Weissheimer (Allemagne)	510 000
Heineken (Irlande)	450 000
AmBev (Brésil)	410 000
Anheuser-Busch (Etats Unis)	400 000
GMC/Ningbo (Chine)	400 000

## II. L'orge de brasserie

Il est possible de faire de la bière avec toutes les céréales contenant de l'amidon. Cependant l'orge présente des avantages qui font d'elle une céréale idéale pour la fabrication de cette boisson.

### II.1. Taxonomie et histologie

L'orge appartient au règne végétal, à l'embranchement des Anthophytes, à la classe des Monocotylédones, à la sous-classe des Commelinidae, à l'ordre des Cyperales, à la famille des Poaceae, et au genre *Hordeum*. Les orges brassicoles appartiennent essentiellement à deux grandes espèces ; les orges à deux rangs (*Hordeum distichum*), dont seul l'épillet central est fertile et les orges à six rangs (*Hordeum polystichum*), dont tous les épillets sont fertiles. Les orges à deux rangs sont généralement des orges de printemps (2RP) et les orges à six rangs des orges d'hiver (6RH) mais il existe plusieurs variétés d'orge à deux rangs d'hiver (2RH) et à six rangs de printemps (6RP). Une des particularités intéressantes de l'orge est d'être un grain vêtu. Les glumelles adhèrent au grain et ne s'en séparent pas au battage. Les figures I-1, I-2 et I-3, présentent des coupes longitudinale et transversale de différents tissus du grain.

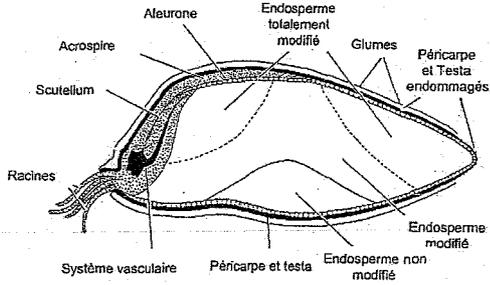


Figure I-1 : Coupe longitudinale d'un grain d'orge (MacLeod, 1979).

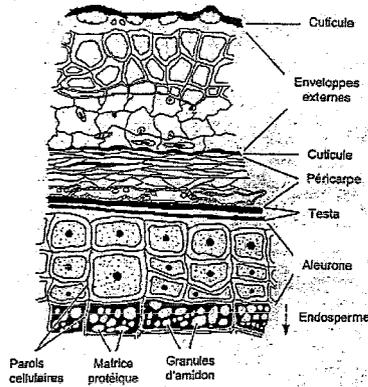


Figure I-2 : Coupe transversale des enveloppes, de la couche à aleurone et de l'endosperme amylicé d'un grain d'orge (Palmer, 1989).

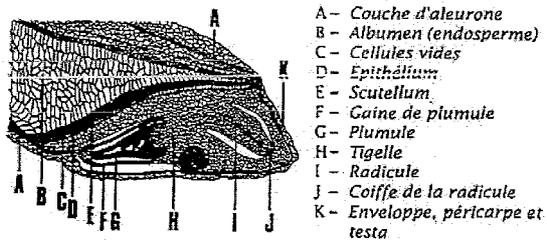


Figure I-3 : Embryon d'un grain d'orge (Palmer, 1989).

Actuellement, les variétés cultivées en France sont des orges à six rangs de type pallidum (épi lâche), des orges à deux rangs de type nutans (épi lâche) et erectum (épi compact) (figure I-4). La compacité de l'épi affecte la forme de la base du grain, qui présente, chez les types nutans et pallidum un point d'attache en biseau, chez le type erectum un point d'attache en bourrelet.

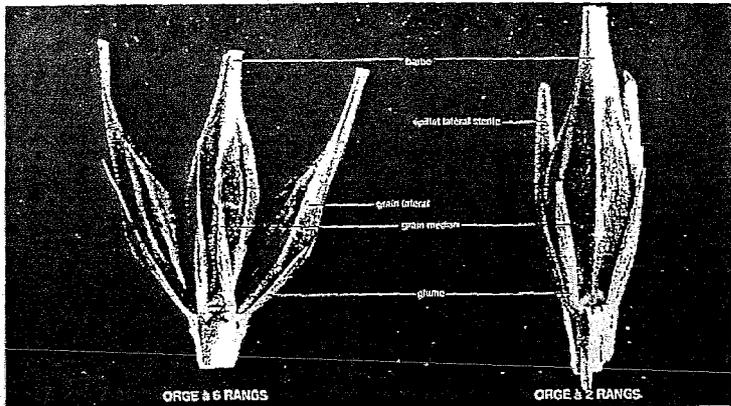


Figure I-4 : Nombre d'épillets fertiles par article de rachis (x 5) (Moll, 2000).

## II.2. Composition du grain d'orge

La structure physique du grain joue un rôle important sur la vitesse de modification du grain, et donc sur l'efficacité du maltage et la qualité finale du malt. En fait, les grains diffèrent dans la taille et le détail structurel. Ce manque d'uniformité est une source principale de l'hétérogénéité du malt. Le grain d'orge est une matière complexe contenant : une plantule complète (l'embryon), une réserve de matières nutritives (l'endosperme), une couche périphérique de cellules capables de former des enzymes hydrolytiques (la couche aleurone), une membrane semi-perméable (le péricarpe-testa), et une paroi extérieure pailleuse. La composition biochimique en poids sec d'un grain d'orge est donnée dans le tableau I.3.

### II.2.1. L'embryon

La graine d'orge est constituée d'un embryon arrangé principalement sur la face dorsale du grain, et d'une couche amyloacée limitée extérieurement par plusieurs assises successives.

L'embryon est séparé de l'endosperme par le scutellum, qui a une fonction de sécrétion et permet la diffusion des enzymes hydrolytiques de l'embryon vers l'endosperme. L'embryon et l'endosperme se sont développés de manière indépendantes et ont donc une composition chimique différente. L'embryon qui représente le siège des activités vitales du grain, en particulier grâce aux enzymes, contient un substrat respiratoire qui est le saccharose, des lipides et des protéines de structure.

Tableau I.3 : Composition biochimique de l'orge et du malt (Allosio-Ouarnier, 1999).

Constituants biochimiques	ORGE	MALT
	Teneur en % du poids sec	Teneur en % du poids sec
<b>Glucides</b>	78-85	79-88
Amidon	63-65	58-60
Saccharose	1-2	3-5
Sucres réducteurs	0,1-0,2	3-4
Polysaccharides solubles dans l'eau (gommes)	1-1,5	2-4
Polysaccharides solubles dans les solvants organiques (hémicelluloses)	8-10	6-8
Cellulose	4-5	5
Autres	1	2
<b>Lipides</b>	2-3	2-3
<b>Protéines</b>	8-11	8-11
Albumine	0,5	2
Globuline	3	-
Hordéine	3-4	2
Glutéline	3-4	3-4
Acides aminés et peptides	0,5	1-2
<b>Acides nucléiques</b>	0,2-0,3	0,2-0,3
<b>Sels minéraux</b>	2	2,2
<b>Autres dont lignine...</b>	5-6	6-7

Le saccharose et le raffinose sont les principaux sucres de l'embryon et représentent un quart du poids de la matière sèche de l'embryon. Les protéines de l'embryon d'orge sont en grande partie des albumines et globulines. Au cours du maltage la plumule grandit de la surface dorsale du grain, vers la face ventrale. L'embryon pendant sa croissance produit des hormones (acide gibbèrellique GA), qui traversent la couche de l'extérieur du grain (l'aleurone). Les enzymes stimulées par les hormones vont être formées et sécrétées de l'aleurone vers l'endosperme.

### **II.2.2. L'endosperme**

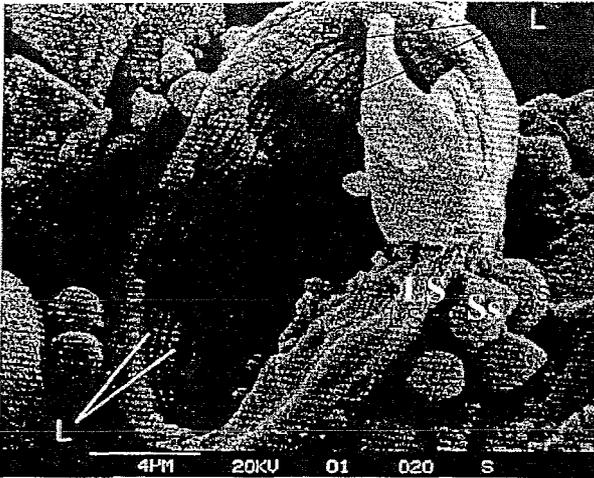
L'albumen (endosperme) est constitué de 65 % d'amidon, de 7 à 12 % de protéines, de 6 à 8 % de gommés et de matériels celluloseux dans les parois cellulaires (70 % de  $\beta$ -glucanes, 20 % de pentosanes, 5 % de protéines, 2 % de glucomannanes, 2 % de cellulose, 0,5 % d'acides phénoliques et 0,5 % d'acides uroniques), et de 2 à 3 % de lipides. L'albumen représente l'organe de réserve de l'orge. Il est constitué de cellules mortes remplies de granules d'amidon entourés de protéines.

Une hydrolyse acide ménagée de cet organe met en évidence trois niveaux de résistance. On observe des zones amorphes tendres, des zones amorphes plus dures et des zones cristallines acidorésistantes. Les graines d'orge sont caractérisées par des différences structurelles au niveau de l'endosperme, où on peut trouver des secteurs farineux et des secteurs durs. Les secteurs farineux contiennent des cellules lâchement condensées avec la présence d'un espace aérien entre les granules d'amidon. Les secteurs durs sont densément condensés de petites granules d'amidon dans une matrice de protéines dense (Chandra *et al*, 1999).

L'amidon est le constituant majeur de l'endosperme de l'orge et représente 50-70 % du poids sec du grain. Il est constitué de deux polymères, 25 % d'amylose et 75 % d'amylopectines.

L'amylose est un polymère linéaire de 500 à 2500 unités glucoses liées par des liaisons  $\alpha$ -1-4. L'amylopectine est également formée de glucoses liés par des liaisons  $\alpha$ -1-4 mais avec des ramifications partant de liaisons  $\alpha$ -1-6. Les chaînes sont de 20 à 25 unités glucose entre chaque ramification. Le poids moléculaire élevé suppose une structure très ramifiée comprenant de 10 000 à 100 000 glucoses. A maturité, l'endosperme de l'orge est constitué de deux types de granules d'amidon, qui ont une structure semi-cristalline. Les gros granules d'amidon (Type-A), de diamètre compris entre 10 et 25  $\mu$ m représentent 10 % du nombre de

granules et 90 % du poids de l'amidon (Figure I-5). Ils ont une température de gélatinisation de 61-62°C. Les petits granules d'amidon (Type-B), de diamètre compris entre 1 et 5 µm représentent 90 % du nombre de granules et 10 % du poids de l'amidon, et ont une température de gélatinisation de 75-80°C. La température d'empesage est de 60°C. Cette température, basse par rapport à l'amidon de pomme de terre (65°C) ou de maïs (75°C), facilite la saccharification qui a lieu au cours du brassage (Macleod, 1979).



LS : Gros grains d'amidon Ss : Petits grains d'amidon L : Structure lamellaire

Figure I.5 : Structure des granules d'amidon (Palmer, 1989).

Les autres polysaccharides sont essentiellement les constituants des parois cellulaires, les  $\beta$ -glucanes et les pentosanes. Les  $\beta$ -glucanes sont constitués d'enchaînements de 3 ou 4 unités glucose liées par des liaisons  $\beta$ -(1-4) séparés par une liaison  $\beta$ -(1-3). Les pentosanes ou arabinoxylyanes sont des polymères de xylose.

La composition protéique de l'orge dépend de ces particularités génétiques et des conditions environnementales de la culture. Les protéines influencent non seulement la saveur de la bière et la stabilité de la mousse, mais elles affectent aussi la turbidité et la filtration du moût. Il y a 4 types de protéines d'orge : l'albumine ou leucosine (4 % des protéines totales) soluble dans l'eau, globuline ou édestine (31 % des protéines totales) soluble dans les solutions

salines, prolamine ou hordéine (36 % des protéines totales) soluble dans l'alcool à 70 % et glutéline (29 % des protéines totales) soluble dans la soude.

Les lipides d'orge sont de quatre types : triglycérides (69 %), lipides polaires (27 %), diglycérides (2 %) et acides gras libres (2 %). Les granules d'amidon contenant des quantités plus petites de lipides polaires seront plus faciles à dégrader par les enzymes.

### **II.2.3. La couche à aleurone**

La couche à aleurone renferme, dans sa partie la plus externe, de l'amidon et des protéines, et dans sa partie interne, des lipides (30 %), des protéines (20 %), de l'acide phytique, des vitamines du groupe B, de la cellulose et des pentosanes, mais pas d'amidon. La couche à aleurone est constituée de 3 ou 4 assises de cellules vivantes riches en matières azotées et en globules lipidiques. Pendant le développement du grain, ces cellules vont se différencier. Les plus internes vont permettre la synthèse de protéines et d'amidon. Les plus externes sont les cellules à aleurone. Les cellules à aleurone renferment de petits organes subcellulaires riches en protéines, acide phytique et sucres. Elles sont spécialisées dans la synthèse, lors de la germination, d'enzymes hydrolytiques qui vont solubiliser les polymères dans l'endosperme.

### **II.2.4. Les glumelles**

La glumelle dorsale ou lemma possède une paroi épaisse, alors que la glumelle ventrale ou palea a une paroi plus fine. Les glumelles protègent la plumule qui va se développer au cours de la germination et constituent donc un avantage pour l'orge par rapport à d'autres graines qui n'ont pas d'enveloppes. Les glumelles sont très riches en celluloses et hémicelluloses, et représentent 10 à 20 % du poids sec de la graine.

### **II.2.5. Le péricarpe-testa**

Le péricarpe est séparé de l'enveloppe par une couche cireuse et est soudé à la testa par une couche de cellules à parois lignifiées. Le péricarpe est composé majoritairement de cellulose (20 %) mais contient également 6 % de protéines, 2 % de cendres, 0,5 % de lipides et de pentosanes. La testa est constituée de deux bandes superposées composées de matériaux cireux et lipidiques. L'ensemble péricarpe-testa est semi-perméable (perméable à l'eau mais constitue une barrière pour de nombreux solutés) et attribue la capacité sélective de l'absorption du grain. Cette imperméabilité diminue avec le temps de trempage. La testa

contient beaucoup de substances phénoliques telles que les proanthocyanidines qui sont impliquées dans le trouble colloïdal de la bière.

### II.2.6. La paroi externe

La paroi externe entoure complètement le grain sauf aux 2 extrémités. Elle doit être intacte pour permettre une absorption d'eau homogène lors du trempage, pour protéger l'embryon des infections pendant la germination. Elle représente  $\pm 3\%$  du poids du grain et entoure la totalité du grain. Elle possède une fonction protectrice, et assure par capillarité la distribution d'eau sur la surface du grain. La graine est sélectivement perméable ; elle empêche non seulement la sortie des sucres et des acides aminés du grain, mais aussi l'entrée des microorganismes. Les dégradations fortuites par ces parois permettent la perte de substances nutritives, la croissance microbienne dans les tissus et la perte de la force mécanique. Dans des cas extrêmes, elles peuvent même empêcher la germination de l'embryon.

### II.3. Qualités requises pour le maltage

Les propriétés analytiques, agronomiques et physiologiques des orges de maltage sont bien définies. Analytiquement les grains d'orge doivent être viables (au moins 95 %). L'aptitude d'une orge à répondre à cette exigence dépend essentiellement de son état physiologique (dormance) et des conditions de stockage. Cependant, l'état physiologique de l'orge dépend de la maturité et de la masse des grains, et de la température et durée de stockage (Carreck *et al*, 1997). Le stockage à faible hygrométrie stimule une germination rapide et donne des malts dont l'activité de l' $\alpha$ -amylase est élevée (Bourne *et al*, 1985). D'après Parker (1993), l'orge viable présente une grande quantité d'ATP par rapport à l'orge non viable. Cette quantité d'ATP est accrue en augmentant l'humidité du grain.

La qualité de l'orge de brasserie doit prendre en compte sa teneur en protéines, élément de sa qualité technologique. En effet, une teneur trop élevée en protéines entraîne un mauvais malt, avec un extrait faible, puis des problèmes de tenue de mousse et de troubles dans la bière (Brisson, 1998). Les protéines servent de nourriture à la levure pendant la fermentation et sont les principaux facteurs du moussieux et moelleux. L'excès de protéines diminue le rendement en salle à brasser, et provoque un trouble lors de la conservation de la bière par précipitation des complexes protéines-tanins. De plus, une orge très riche en matières azotées se désagrège plus difficilement. L'excès de protéines freine la pénétration de l'eau, les grains restent durs et

la qualité du malt est abaissée. Les orges doivent donc être ni trop riches (< à 11,5 %), ni trop pauvres en protéines (> 9 %). La teneur en protéines est un facteur variétal mais dépend des conditions climatiques et des techniques culturales. La maîtrise de la fertilisation azotée est déterminante pour la production d'une orge brassicole.

La variété, par son extrait, son énergie germinative, la finesse de son enveloppe, la nature et la richesse de ses protéines, intervient à toutes les étapes de maltage et de la fabrication de la bière. La pureté variétale joue un rôle important sur les vitesses de modification et sur l'homogénéité du malt. Le contrôle de la pureté de la variété, qui doit dépasser 93 % est généralement réalisé par identification visuelle basée sur les caractéristiques morphologiques du grain ou électrophorèse.

L'orge utilisée pour le maltage doit être sèche (teneur en eau doit être inférieure à 15 %), sans maladies, d'une coloration raisonnable, sans débris incluant la poussière, sans mauvaises herbes, sans grains étrangers ou cassés, et d'une taille uniforme. Le choix d'une variété contenant moins d'oxydases et un bon potentiel d'antioxydants (substances phénoliques), permet de réduire l'effet d'oxydation des bières et améliorer sa saveur (Boivin, 2000).

Les agriculteurs ont une préférence pour l'orge à six rangs pour son rendement plus élevé et sa période de croissance plus réduite, comparativement aux variétés à deux rangs. De plus, l'utilisation des orges à six rangs permet aux malteurs de limiter les coûts d'énergie et d'augmenter le rendement de malt (Home *et al*, 1981). Pour une même variété, la richesse du grain en amidon est proportionnelle à sa grosseur, la grosseur du grain conditionne donc le rendement du malt au brassage.

### **III. Le procédé de maltage**

Le maltage et le brassage sont pratiqués depuis au moins 6000 ans (Briggs, 1998). Il est possible de produire du malt à partir de blé, de seigle, d'avoine, de triticale, de maïs, de sorgho, et de riz. Mais la majeure partie des malts sont produits à partir d'orge. Le maltage peut être défini comme une germination limitée sous des conditions particulières et contrôlées. Deux éléments essentiels doivent être associés au maltage. Il faut tenir compte, d'une part de la dormance des grains en ne les maltant que quelques semaines après la récolte, d'autre part de leur « post-maturation » qui les modifie biochimiquement après la récolte. Le

but du maltage est de bien modifier les grains d'orge et d'éviter au maximum les problèmes liés à la variété et au procédé. Parmi ces problèmes, on peut indiquer :

- L'hétérogénéité de la germination de l'orge,
- des différences de la production ou de la réponse à la stimulation d'hormones de croissance (acide gibbérellique),
- L'endosperme inégalement hydraté, et,
- des enzymes qui attaquent les divers substrats ne sont pas produites en quantité suffisantes, ou n'atteignent pas leurs substrats.

### **III.1. Nettoyage et calibrage**

Le bon état sanitaire du grain, sa faible humidité et de bonnes conditions de stockage (il est conseillé de disposer de systèmes de ventilation et de réfrigération de l'orge) feront que cette orge conservera sa capacité germinative. L'orge, après contrôle à la réception des critères qualitatifs (pureté spécifique et variétale, calibrage, humidité, taux de protéine, pouvoir germinatif), est déchargé au silo et classée suivant ces caractéristiques. Dans le silo, l'orge est préalablement nettoyée et débarrassée des impuretés les plus importantes (cailloux, débris végétaux, pailles, petites graines et poussières) sur des appareils appelés séparateurs.

Avant la mise en trempé, le grain est débarrassé des corps étrangers, des grains cassés, des autres graines et des poussières par tamisage et aspiration. Les grains de taille inférieure à 2,5 mm sont séparés et utilisés pour l'alimentation animale. Après la préparation et le nettoyage de l'orge, le maltage se déroule en trois principales étapes : la trempé, la germination et le touraillage. Le schéma I-6 décrit succinctement les différentes phases du maltage.

Durée des opérations

Température des opérations

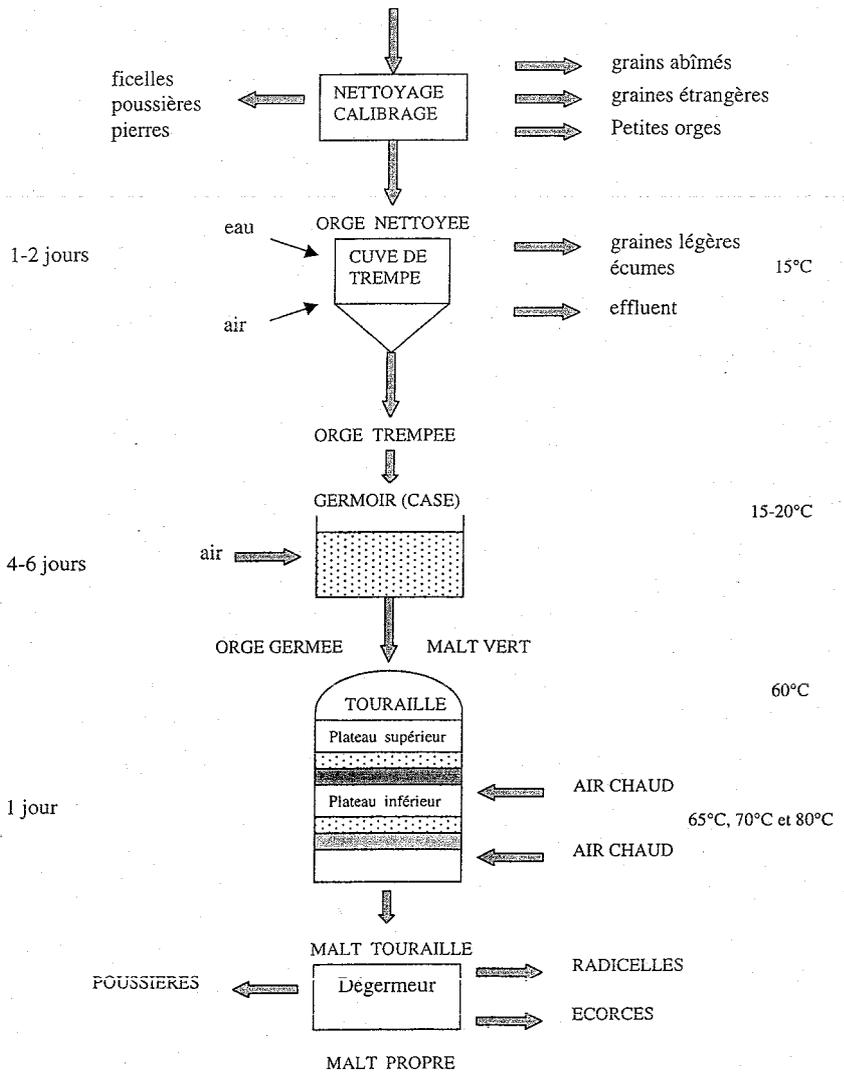


Figure I-6 : Schéma des opérations en malterie

### III.2. Le trempage

La trempage est une opération essentielle dont la conduite déterminera le déroulement de toutes les opérations ultérieures du maltage. Selon un adage « Das Malz wird in der Weiche gemacht », en d'autres termes, « le malt se fait à la trempage ». En fait, l'expérience tend à prouver qu'aucune intervention ultérieure ne peut compenser une mauvaise trempage. Pour produire un malt homogène il est nécessaire d'obtenir des grains dont l'eau d'imbibition est répartie uniformément. Le but de la trempage est d'amener l'humidité du grain de 12-15 % à 42-45 % de façon à initier la germination du grain qui se traduit par l'amplification des phénomènes respiratoires. En plus de l'hydratation de l'orge, la trempage permet l'élimination en surface du grain des impuretés, microorganismes, et des inhibiteurs afin de garantir une meilleure homogénéité du malt. Les paramètres essentiels de la trempage sont la teneur en humidité du grain (degré de trempage), la température de l'eau, le diagramme de trempage, l'emploi de différents additifs, l'agitation, l'aération et naturellement la variété de l'orge utilisée (variété, taille, dureté, sensibilité à l'eau, énergie et capacité germinative, teneur en protéines...).

#### III.2.1. Importance de l'hydratation de l'endosperme du grain

L'hydratation du grain doit répondre aux besoins en eau de la couche à aleurone à la fois pour la production des enzymes et pour leur migration à travers le complexe multicellulaire de l'endosperme. De plus, la quantité d'eau absorbée par le grain doit permettre une modification homogène des tissus tout en minimisant la croissance et la respiration de l'embryon (Chapon, 1960). Dans le grain sec, l'embryon et le reste du grain ont une teneur en eau similaire, égale à 14 % en moyenne. Dès le début de la trempage, le grain s'imbibe très rapidement, puis de plus en plus lentement (Urion, 1948). L'embryon et les enveloppes absorbent l'eau beaucoup plus rapidement que l'endosperme. Les mécanismes d'absorption peuvent être décomposés en 2 phases (Brookes *et al*, 1976) :

- Une phase d'absorption rapide de l'eau par l'embryon due à un simple phénomène physique, et,
- Une phase de prise d'eau consécutive de la progression du métabolisme du grain. Durant cette deuxième phase, la prise en eau semble régulée par l'embryon, du fait de son développement.

L'hydratation du grain d'orge pendant le trempage passe de 10-15 % à 38-48 % avec des périodes sous eau (phases d'immersions d'orge) et sous air (phases de repos). Le diagramme de trempage avec les périodes sous eau / air doit être adapté aux variétés d'orge. La durée de ces phases joue un rôle essentiel sur la qualité du malt. Le piquage de l'orge est obtenu généralement après 36 heures. Les orges se distinguent par la quantité d'eau qui leur est nécessaire pour germer. Aucune n'est capable de germer à moins de 30 % d'humidité (Gibbons, 1983), et les plus exigeantes ont besoin de 50 % d'eau. En général, l'humidité requise varie de 42 à 46 %. Selon De Clerck, 1980, une teneur en eau supérieure à 50 % entraîne un développement trop important de la plumule qui finit par percer l'enveloppe du grain. Ces grains sont qualifiés de « hussards ».

La vitesse d'absorption de l'eau par le grain est principalement liée à sa structure (variété, taille) et à la température de l'eau de trempage (Urion, 1948 ; Morgan *et al.*, 1983). Selon De Clerck en 1965, l'aération de la trempage n'a aucun effet sur la vitesse de pénétration d'eau. Les taux de protéines et de  $\beta$ -glucanes élevés limitent l'absorption d'eau (Brookes *et al.*, 1986 ; Gibbons, 1983), de même que la structure interne du grain et la taille du grain (Palmer, 1977 ; Bathgate, 1989). En effet, les petits grains fixent plus rapidement l'eau que les gros grains.

Les caractéristiques de dureté de l'endosperme semblent être d'une grande importance. Les endospermes farineux, donnant des malts de bonne qualité, possèdent une structure ouverte fissurée et les granules d'amidon sont peu liés à la matrice protéique. L'eau pénètre donc dans ce type d'amande plus facilement que dans des endospermes durs.

L'entrée d'eau est ralentie par les couches externes imperméables du grain et notamment le péricarpe. Dans une graine intacte, l'eau pénètre préférentiellement dans la région embryonnaire, plus lentement à l'extrémité distale et dans des proportions moindres dans la région ventrale (Axcell, 1983). Par contre, une abrasion ou une scarification du péricarpe facilite l'imbibition. De tels traitements ont été appliqués pour améliorer la rapidité de la trempage et donc accélérer la transformation de l'orge.

Le type de décuvage peut influencer l'embryon et la vitesse de respiration, et peut entraîner une surpression au niveau du germe (Palmer, 1989). Le décuvage humide entraîne une chute importante de la vitesse de respiration (Yoshida, 1979). Pendant le décuvage à sec, la vitesse de respiration continue de croître linéairement.

La germination est totalement inhibée par une pression supérieure à 2 bars. Notons aussi que l'effet négatif de la pression dépend du développement embryonnaire, de la vitalité du grain et du mode de trempage. En ce qui concerne la pression exercée par la hauteur de colonne d'eau en trempage sur le grain, celle-ci peut entraîner des différences importantes sur le malt final (extrait soluble faible).

Durant la trempage, les modifications du grain résultent essentiellement de la dissolution. La testa étant une enveloppe semi-perméable, les sels minéraux contenus dans l'eau ne peuvent pas pénétrer dans l'albumen. L'action dissolvante ne peut donc se produire qu'à l'extérieur de la testa et se limite à l'enveloppe (Urion, 1948).

Pendant cette première étape du maltage et en particulier pendant les six premières heures, le grain perd de 0,6 à 1,5 % de sa matière sèche. Les substances dissoutes sont de natures diverses : matières colorantes, tanins, matières azotées, gommes, sucres, et dans des proportions moindres des matières minérales. La trempage marque le démarrage des réactions enzymatiques qui se poursuivront pendant la germination.

### III.2.2. La température des eaux de trempage

La température de l'eau de trempage est un paramètre très important. Elle agit sur la vitesse d'imbibition et par conséquent sur la durée de cette première étape du maltage. Selon Fliss en 1996, les températures de l'eau et de l'air n'ont pas d'influence significative sur les paramètres analytiques du malt. Une trempage à basse température (10-12°C) nécessite de rallonger la durée de cette phase (Hudson, 1986). La vitesse d'absorption d'eau par le grain est d'autant plus rapide que la température de l'eau est élevée et la période de découvert plus longue (Chapon, 1960). Une trempage à l'eau chaude (45 à 50°C) réduit la durée de trempage, facilite la désagrégation et limite le développement des micro-organismes. De telles températures présentent cependant des risques pour l'embryon. En outre, un tel travail favorise une désagrégation hétérogène et trop importante. La trempage à l'eau chaude ne s'est par conséquent pas répandue dans les malteries industrielles. On peut également diminuer la durée de la trempage en pratiquant le « Squeeze malt ». Les grains d'orge sous trempage sont légèrement comprimés par passage entre deux rouleaux métalliques, ce qui facilite l'entrée d'eau. Cependant, un tel procédé provoque souvent des modifications hétérogènes au cours de la germination (Northam, 1985).

La vitesse et l'efficacité de formation des enzymes en germination sont limitées par le choc thermique provoqué par une trempe à une température supérieure à 20°C et une germination conduite à 15°C (Narziss, 1970b). La  $\beta$ -glucanase y est particulièrement sensible. Le développement des enzymes responsables de la solubilisation des protéines de stockage et des parois cellulaires (endopeptidases,  $\beta$ -glucanases) est réduit par la trempe chaude (Baxter *et al*, 1980a). L'activité carboxypeptidase ne semble pas sensible aux variations de températures.

### **III.2.3. Disponibilité de l'oxygène en trempe**

Lorsque l'orge entre en phase de respiration ou de germination, ce qui se fait en fin du premier sous eau, la demande en oxygène devient primordiale. Pour apporter cet oxygène nécessaire au grain, les cuves de trempes sont équipées de sur-presseurs d'air. Au début du trempage, Moll (2000) préconise un débit d'air de 10 m<sup>3</sup>/t/h, ce débit devant augmenter au cours du trempage pour atteindre 180-250 m<sup>3</sup>/t/h à la fin de cette opération.

La première eau de trempage qui sert à nettoyer l'orge s'enrichit rapidement en matières organiques ou minérales et l'oxygène dissous disparaît. Dès que l'embryon devient actif la respiration de celui-ci commence et augmente progressivement en transformant les réserves d'orge en énergie, CO<sub>2</sub> et eau. En absence d'oxygène, l'embryon devient incapable de respirer. En favorisant la fermentation avec production de CO<sub>2</sub> et alcool, la concentration de ce dernier augmente et devient toxique (Hough, 1985).

La pénétration d'oxygène est entravée quand le grain est plongé dans l'eau pour une durée prolongée. Cette constatation a conduit les malteurs à appliquer une immersion interrompue par des périodes « sous air ». De plus, il arrive que de l'air ou de l'oxygène soient incorporés dans l'eau de trempe. Ces périodes sous air permettent l'élimination du dioxyde de carbone et de l'éthanol qui pourrait inhiber la germination.

Bien que l'oxygène soit indispensable à la respiration de l'embryon et à la synthèse des enzymes de dégradation de l'endosperme, il n'est pas indispensable pour la poursuite des modifications du grain. Les enzymes restent pleinement actives même si elles sont totalement privées d'oxygène, alors que le germe est tué. Notons de plus, qu'une fois formées, les enzymes peuvent continuer à agir avec une humidité qui est bien moindre que celle qui est nécessaire à la continuation de la croissance du germe. Il paraît essentiel non pas d'aérer au

maximum les phases sous eaux de trempes, mais d'éviter l'accumulation du dioxyde de carbone en trempes et surtout après le démarrage de la germination.

Les études menées par Powell *et al* (1993) ont montré l'effet positif d'une trempes aérobie sur tous les paramètres qualitatifs du malt, sauf sur les taux de  $\beta$ -glucanase et la couleur du moût qui accusent des diminutions respectives de 13 et 9 % quand l'eau de trempes est enrichie en oxygène. La trempes aérée accélère l'activité physiologique de la germination et maximise le développement des enzymes. Selon le même auteur, il semble que le développement de la  $\beta$ -amylase n'est pas nécessairement inhibé par le taux de CO<sub>2</sub>. Une faible concentration d'oxygène lors de la germination inhibe le développement de l' $\alpha$ -amylase et de la peptidase, réduit l'extrait et la fermentabilité et augmente la viscosité.

Suite à des essais d'agitation et d'aération en micro-malterie, Kelly et Briggs (1992) n'ont pas observé d'amélioration significative de l'homogénéité de l'hydratation du grain.

Au cours de la germination, l'activité respiratoire de l'orge colonisée par la microflore augmente avec le niveau d'oxygène en air, et le mécanisme de compétition entre l'orge et la microflore pour l'oxygène se fait par une interaction entre cette microflore et les métabolites de l'orge (Van Campenhout en 1999).

Chapon (1960), a souligné l'effet des conditions défavorables d'oxygénation en trempes, qui retardent la germination de l'orge et provoquent une hétérogénéité du malt.

Une aération trop poussée de la trempes provoque une formation de hussard à la germination et une augmentation de la freinte (Chambers et Lambie cité par De Clerck en 1965). La présence du CO<sub>2</sub> en forte quantité dans l'eau de trempes provoque un effet de retard de la germination.

#### III.2.4. Matériels de la trempes

La trempes s'effectue dans des cuves cylindro-coniques (figure I-7), de contenance de 40 à 50 tonnes. Cette limitation de taille est due au fait que des capacités supérieures engendreraient des pressions trop fortes sur les couches inférieures. Les diagrammes de trempes souvent appliqués dans ce genre de cuves, comportent généralement trois phases de sous eau séparées par des phases de sous-air aérées. Les longs sous-airs aérés dans de telles cuves peuvent

mener à un rapide accroissement des concentrations de dioxyde de carbone et de la température de grain. Les aérations dans les cuves cylindro-coniques de trempage sont d'environ 0.5 à 3.0 m<sup>3</sup>/min/tonne (Bathgate, 1989).

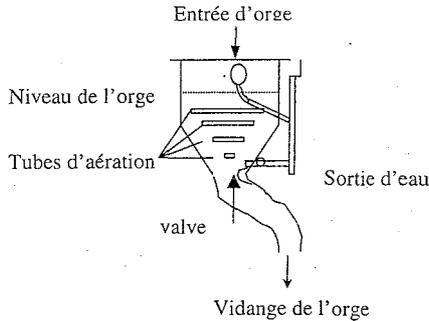


Figure I-7 : Cuve de trempage cylindro-conique (Hough, 1985).

Il existe également des trempes ventilés à fond plat (Figure I-8). Leurs capacités peuvent atteindre 250 tonnes. L'épaisseur du lit de grains y est uniforme, l'aération très bonne et l'extraction du CO<sub>2</sub> efficace. Généralement, dans ce genre de cuves, des diagrammes en deux sous eau avec un long sous-air intermédiaire et aéré sont aussi possibles. En effet, car de telles cuves ont une excellente aération (8-17 m<sup>3</sup>/min/tonne) et il n'y a aucune limitation de la durée du sous-air.

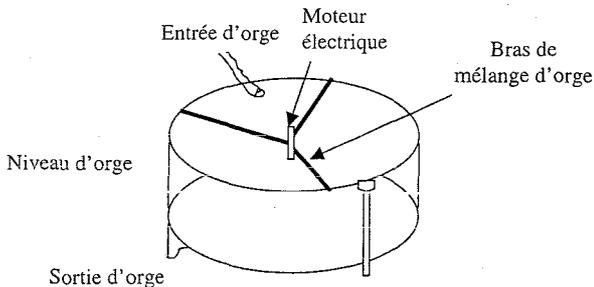


Figure I-8 : Cuve de trempage à fond plat (Hough, 1985).

D'après les études menées par Cantrell *et al* en 1981, le type de cuve de trempage (cuve à fond plat et cuve cylindro-conique) et la profondeur dans la même cuve peuvent influencer l'homogénéité des grains en trempage et peuvent présenter certaines variations des niveaux de pH, température, % d'oxygène dissous, CO<sub>2</sub>, et éthanol. Cependant, dans ces conditions environnementales différentes, la qualité du malt issue des différentes cuves de trempage ne présente aucune variation significative. Cette hétérogénéité incitée pendant la trempage est éliminée par l'étape de la germination.

### III.2.5. Eau de trempage

La présence de certains ions métalliques, telle que As<sup>3+</sup>, Cr<sup>2+</sup>, Ag<sup>2+</sup>, Ti<sup>3+</sup> et V<sup>3+</sup>, peut inhiber totalement la germination du grain et limiter la fermentabilité des moûts (Fukui, 1971). Une eau de trempage calcaire et alcaline est préférable à une eau douce et permet l'élimination du dioxyde de carbone (Urion, 1948 ; Kauert, 1955). Des substances telles que la soude ou la potasse peuvent être utilisées.

De plus, on ajoute parfois des antiseptiques comme de l'eau oxygénée ou du formol pour éliminer la flore bactérienne. Il est également possible de pulvériser sur l'orge en transfert vers les cuves de germination des solutions de *Geotrichum* pour améliorer la qualité sanitaire du malt en inhibant le développement de la flore toxigène et la synthèse de mycotoxines (Boivin et Malanda, 1993,1997 ; Haikara *et al* en 1993).

Cette flore est inhibée aussi par l'usage du SO<sub>2</sub>, ou de l'acide lactique (Hull *et al*, 1996 ; Pérez *et al*, 2001). Divers agents chimiques peuvent être ou ont été employés en trempage, ou au cours du transfert vers le germoir, et ceci dans le but d'améliorer la vitesse de modification du grain ou de réduire le développement de la microflore. Dans ce but, l'emploi de formaldéhyde (0,1 %) ou d'alcalins, tels que l'hydroxyde de sodium (0,1 %) ou la potasse (0,1 %), a permis de limiter le développement des microorganismes. Une amélioration de la stabilité colloïdale de la bière peut en être la conséquence.

Les pertes au maltage ont été limitées par l'utilisation du bromate de potassium à des concentrations de 100 à 2000 ppm. Ce produit a la particularité de bloquer la synthèse des enzymes protéolytiques, d'inhiber la respiration de l'embryon et la croissance des radicelles. Il est pulvérisé au moment du décuvage sur le grain à des concentrations allant jusqu'à 200

ppm. D'une manière comparable, le persulfate d'ammonium a été employé à des concentrations de 125 à 500 ppm. L'emploi du peroxyde d'hydrogène a permis de lever la dormance de certaines orges. Il en est de même pour l'acétate. Une concentration équivalente à 100 ppm permet de lever la dormance de certains grains. Cependant, une concentration supérieure à 250 ppm retarde, voire inhibe la germination. Une acidification de l'orge en cours de maltage a également permis des améliorations qualitatives et quantitatives. Par ailleurs, une amélioration conséquente de la qualité du malt peut être obtenue par pulvérisation d'enzymes exogènes sur le malt vert et plus particulièrement d'hémicellulase ou de  $\beta$ -glucanase.

Actuellement, seul l'acide gibbétellique reste autorisé en France. Son utilisation permet également de limiter les effets négatifs dus à la pression dans le cas d'un décuvage humide. L'action de la trempée est normalement achevée après 2 jours dans la plupart des malteries modernes. Les grains sont transférés de préférence à sec afin d'éviter les dégâts aux embryons vers les salles de germination, au cours de laquelle, ils vont subir différentes modifications.

### **III.3. La germination**

La germination est une étape très importante du procédé de maltage, elle est à l'origine des principales modifications qui apparaissent au sein du grain au cours du maltage. Elle représente une amplification des transformations physiologiques du grain avec développement du germe, des enzymes et des radicelles (Mac Grégor, 1991 ; Debourg, 1998).

#### **III.3.1. Modalités de la germination**

L'absorption d'eau va permettre le déclenchement de la synthèse enzymatique au cours de la germination et favoriser la diffusion des enzymes de la couche à aleurone vers l'albumen. L'action de ces enzymes pendant le brassage permet une hydrolyse de l'amidon et des protéines de l'orge pour produire respectivement des sucres et des acides aminés. Ces acides aminés seront destinés au développement des plantules et aux synthèses protéiques. Quant aux sucres, ils seront utilisés dans la voie des pentoses-phosphates et dans le cycle de Krebs pour l'apport d'énergie, avec l'oxygène absorbé par le grain comme accepteur final d'électron au niveau de la chaîne respiratoire.

La membrane plasmique du scutellum activé développe un système de transport qui permet la pénétration des peptides et des acides aminés dans le scutellum dans la direction contraire à leur gradient de concentration. Le taux maximal de pénétration est atteint après 3 jours de germination.

Le complexe  $\beta$ -glucanases-pentosanases attaque le réseau de membranes cellulosesiques qui perd de sa rigidité. Les protéines matricielles sont alors hydrolysées ce qui permet la libération de granules d'amidon. Ces derniers sont alors désolidarisés et il apparaît des zones de moindre résistance dans la substance interstitielle. Ce phénomène porte le nom de « désagrégation » (Enari, 1981).

Au cours de la germination, il se produit une désagrégation physique du grain qui se traduit par un changement de structure qui devient friable, et une désagrégation chimique due à des modifications des substrats biochimiques complexes de l'orge (Munck *et al*, 1981). Cette désagrégation commence dans la région adjacente au scutellum et se propage depuis l'extrémité proximale vers l'extrémité distale du grain dans un plan relativement parallèle à l'épithélium du scutellum (Figure I-9). Comme le scutellum est incliné dans le grain, la modification de l'endosperme amylicé est plus avancée dans la partie dorsale. Cette désagrégation de l'endosperme a lieu environ 18 heures après le début de la germination. Le taux de désagrégation dépend de la vitesse de répartition de l'eau dans l'endosperme, de la vitesse de synthèse des enzymes hydrolytiques, de la structure de l'endosperme, et du contenu des parois cellulaires en  $\beta$ -glucanes et leur capacité à synthétiser des  $\beta$ -glucanases.

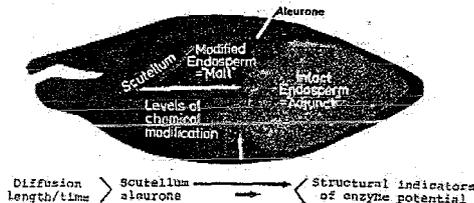


Figure I-9 : Modèle de la modification du malt (Schildbach, 1981).

La formation et la migration des enzymes au cours de la germination permettent une modification des principaux constituants de l'orge (tableau I.4).

Tableau I.4 : Les principales modifications biochimiques au cours du maltage.

Constituants	diminution	augmentation
Amidon %	10 %	-
Saccharose	-	X 2
Protéines totales %	5 %	-
Protéines solubles %	-	X 4
Azote $\alpha$ -aminé %	-	X 4
$\beta$ -D-glucanes %	90 %	-
Pentosanes %	-	-
$\beta$ -amylase	-	X 4
$\alpha$ -amylase (DU)	-	X 35
Endo- $\beta$ -glucanase (IRV)	-	-
Croissance de la plumule	-	X 12

### III.3.2. La respiration de l'embryon

La respiration de l'embryon se traduit par la perte de la matière sèche, une absorption d'oxygène, un dégagement de dioxyde de carbone et une formation d'eau. La respiration et la croissance de l'embryon doivent être limitées. En effet, toutes les réserves consommées constituent des substrats non utilisables dans les étapes ultérieures de la fabrication de la bière. Pour assurer son développement, l'embryon a besoin de substances de croissance (matières azotées, hydrocarbonées, et minérales) et de substances énergétiques (glucides, lipides). Ces nutriments vont être puisés dans les réserves de l'endosperme. Les réserves utilisables sont insolubles et insérées dans une matrice protéique et des parois cellulaires cellulosiques. Elles doivent donc être préalablement solubilisées et les parois rendues perméables, pour pouvoir atteindre le germe. Tout cela est réalisé grâce à des enzymes, qui diffusent à travers le scutellum et pénètrent dans l'endosperme.

D'un point de vue physiologique, l'embryon synthétise des gibbérellines (Macherd, 1979). L'acide gibbérellique (GA3) stimule la synthèse de nombreuses enzymes par la couche à aleurones du grain (Atanda, 1970; Palmer, 1979; Mc Leod, 1967). Les attaques enzymatiques successives permettent la solubilisation et la libre circulation des substances nutritives nécessaires à la croissance de l'embryon. Les cellules de ce dernier se trouvent alors abondamment irriguées et se multiplient, ce qui se traduit par la sortie et la croissance rapide des radicules. On dit que le grain « se pique ». Ce phénomène intervient dès la fin de la trempé et au premier jour de la germination. Au troisième jour les radicules « fourchent ». Parallèlement la plumule se développe sous les enveloppes sur la partie opposée au sillon. Si la germination dure trop longtemps, la plumule sort du grain et est alors appelée « hussard ».

### **III.3.3. Paramètres de la germination**

Tous les mécanismes biochimiques nécessaires à initier la germination sont entièrement présents dans l'embryon, une fois que l'on permet l'exposition à l'eau et l'air et que l'état de repos est imposé par la structure embryonnaire ou par l'environnement du grain. Les deux processus fondamentaux intervenant lors de la germination (hydrolyses enzymatiques dans l'amande et synthèse dans le germe) sont fortement influencés par la température, l'aération, la durée et l'humidité régnant au cours de cette étape.

#### **III.3.3.1. Influence de l'humidité du grain**

L'embryon pour qu'il puisse poursuivre sa croissance pendant la germination, récupère une partie de l'eau présente dans l'endosperme entraînant ainsi un dessèchement progressif du grain (environ 0,5 % d'humidité est perdue par jour de germination, Narziss, 1970a). Il est nécessaire de maintenir l'humidité du grain autour de 45 %.

#### **III.3.3.2. Influence de la température de l'air**

La température de la germination est un paramètre difficile à optimiser. En effet des basses températures permettent de bonnes activités enzymatiques alors que les hautes températures permettent d'accélérer la germination et la production d'enzymes au début de cette étape. Cependant ces dernières sont dénaturées par la suite. Il est donc nécessaire de trouver un optimum entre 16 et 20°C.

### **III.3.3.3. Aération**

L'aération agit sur la respiration et donc sur les resynthèses. Il faut par conséquent la limiter si on veut limiter la freinte (pertes de matières). La consommation d'oxygène est de 2 à 3 fois plus rapide en germination qu'en trempage (Dalshstrom *et al*, 1963). Le quotient respiratoire du grain augmente rapidement après la trempage pendant 8 heures, pour se stabiliser 20 heures avant de réaugmenter jusqu'au cinquième jour de germination (Waller, 1967).

### **III.3.3.4. Durée de la germination**

La durée de la germination dépend de la variété d'orge maltée et du type d'installation utilisé et dure entre 4 à 6 jours. Un allongement de la durée de germination favorise la désagrégation du grain et augmente l'activité enzymatique (Narziss, 1969). D'après Robbins *et al* en 1963, la teneur du malt en acides aminés est accrue que la durée de germination augmente. Selon Bathgate *et al* en 1978, une germination longue et fraîche maximise la fermentabilité du malt et minimise les pertes au maltage.

### **III.3.4. Matériels de la germination**

Un type d'installation est essentiellement utilisé industriellement : le maltage pneumatique en case ou système SALADIN.

Les cases (figure I-10) sont des germoirs rectangulaires, en béton, constitués d'une base perforée, de préférence en acier inoxydable, pour laisser passer l'air à travers le lit d'orge, d'une unité produisant de l'air humidifié sous pression, d'un mécanisme pour permettre le retournement des grains et éviter l'agrégation des racelles, et d'un système de remplissage et de vidange. La hauteur des couches de grains varie entre 60 et 80 cm soit entre 350 et 500 kg/m<sup>2</sup>.

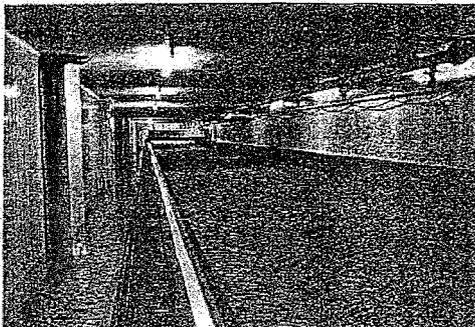


Figure I-10 : Case de germination Saladin.

#### III.4. Touraillage du malt vert

Au cours de la germination, l'activité biologique du grain continue à croître, aussi, lorsque la production enzymatique et la modification de l'endosperme ont atteint leurs niveaux optimaux, cette activité doit être arrêtée.

Le touraillage consiste à faire passer de l'air chaud au travers de la couche de malt vert et de ramener l'humidité du malt de 40-45 % à une valeur inférieure à 5 %. La baisse du taux d'humidité limite les modifications du malt et facilite sa stabilité au cours du stockage, sans risque de contamination microbienne. Outre la baisse de la teneur en humidité, le touraillage assure un certain potentiel enzymatique et développe les arômes et la couleur du malt. En effet, la couleur et les composés aromatiques du malt résultent des complexations chimiques et des réactions biochimiques intervenant pendant cette opération (Scriban *et al*, 1973). La qualité de la bière finie dépend pour plusieurs raisons d'un contrôle strict du séchage et du « coup de feu ».

Le touraillage qui se traduit par une augmentation progressive de la température, conduit à des modifications biochimiques du malt vert, différentes selon les paliers thermiques mis en œuvre. Il comporte plusieurs étapes :

- premier séchage où la teneur en eau est amenée à 23 %,
- séchage intermédiaire où la teneur en eau est amenée à 12 %. (50-70 °C; 12-22 h),
- élimination de l'eau liée où la teneur en eau est amenée à 6 %. (65-75 °C),

- coup de feu où la teneur en eau est amenée à 2-3 %. (85-110 °C; 4-5 h), et,
- refroidissement par ventilation d'air froid pour ramener la température à 30-35°C.

Le touraillage débute par des températures inférieures à 35°C, qui amènent l'humidité du grain de 45-47 % à une valeur de 20 %. Durant cette phase, la respiration du grain se poursuit, le pouvoir diastasique augmente légèrement et les synthèses (sucres réducteurs, saccharose) accompagnées d'une diminution des réserves et d'un dégagement de dioxyde de carbone se poursuivent.

Le touraillage se prolonge par une température plus élevée comprise entre 45 et 55 °C. Durant cette phase, l'embryon est détruit, mais l'activité enzymatique persiste. De nouveaux sucres apparaissent et le taux d'azote soluble s'accroît. Si la température et l'humidité sont suffisamment élevées, des sucres et des acides aminés s'accumulent. Ce mélange, provoque par réaction de Maillard, l'apparition de mélanoidines colorées (Karakus, 1975).

Le coup de feu varie selon le type de malt à produire, l'augmentation de sa température de 75 à 95°C, une légère modification de l'extrait, de la viscosité du moût, une diminution du taux d' $\alpha$ -amylase et une augmentation du taux d'azote soluble et de la couleur du moût de malt (Piendl, 1976). Au-delà de 60°C, les enzymes sont progressivement désactivées. Elles ne sont détruites que pour des températures dépassant 110-120°C ou pour une durée prolongée du coup de feu. Les malts clairs, destinés à la fabrication des bières blondes, et les malts foncés, destinés à la fabrication des bières brunes subissent des touraillements d'intensité différente. La destruction enzymatique est moindre dans les malts clairs.

Le touraillage ne se limite pas au blocage de l'activité des enzymes mais provoque également la coagulation des autres protéines, essentielle à la clarté de la bière. La quantité d'azote soluble et par conséquent l'extrait diminuent donc légèrement.

La forme des tourailles varie énormément d'une malterie à l'autre. Les tourailles circulaires et rectangulaires sont les plus répandues du fait de leur simplicité d'utilisation, et de leur coût relativement faible.

### III.5. Le dégermage et le stockage du malt

Le malt touraillé doit être débarrassé de ses radicules qui sont fortement hygroscopiques, et qui peuvent transmettre des substances indésirables au moût. La valorisation des radicules se fait dans les domaines de l'alimentation animale, en pharmacie (tisanes de radicules contre le diabète), substrat pour la levure de boulangerie, culture d'orchidées (Urion, 1948).

Le malt fraîchement touraillé contient suivant la qualité et le lieu de production 4,5 % d'humidité. Ce produit est très hygroscopique et toutes les mesures doivent être employées pour éviter la prise d'humidité. Le stockage doit avoir lieu à des températures inférieures à 25°C afin d'empêcher une augmentation de la couleur dans les silos sans aération. Après contrôles analytiques, les malts seront stockés dans des cellules distinctes de même composition. Ces différents malts pourront être mélangés en vue d'obtenir les caractéristiques exigées par chacun des clients pour avoir des livraisons les plus homogènes possibles.

### IV. Les enzymes de l'orge et du malt

Le degré de modification de l'orge dépend en grande partie de la variété d'orge utilisée et du potentiel enzymatique développé au cours de la germination (Seward *et al*, 1991). Ces enzymes synthétisées lors de la germination sont principalement actives lors du brassage (Figure I-11).

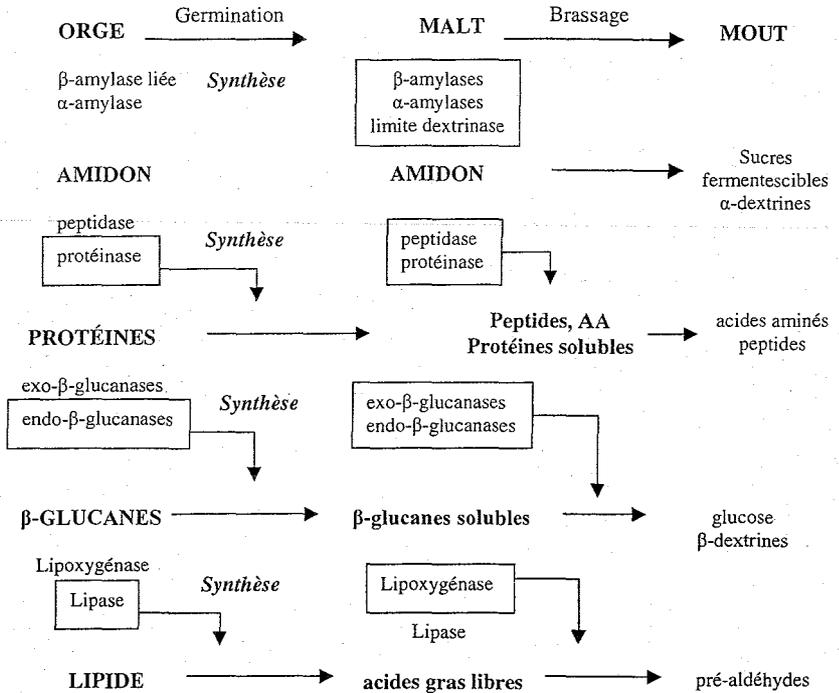


Figure I-11: Réactions enzymatiques au cours du maltage et brassage.

#### IV.1. Les enzymes dégradant les esters phosphoriques

Entre 80 et 82 % des esters phosphoriques sont hydrolysés par la phytase et dans une moindre mesure par l'amylophosphatase. La phytase, qui est une enzyme endogène de l'orge, attaque la phytine, abondante dans les cellules à aleurone et les esters hexaphosphoriques de l'inosite. Cette dégradation aboutit à une libération d'un mélange de phosphates mono et di-métalliques et d'inosite qui sont des composants importants pour la levure durant la fermentation.

#### IV.2. Les enzymes dégradant les parois cellulaires de l'albumen

Les parois cellulaires de l'endosperme, dans lequel l'amidon et les protéines sont insérés, rendent ces matériels indisponibles à l'embryon. La modification de ces parois de cellules est essentielle pour le développement du germe. La structure de ces parois est complexe, elle

comporte des hémicelluloses qui sont généralement solubles dans les solutions alcalines et des gommages qui peuvent être solubles dans l'eau.

Les parois de l'endosperme contiennent des  $\beta$ -glucanes à 75 %, arabinoxylanes à 15 %, des protéines 5 %, des glucomannanes 3 % et doivent être dégradés pendant le maltage. Cette opération est essentielle et constitue avec la dégradation des protéines la désagrégation plus ou moins importante du malt.

Le malt contient des  $\beta$ -glucanes avec 70 à 74 % de liaisons  $\beta$ -1,4 et 26 à 30 % de liaisons  $\beta$ -1,3 (Gómez, 1997). Le poids moléculaire des  $\beta$ -glucanes varie entre  $2.10^5$  à  $4.10^6$  Da (Lewis, 1995). Les  $\beta$ -glucanes sont liés à des protéines par des liaisons covalentes, formant ainsi des complexes donnant une matrice relativement rigide.

La présence des  $\beta$ -glucanes dans le malt provoque une augmentation de la viscosité du moût et peut engendrer des problèmes de filtration de la bière (Wainwright, 1997 ; Gómez, 1997 ; Letters *et al*, 1985). Le mécanisme de solubilisation des  $\beta$ -glucanes est lié à l'activité protéolytique et carboxypeptidase (Robertson en 1997).

L'action des glucanases pendant le maltage est incomplète : elle permet de baisser de 10-20 % le taux des  $\beta$ -glucanes par rapport à celui de l'orge. La synthèse des glucanases est stimulée par l'acide gibbérellique. Des modèles de prédiction de l'effet de la température du brassage sur l'activité des glucanases et la solubilisation des  $\beta$ -glucanes ont été étudiés par Kettunen en 1996.

#### **IV.3. Les enzymes dégradant les protéines**

Les protéines de réserve, hordéines et glutélines sont principalement localisées dans l'endosperme de l'orge et jouent un rôle essentiel pendant la germination. Les conditions génétiques et climatiques lors de la culture d'orge jouent un rôle important sur l'assimilation, de l'azote et le contenu protéique de l'orge (Bertholdsson, 1999). Ces protéines, dont la concentration ne doit pas dépasser 11,5 %, forment une matrice autour des granules d'amidon et sont hydrolysées pendant la germination libérant les  $\alpha$ -amylases. Les protéines dégradées en acides aminés sont transformées en nouvelles protéines nécessaires à la croissance du germe.

L'hydrolyse des protéines de l'orge permet la dégradation des protéines de stockage insolubles en protéines solubles, peptides et acides aminés. Les protéines solubles vont intervenir dans la mousse et le trouble colloïdale de la bière. Les acides aminés seront utilisés par la levure lors de la fermentation.

Les endopeptidases dégradent les protéines en petits peptides et polypeptides, qui sont à leurs tours dégradés par la carboxypeptidase. L'activité des endopeptidases est multipliée par 20 lors de la germination. Ce sont des enzymes thermosensibles (tableau I.5). Elles représentent 90 % de l'activité totale et nécessitent un groupement sulfure. Leur activité peut être limitée par la présence des inhibiteurs endogènes dans le malt.

Tableau I.5 : Propriétés des enzymes protéolytiques du malt.

	pH optimal	Température (°C)	
		Optimale	inactivation
Amino-peptidases	7,2	40-45	55
Carboxypeptidases	5,2-5,6	50	70
Dipeptidases	8,8	40-45	55
Endoprotéases	3,9-5,5	45-50	70

#### **IV.4. Les enzymes dégradant l'amidon**

L'amidon, constituant majeur de l'orge (55-65 %) est présent sous forme de gros et petits granules dans l'albumen. Les gros granules (10-25 µm), ont une température de gélatinisation entre 61 et 62°C, tandis que les petits granules (1-5 µm) et qui représentent 90 % du nombre total se gélatinisent à une température plus élevée (75-80°C). Les petits grains d'amidon sont plus riches en éléments minéraux que les gros granules (Palmer, 1989). Les études menées par Tang en 2002, ont montré que les petits granules possèdent un pouvoir gonflant plus grand et une sensibilité aux enzymes plus élevée dans l'orge que les gros granules.

La dégradation de l'amidon est une étape cruciale pour la viabilité des grains, car l'amidon qui ne peut être directement fermenté par la levure, doit être transformé en sucres assimilables par la levure (sucres fermentescibles). Cette dégradation est accomplie par les enzymes amylolytiques synthétisées au cours du maltage (figure I-12), et agissant principalement au cours du brassage (Enari, 1981). Ces enzymes ne peuvent dégrader superficiellement les granules d'amidon des cellules de l'endosperme voisins du germe, les autres n'étant que fort

peu attaqués. Par ailleurs, pour pouvoir être hydrolysé, l'amidon doit être transformé, ce qui nécessiterait des températures de maltage de l'ordre de 60-62°C pour les gros granules et de 75-80°C pour les petits.

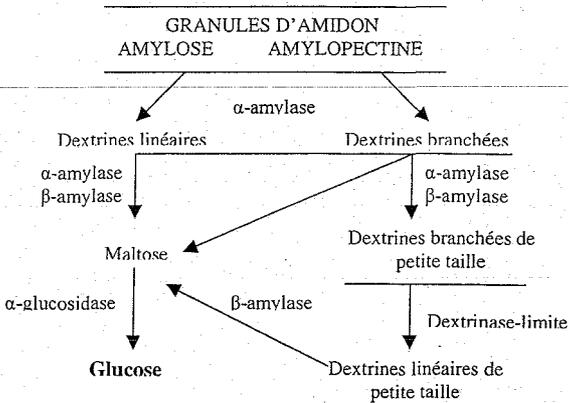


Figure I-12 : Schéma de dégradation enzymatique de l'amidon au maltage et brassage.

On distingue quatre ensembles d'enzymes amylolytiques qui ont une action combinée pour attaquer les granules d'amidon : l' $\alpha$ -amylase, la  $\beta$ -amylase ou enzyme saccharifiante, la dextrinase limite ou pullulanase ou « R enzyme » ou « enzyme débranchante », et l'  $\alpha$ -glucosidase.

□ L' $\alpha$ -amylase est une endo-enzyme synthétisée dans la couche à aleurone au cours de la germination. Elle hydrolyse les liaisons  $\alpha$ -1,4 des chaînes d'amylose et d'amylopectine à l'exclusion des motifs terminaux de ces chaînes. Elle libère du glucose et des oligosides de 2 à 7 unités de glucoses, sous la configuration portée par l'atome de carbone anomérique. L' $\alpha$ -amylase est une enzyme thermostable, en particulier en présence des ions calcium comme des stabilisateurs (Bamforth *et al*, 1989).

La température optimale de l'activité de cette enzyme (tableau I.6), se situe entre 70 et 75°C. Au-delà de 75°C, cette enzyme est inactivée. La synthèse de l'  $\alpha$ -amylase dans la couche à aleurones de l'orge nécessite non seulement une intervention de gibbérellines bio-synthétisées par l'embryon, mais aussi l'application d'autres phytohormones telles que les cytokinines, les auxines et l'acide abscissique (Verbeek-wyndaele, 1973).

Tableau I.6 : Conditions optimales des enzymes amylolytiques

	pH optimal	Température (°C)	
		Optimale	inactivation
$\alpha$ -amylase	5,6-5,8	70-72	75
$\beta$ -amylase	5,4-5,6	60-65	65
dextrinase-limite	5,4	60-65	70
$\alpha$ -(1,4)-glucosidase	6	35-40	50

□ La  $\beta$ -amylase est une exo-enzyme synthétisée au cours de la croissance et de la maturation du grain. Elle hydrolyse les chaînes d'amidon (liaisons  $\alpha$ -1,4) à partir de leur extrémité non réductrice, en libérant du  $\beta$ -maltose. Elle n'agit pas sur les granules d'amidon intacts mais seulement après une première hydrolyse de l'amidon par une  $\alpha$ -amylase ou une  $\alpha$ -glucosidase. La  $\beta$ -amylase est une enzyme plus labile que l' $\alpha$ -amylase. À 65°C elle perd complètement son activité.

L'action de ces deux enzymes ( $\alpha$  et  $\beta$ -amylase) permet la conversion de l'amidon en glucose, maltose, maltotriose et dextrines contenant des liaisons  $\alpha$ -1,6.

□ La troisième catégorie d'enzymes intervenant dans la dégradation de l'amidon est la dextrinase limite (R-enzyme). Cette enzyme, de poids moléculaire 100 000 Da, est responsable de l'hydrolyse des liaisons  $\alpha$ -1,6 des chaînes d'amylopectines, des dextrines et des oligosaccharides. Elle agit sur les dextrines limites (5 à 8 résidus de glucose) issues de la dégradation de l'amylopectine et conduira à des sucres simples fermentescibles. Elle est très labile. Sa température d'inactivation varie entre 50 et 55 °C. La dextrinase limite se trouve sous deux formes dans le grain. Elle voit son activité augmenter plus lentement que les autres enzymes amylolytiques. Elle est synthétisée en grande partie au cours de la germination sous l'influence des gibbérellines (AG3).

□ L' $\alpha$ -glucosidase est une exoenzyme synthétisée pendant la germination par les cellules de la couche à aleurone. Elle est en quantité importante dans l'embryon et dans la couche à aleurone. Elle hydrolyse les liaisons  $\alpha$ -(1-4) et  $\alpha$ -(1-6) à partir de l'extrémité non réductrice des chaînes. Elle est donc capable d'hydrolyser le maltose et permet ainsi la libération de glucose.

La dégradation de l'amidon est très limitée lors du maltage. La dégradation complète se fait principalement pendant le brassage et dépend en grande partie de la température appliquée.

#### IV.5. Les enzymes dégradant les lipides

L'hydrolyse des lipides au cours du maltage, donne naissance à des acides gras utilisés comme source de carburant. Les lipides jouent un rôle dans la nutrition de la levure de brasserie et la performance de la fermentation. Dans les grains non germés, les lipases sont principalement localisées dans les couches extérieures du grain, et beaucoup moins dans l'endosperme (Kaukovirta-Norja *et al*, 1998). Les lipides sont hydrolysés dans une proportion de 20 à 30 %.

#### V. Microflore de l'orge et du malt

Les conditions de maltage (eau, température, nutriments, oxygène) sont plutôt favorables au développement des microorganismes présents naturellement sur l'orge et dans l'environnement de la malterie.

La microflore de l'orge comprend des bactéries, levures, et champignons filamenteux (moisissures) qui contaminent et colonisent le grain dans le champ et lors du stockage. La nature et la quantité de ces microorganismes dépendent d'une part des conditions climatiques lors de la culture et la récolte, et d'autre part, des conditions et de la durée de stockage.

Au cours de la maturation et avant la récolte, l'orge est exposée à de nombreuses contaminations microbiennes liées au contact de l'orge avec l'air et le sol. Deux facteurs semblent être prépondérants, d'une part la teneur en eau du grain et, d'autre part la température. Cette flore est dominée généralement par les bactéries, plus particulièrement gram négatif. *Erwinia herbicola* et *Pseudomonas* sont les genres les plus rencontrés. La contamination de l'orge par les levures est aussi importante et regroupe de nombreuses espèces (*Sporobolomyces*, *Rhodotorula*, *Hansenula*, *Torulopsis*, *Candida*...).

Les moisissures de champ ont une tendance phytopathogène et appartiennent aux genres *Fusarium*, *Alternaria*, *Epicoccum*, *Cladosporium*, *Verticillium*, *Botrytis* (Nicolas et Boivin, 1990 ; Maghribi, 1985 et Macleod, 1979). Les *Cladosporium* sont présents sur 100 % des enveloppes et 100 % des caryopses, les *Alternaria* sur 49 % des enveloppes et 45 % des

caryopses et *Epicoccum nigrum* sur 63 % des enveloppes et 48 % des caryopses et *Botrytis cinerea* sur 3,7 % des enveloppes et 3 % des caryopses.

Après la récolte, ces moisissures persistent plus ou moins longtemps au cours du stockage. Ces champignons filamenteux sont plus ou moins xérophiles et typiquement saprophytes. Les espèces les plus prédominantes sont *Aspergillus*, *Penicillium*, *Geotrichum*, *Mucor*, etc. Ces espèces sont absentes ou présentes en faible quantité dans le champ et deviennent prédominantes lors du stockage.

Les conditions de stockage (durée, température, humidité) sont importantes pour empêcher une prolifération de ces microorganismes. Les études de Beattie (1998), menées sur l'effet de 7 mois de stockage d'orge dans des conditions différentes de températures (-20°C, 4°C, 24°C), ont montré que le stockage de l'orge à 24°C accompagné d'une bonne aération permet une réduction efficace de la viabilité de *Fusarium* ainsi que de la teneur en deoxynivalenol.

Les conditions hydrothermiques des diverses opérations de maltage sont suffisantes pour permettre le développement et la prolifération de la microflore de l'orge. L'augmentation de l'humidité du grain au cours de la trempé et de la germination, l'augmentation de la température liée à l'activité biologique du grain sont les principaux paramètres favorisant le développement de cette microflore.

La croissance microbienne continue au cours de la trempé et le nombre des cellules augmente plus rapidement pendant la germination quand les enzymes convertissent les polysaccharides résiduels en sucres fermentescibles. Le touraillage du malt vert débute par un séchage de 1-1,5 jours à 50 °C, ce qui favorise le développement des moisissures thermotolérantes, notamment des *Aspergillus*, *Mucor*, *Rhizopus*, *Absidia*. Le coup de feu permet de ramener l'humidité des grains à une teneur de 3 % à 5 % et d'éliminer une grande quantité de cette microflore.

### **V.1. Effet de la microflore sur la transformation de l'orge**

Le développement incontrôlé de la microflore au cours du maltage aboutit à des effets à la fois néfastes et bénéfiques sur la qualité physico-chimique et sanitaire du malt et de la bière. Selon Bol en 1985, le développement des moisissures dans le grain s'accompagne de bio-

transformations très variées (altération des lipides libres, perte de matière sèche, de vitamines, augmentation de l'azote soluble, de la couleur et diminution de l'activité amylasique). Une autre conséquence importante du développement de la microflore, consiste en la production d'enzymes thermostables telles que les oxydases, et les protéases à l'origine du goût oxydé et d'instabilité de la mousse de la bière. La présence de cette flore en malterie peut affecter la capacité germinative de l'embryon d'orge, et la production des inhibiteurs de germination qui entre en compétition vis-à-vis l'oxygène (Van Campenhout, 1999). Des essais menés par Kelly *et al*, en 1992, montrent l'effet positif de la réduction de la microflore (en utilisant des solutions de calcium-hypochlorite et un mélange d'antibiotiques) sur la germination des grains et la formation de l' $\alpha$ -amylase.

La microflore peut transformer des substances naturelles en composés indésirables comme les amines biogènes ou produire des substances toxiques comme les mycotoxines (zéaralénone, aflatoxines, trichothécènes ou ochratoxines). La majorité des mycotoxines sont produites par des moisissures du genre : *Penicillium*, *Aspergillus* et *Fusarium*. Selon leur activité toxique, les mycotoxines sont classées dans plusieurs groupes :

- Les mycotoxines cancérigènes (aflatoxines B1 et G1),
- Les tératogènes (cytochalasine E),
- Les antimitotiques (trichothécènes),
- Les néphrotoxiques (ochratoxine A, citrinine, maltoryzine),
- Les hépatotoxiques (viomelléine, xanthomégline),
- Les œstrogènes (zéaralénone), et,
- Les trémulogènes (roquefortines, festuclavine).

En brasserie, certaines bactéries de type *Pediococcus*, par la synthèse de polysaccharides affectent la performance de la filtration de la maïsche et de la bière. La performance de la fermentation est affectée par certains types de *Fusarium*, en produisant des phytotoxines comme la Diacétoxyiscirpénol (DAS). En brasserie, la présence de certaines espèces provoque une instabilité de la mousse, des faux goûts de la bière ainsi que le phénomène de giclage.

## V.2. Maîtrise de la microflore au maltage

L'ensemencement de ferment a été utilisé dans de nombreux procédés agroalimentaires pour contrôler le développement des microorganismes. L'utilisation de bactéries lactiques ne permet qu'une inhibition partielle de la flore fongique et les quantités utilisées ne permettent pas actuellement une application industrielle.

L'utilisation de microorganismes sélectionnés permet d'inhiber efficacement le développement de la microflore indésirable et l'amélioration de la qualité du malt (Boivin et Malanda, 1993, 1997 ; Haikara, *et al*, 1993). *Geotrichum candidum*, champignon levuriforme, maintenant classé comme levure est utilisé en fromagerie, en raison de son rôle dans l'amélioration des qualités organoleptiques des fromages et l'inhibition du développement des bactéries pathogènes et de moisissures indésirables de l'affinage.

*Geotrichum candidum* inhibe très nettement le développement des levures et des moisissures. L'effet antifongique est dû à un effet de compétition. *Geotrichum* croît beaucoup plus rapidement que les moisissures et peut ainsi bloquer leur développement. Par contre, elle n'a pas d'effets sur les bactéries aérobies mésophiles.

Parmi les effets positifs de la microflore, on peut citer :

- La synthèse de substances (acide gibbérellique, acide absissique), respectivement produites par *Fusarium moniliforme* et *Cercospora rosicola*, pour l'accélération de la germination et la diminution des freintes.
- D'autres effets positifs consistent en la sécrétion d'enzymes hydrolytiques thermostables bénéfiques (cellulase,  $\beta$ -glucanases, pentosanase) et en une aromatisation possible du malt due à la synthèse d'acides aminés.
- Certaines bactéries lactiques présentes en surface du grain, ont un rôle sur l'abaissement du pH et l'inactivation du développement des microflores indésirables.

Première partie

Chapitre 2

La Collecte de l'information pour l'expérimentation



PREMIÈRE PARTIE

CHAPITRE 2

LA COLLECTE DE L'INFORMATION POUR  
L'EXPERIMENTATION

<b>I. Méthodes de recherche</b> .....	52
I.1. Méthodes classiques .....	53
I.2. Méthodes structurées .....	54
I.2.1. Méthodes évolutives (simplexe) .....	54
I.2.2. Méthodes planifiées .....	55
<b>II. Modélisation</b> .....	56
II.1. Choix des modèles .....	56
II.2. Représentation sous forme matricielle du modèle .....	56
II.3. Identification paramétrique .....	57
<b>III. Le plan d'expériences</b> .....	59
III.1. Les démarches de la stratégie expérimentale .....	60
III.1.1. Formuler clairement le problème étudié .....	60
III.1.2. Établir une stratégie expérimentale ou plan d'expériences .....	61
III.1.3. Réaliser les essais .....	61
III.1.4. Exploitation et analyse des résultats .....	62
III.2. Les principales classes de plans d'expériences .....	62
III.2.1. Le criblage des facteurs (Screening) .....	62
III.2.2. Les plans factoriels .....	63
III.2.2.1. Les plans factoriels complets .....	63
III.2.2.2. Les plans factoriels fractionnaires .....	63
III.2.3. Les plans orthogonaux .....	64
III.2.4. Les plans associés aux modèles non linéaires .....	65
III.2.5. Les plans de mélange .....	67
III.2.6. Les plans d'expériences optimaux .....	67
III.2.6.1. Définition des plans optimaux .....	68

III.2.6.2. Définition des critères associés aux plans optimaux .....	68
III.2.6.3. Les critères d'optimalité d'un plan .....	71
III.2.6.4. Construction des plans optimaux .....	72
III.2.6.5. La répétition d'un plan optimal .....	73
III.2.6.6. Les avantages et les inconvénients des plans optimaux .....	73
III.3. Résumé .....	74

**FIGURES**

Figure II-1. Représentation d'un phénomène de type boîte noire .....	53
Figure II-2 : Processus d'optimisation .....	54
Figure II-3. Représentation de la matrice d'expériences .....	57
Figure II-4 : Plan composite centré pour deux variables .....	66

**TABLEAUX**

Tableau II.1. Calcul des niveaux des facteurs (plans centraux composites).....	66
Tableau II.2. Principaux critères de qualité pour la construction de plans optimaux.....	72

## PREMIÈRE PARTIE

### CHAPITRE 2

#### LA COLLECTE DE L'INFORMATION POUR L'EXPERIMENTATION

Les procédés agroalimentaires et biotechnologiques sont imparfaitement connus et maîtrisés. Ceci tient en grande partie à la nature et à la complexité de la matière biologique ; ce qui rend difficile la prévision et la quantification des tendances et des cinétiques caractérisant ces procédés. Le besoin de maîtriser ces procédés implique cependant, de connaître leurs réactivités face aux changements de valeur des paramètres les régissant. Dans ce cadre, l'utilisation de modèle est un bon outil pour représenter ces variations et déterminer les conditions optimales. La mise au point d'un modèle dans ce contexte est une étape longue et délicate. La planification expérimentale, associée à des modèles de tendances simples, permet de réaliser plus rapidement cette phase.

Ce chapitre est consacré à décrire les méthodes et les étapes de planification expérimentale, le choix des modèles, ainsi que les différents plans d'expériences rencontrés dans la littérature qui permettent d'optimiser le fonctionnement d'un procédé biologique.

#### **I. Méthodes de recherche**

Les méthodes de planification expérimentale recouvrent un ensemble de techniques et de traitements numériques permettant d'identifier des tendances, de déterminer des maxima ou des minima. Pour les appliquer, on doit être en mesure de lister les paramètres susceptibles d'agir sur le fonctionnement du procédé étudié (facteurs) et les causes élémentaires possibles de variations observées sur la réponse (figure II-1). L'information sur le phénomène étudié est acquise à partir des essais qui représentent une réalisation physique d'une configuration des paramètres d'entrée de la boîte noire, pour laquelle la valeur de la réponse est mesurée.

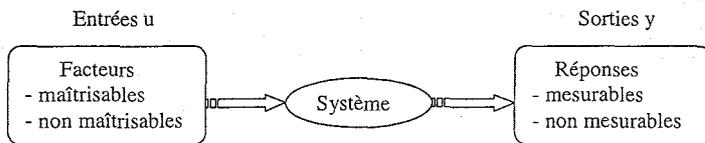


Figure II-1. Représentation d'un phénomène de type boîte noire

Les réponses sont des variables possédant un certain caractère aléatoire de préférence continues et sont généralement mesurables qualitatives ou quantitatives.

Le but de l'optimisation du procédé est de trouver une configuration des paramètres d'entrée qui répond aux objectifs initiaux fixés. Ce but est atteint soit par une démarche classique, dans laquelle le choix d'un essai, au gré de l'expérimentateur, est conditionné par les résultats des essais précédents soit par une démarche logique fondée sur :

- une réalisation de toutes les configurations possibles des valeurs des paramètres d'entrée, pour choisir celle qui donne le meilleur résultat,
- une optimisation directe de type « simplexe », lorsque les paramètres d'entrée sont des variables continues, ou,
- une réalisation des combinaisons sélectionnées pour modéliser le phénomène étudié. Le modèle ainsi obtenu est ensuite utilisé pour estimer les combinaisons non réalisées des paramètres d'entrée, et choisir la meilleure vis-à-vis du problème posé.

Dans cette dernière approche, un des objectifs sous-jacents consiste à optimiser la collecte d'information c'est-à-dire maximiser la qualité d'information recueillie à partir d'un minimum d'expériences.

### 1.1. Méthodes classiques

La démarche fréquemment employée est la démarche classique que chacun abordera selon son expérience, ses connaissances du procédé, ses objectifs et son intuition. La méthode classique O.F.A.T « One Factor At a Time » (un facteur à la fois) consiste à effectuer les essais de manière séquentielle en faisant varier les facteurs un par un. Le seul avantage de

cette méthode est la simplicité d'utilisation et son inconvénient réside dans le fait qu'elle entraîne un nombre d'essais élevé.

## I.2. Méthodes structurées

L'opération d'optimisation proprement dite n'est qu'une étape dans un processus qui en comporte plusieurs. Ces différentes étapes sont indiquées sur la figure II-2 qui fait apparaître deux démarches possibles selon l'utilisation ou non de l'étape de modélisation.

- La branche A passe par l'établissement d'un modèle (méthode planifiée),
- La branche B permet d'optimiser sans écrire de modèle (méthodes intermédiaires entre les méthodes classiques et les méthodes planifiées).

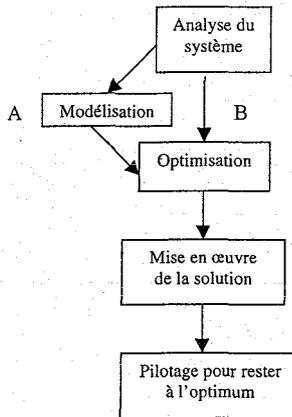


Figure II-2 : Processus d'optimisation

Dans tous les cas, la démarche commence par une phase d'analyse du système qui consiste à :

- identifier les facteurs influents et définir leurs domaines de variation,
- identifier les contraintes qui traduisent les limitations du système,
- définir la réponse à maximiser ou à minimiser.

### I.2.1. Méthodes évolutives (simplexe)

La recherche de l'optimum peut commencer aussitôt après l'analyse du système, par la méthode du simplexe sans passer par l'étape de modélisation. La méthode du simplexe

expérimental, nommée méthode « EV.OP. » (Evolutionary Operation) est une méthode évolutive séquentielle qui permet la recherche de l'optimum pas à pas, en se déplaçant sur le domaine expérimental. Elle consiste à explorer, dans l'espace des variables explicatives (N), les sommets d'un parallélépipède composé de (N + 1) sommets équidistants. Cette méthode est considérée comme un intermédiaire entre la méthode intuitive et la méthode planifiée et elle est utilisée lorsque seule l'optimisation du procédé est recherchée.

Un des avantages est que le nombre et les caractéristiques des essais ne sont pas fixés à l'avance et ne nécessitent pas un modèle sur les expériences. Cependant, cet atout peut rapidement se révéler être aussi un inconvénient. La principale contrainte est que les facteurs doivent être continus (quantitatifs) et que les réponses observées doivent être comparables (mais pas forcément continues). Le simplexe est bien adapté aux contraintes de la production et il fournit les conditions optimales sans donner de renseignements explicités sur les effets des facteurs. D'autre part, la progression est d'autant plus lente que le nombre de facteurs est plus grand.

Les inconvénients de cette technique sont nombreux. En absence de construction d'un modèle, il est impossible de capitaliser la connaissance. De plus, il sera impossible de prédire les effets des combinaisons de facteurs non réalisées. Quant à l'obtention de l'optimum, elle peut être très longue et, surtout, n'aboutir qu'à un optimum local. Un nombre quelconque de facteurs peut être étudié, mais la méthode est généralement limitée à deux ou trois facteurs critiques déterminés. Ce genre de méthodes ne possède pas de propriétés statistiques permettant d'estimer la précision et la répétabilité de la solution atteinte et nécessite donc des études supplémentaires indispensables pour les obtenir.

### **I.2.2. Méthodes planifiées**

Dans cette démarche, l'analyse du système est suivie d'une phase de modélisation. Il s'agit d'écrire des équations traduisant les variations des réponses en fonction des facteurs influents. Lorsque nous disposons d'un modèle, l'optimum peut être localisé par des méthodes d'optimisation usuelles (dont les algorithmes génétiques, cf. chapitre 4).

## II. Modélisation

Le modèle représente une relation mathématique d'un processus qui permet de lier les causes des phénomènes réels à leurs effets observés. L'intérêt de tels modèles est de prévoir et quantifier les influences des facteurs sur la sortie du système pour pouvoir optimiser cette dernière.

### II.1. Choix des modèles

De nombreux types de modèles existent et appartiennent à l'une des catégories suivantes :

- les modèles phénoménologiques, structurés appelés aussi modèles de connaissance, et,
- les modèles comportementaux, qui se limitent à reproduire un comportement sans nécessité de connaissance *a priori*.

Lorsque peu de connaissance est disponible, des modèles de type boîte noire peuvent être utilisés. Parmi ces modèles, on peut citer principalement les polynômes et les réseaux de neurones. Les modèles choisis au cours de cette étude sont des polynômes, très répandus dans la littérature. Ils permettent de reproduire un ensemble quelconque de données expérimentales. Le polynôme du second degré est un des modèles les plus fréquemment utilisés dans la pratique. Ces modèles permettent de représenter convenablement les phénomènes avec un nombre de paramètres relativement modeste. La formule générale de ces modèles est décrite dans l'équation suivante :

$$y = a_0 + \sum_1^{nf} a_i x_i + \sum_1^{nf} a_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j}^{nf} \sum_{j=1}^{nf} a_{ij} x_i x_j + \varepsilon$$

avec  $y$ , la réponse mesurée (sortie),

$a_0, a_1, \dots, a_k$ , les paramètres du modèle à déterminer,

$n_f$ , représente le nombre de facteurs,

$x_0, x_1, \dots, x_{n_f}$ , les facteurs étudiés (entrées), et,

$\varepsilon$ , l'erreur entre la valeur mesurée et celle estimée par le modèle.

### II.2. Représentation sous forme matricielle du modèle

Le modèle doit être applicable pour chaque expérience réalisée. L'application de cette équation conduit à une forme matricielle où le plan d'expériences est représenté par une matrice  $X$  composée de  $N$  lignes (expériences à réaliser) et de  $p$  colonnes (paramètres pour le

modèle associé) et d'un vecteur  $Y$  qui rassemble les valeurs des réponses mesurées pour chaque essai du plan (figure II.3).

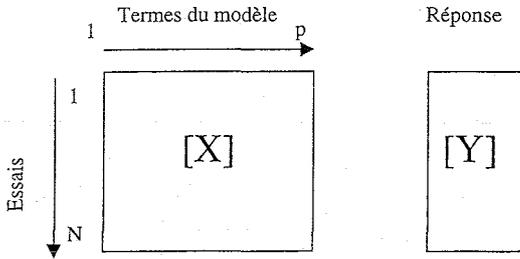


Figure II-3. Représentation de la matrice d'expériences

La matrice  $[X]$  est composée de  $N$  lignes (nombre d'essais du plan) et  $p$  colonnes (nombre des colonnes occupées par les termes du modèle).

Le vecteur  $[Y]$  représente les réponses associées à chaque ligne de la matrice  $[X]$ .

Le modèle théorique s'écrit alors  $y_m = \Theta.X$

La qualité de l'information obtenue dépend des expériences à réaliser. Cette qualité est traduite mathématiquement par des propriétés associées à la matrice d'expériences utilisée. Le choix de la matrice d'expériences dépend essentiellement des objectifs initiaux. La plus importante réduction possible du nombre d'expériences est expliquée en utilisant ces notions des matrices d'expériences.

Par exemple, la matrice la plus connue est la matrice d'expériences d'Hadamard. C'est une matrice carrée d'information résultante de  $(X^T X)$ , est telle que :  $X^T X = NI$  avec  $I$ , matrice d'identité

### II.3. Identification paramétrique

La construction du modèle doit passer par une phase d'identification qui permet d'estimer la valeur des coefficients du modèle. Cette phase consiste à minimiser les écarts entre les valeurs de la réponse calculées par le modèle ( $y_m$ ) et les valeurs des réponses observées lors des essais

(y). Bien que cette identification vise à approcher les estimations des valeurs vraies, les coefficients estimés à partir des réponses mesurées et aléatoires, présentent également une certaine variabilité.

Une fois les données expérimentales disponibles, le problème d'identification du modèle peut s'écrire de la façon suivante :

$$\hat{y} = \sum_{i=1}^p a_i F_i(x)$$

- où  $\hat{y}$  est la réponse donnée par le modèle,  
 $a_0, a_1, \dots, a_p$ , sont les paramètres du modèle,  
 $p$ , le nombre de paramètres,  
 $F$  est un vecteur de  $p$  fonctions qui modélisent la relation entre la réponse et les facteurs, et,  
 $x$  est un vecteur des valeurs des facteurs.

On cherche  $\Theta$  tel que minimise  $E^T E$ .

$$E = Y - \Theta X$$

- avec  $Y$ , le vecteur des réponses mesurées,  
 $X \cdot \Theta$ , la valeur de  $Y$  modélisée,  
 $\Theta$ , est le vecteur colonnes des coefficients estimés par la régression, comportant  $p$  termes,  
 $E$ , le vecteur des erreurs de mesure, et,  
 $X$  est la matrice des variables explicatives comportant  $N$  lignes et  $p$  colonnes.

Le vecteur des paramètres vérifie alors :  $\frac{\partial (E^T E)}{\partial \Theta} = 0$

Une relation analytique est déduite de cette condition et conduit à :

$$\hat{\Theta} = (X^T X)^{-1} X^T Y$$

où :  $\hat{\Theta}$  est la valeur estimée des coefficients du modèle  $\Theta$ .

Cette expression permet de calculer les paramètres du modèle à partir des résultats expérimentaux. Elle nécessite que la matrice  $X^T X$  soit inversible (propriété liée au choix et au nombre des expériences).

### III. Le plan d'expériences

Les plans d'expériences bénéficient aujourd'hui d'une large audience et leur pratique se développe dans l'entreprise, de la conception à la fabrication. Leur essor est cependant freiné par les difficultés à maîtriser la méthode. La méthode des plans d'expériences permet de tirer à partir d'un nombre d'essais donné un maximum d'informations fiables concernant l'influence des facteurs. Elle permet notamment de maximiser le ratio informations recueillies/nombre d'essais réalisés. Elle offre ainsi la possibilité de quantifier et de hiérarchiser les effets d'un grand nombre de facteurs du système étudié, et cela avec minimum d'essais, de temps et de coûts (Schimmerling, 1998). Un plan d'expériences est la traduction d'une matrice d'expériences exprimée en fonction des facteurs. C'est un tableau constitué de  $N$  lignes (nombre d'expériences) et  $j$  colonnes (nombre de facteurs). Chacun de ses éléments  $X_{ij}$  correspond au niveau que prend le  $j$ -ème facteur à la  $i$ -ème expérience.

La méthode des plans d'expériences permet de structurer les démarches expérimentales, de confirmer et valider les hypothèses posées par l'expérimentateur pour mieux comprendre les phénomènes étudiés et résoudre les problèmes. Elle consiste à faire varier les niveaux de tous les facteurs à la fois à chaque expérience, mais de façon programmée, ce qui offre de nombreux avantages (Goupy en 1989) :

- diminution du nombre d'essais et une bonne détection des interactions entre facteurs,
- nombre de facteurs étudiés très grand,
- meilleure précision sur les résultats.

Planifier les essais permet de prévoir le budget, le temps et le personnels nécessaires. Le plan étant construit en vue de répondre à un modèle donné, on sait, avant même de faire les essais, ce qui pourra être analysé au terme du plan. Il est nécessaire d'utiliser une approche méthodologique qui permet, non seulement, de réduire le coût de l'expérimentation, mais surtout, d'établir une organisation optimale des expériences conduisant à une meilleure efficacité de la collecte d'information. La méthode des plans d'expériences puise son efficacité dans l'utilisation de deux outils complémentaires (Schimmerling, 1998).

- L'outil algébrique (partie déterministe) qui consiste à prendre en compte tous les facteurs et leurs effets en même temps. La construction des plans d'expériences selon des règles algébriques définies permet de gagner en précision sur les résultats obtenus.
- L'outil statistique (partie aléatoire) qui permet de gérer la variabilité des résultats. Les statistiques permettront de différencier ce qui est dû à la variabilité et de ce qui doit être attribué aux effets réels des facteurs.

Les techniques de planification peuvent conduire à l'échec en cas de mauvaise utilisation. Plusieurs raisons en sont la cause et sont, en général, liées au non-respect de la démarche expérimentale. L'inconvénient majeur dans l'utilisation des plans d'expériences est leur structure relativement figée. Le plan des expériences doit pouvoir s'adapter parfaitement aux contraintes de l'étude. Les situations suivantes sont celles que l'on rencontre le plus souvent (Schimmerling, 1998).

- Les résultats d'essais doivent pouvoir être quantifiés,
- Les facteurs doivent pouvoir être maîtrisés lors de l'expérimentation,
- Le système étudié doit être stable,
- Les perturbations de la fabrication doivent être acceptables.

### **III.1. Les démarches de la stratégie expérimentale**

Une recherche expérimentale est entreprise pour répondre aux questions précises que nous nous posons. Selon Goupy en 1989, la meilleure stratégie expérimentale est celle :

- qui conduit le plus rapidement possible aux résultats espérés,
- qui éviterait de réaliser des expériences inutiles,
- qui apporterait la meilleure précision possible sur les résultats, et,
- qui permettrait d'avancer à coup sûr.

L'efficacité des plans d'expériences repose sur la qualité de la démarche expérimentale qui sera suivie. Cette démarche très schématique comprend plusieurs étapes :

#### **III.1.1. Formuler clairement le problème étudié**

L'observation des faits est un préalable indispensable à la formalisation du problème. Selon Schimmerling en 1998, un problème se manifeste par un écart avéré entre une situation

présente insatisfaisante et une situation future espérée satisfaisante. L'instruction du problème consiste à observer la situation insatisfaisante et à préciser la situation espérée, en exposant les faits gênants, les effets indésirables et les objectifs à atteindre. Pour la formalisation, on doit être en mesure de décrire le problème expérimental, détecter et hiérarchiser les facteurs et les interactions, définir la réponse avec précision et réduire la variabilité de la réponse.

Après avoir fixé clairement les objectifs, il est nécessaire de faire une synthèse des connaissances, tant locales que bibliographiques, afin d'y chercher les réponses aux questions posées. Cette phase permet de valider la décision de lancer un plan d'expériences.

### **III.1.2. Établir une stratégie expérimentale ou plan d'expériences**

La planification des expériences consiste à imposer aux facteurs des variations particulières, à mesurer les variations induites de la réponse et à en déduire les relations entre causes et conséquences. La stratégie choisie doit minimiser le nombre d'expériences, sans pour autant de sacrifier la qualité des résultats, au contraire, on cherche la meilleure précision possible (Goupy, 1989). Le choix de la stratégie expérimentale recouvre à la fois, l'ensemble des opérations fondamentales nécessaires à l'orientation et au bon déroulement de l'étude, et l'enchaînement logique des actions à réaliser. Ce choix permettra notamment de définir :

- la quantité de facteurs à retenir,
- le type de modélisation des réponses étudiées,
- le type de plan d'expériences à construire pour estimer les coefficients des modèles à partir des résultats d'essais, et
- la séquentialité à prévoir pour l'enchaînement logique des essais et des analyses statistiques.

### **III.1.3. Réaliser les essais**

Les essais permettent de mesurer expérimentalement la réponse pour toutes les combinaisons des facteurs indiquées dans la matrice d'essais.

Cette étape nécessite une randomisation des essais qui consiste à tirer au hasard l'ordre des essais pour supprimer l'influence des facteurs perturbateurs non identifiés pouvant être corrélés avec l'ordre des essais. Des petites variations dues à des facteurs non contrôlés peuvent introduire des erreurs systématiques à chaque mesure, si elles ne sont pas aléatoires.

#### III.1.4. Exploitation et analyse des résultats

L'objectif de cette étape est de faire la synthèse des connaissances acquises, de valider les conclusions et de décider des actions à entreprendre. L'analyse des résultats consiste à ajuster un modèle de régression expliquant les influences et en déduire les réponses aux questions posées. L'analyse des résultats doit être facilitée par le choix initial des expériences. Une planification correctement effectuée conduit généralement à l'utilisation des techniques d'analyse des données relativement simples (analyse de la variance, régression linéaire, etc.). L'analyse statistique justifie toute la démarche des plans d'expériences, mais n'est mise en œuvre qu'après la construction du plan et la réalisation des essais. L'analyse des résultats d'essais permet de :

- Identifier les réponses, les facteurs retenus et leurs modalités, les interactions révélées influentes, ainsi que les objectifs atteints,
- Identifier les facteurs, réponses ou objectifs non retenus après analyse, avec les raisons de l'abandon. Un facteur non influent peut être laissé libre ou fixé à une valeur économiquement intéressante, l'application de la solution est ainsi moins coûteuse,
- S'assurer de la cohérence des conclusions possibles avec les hypothèses physiques formulées au moment de la formalisation. L'idée qu'on peut se faire du sens de variation des effets et l'optimum attendu,
- Identifier une combinaison optimale des facteurs qui n'ont pas forcément fait l'objet d'un essai dans le plan. Il faut tester la combinaison optimale, lorsqu'elle est hors plan, ce qui arrive fréquemment, car le plan représente une fraction de tous les essais possibles. La confirmation expérimentale de l'optimum est fondamentale.

#### III.2. Les principales classes de plans d'expériences

Plusieurs types de plans d'expériences sont disponibles aujourd'hui. Le choix de l'un d'eux dépend des objectifs de l'étude, de l'état de la connaissance des procédés, du nombre de facteurs étudiés et des contraintes expérimentales ainsi que le temps et les moyens mis en œuvre.

##### III.2.1. Le criblage des facteurs (Screening)

Souvent située chronologiquement après la recherche exploratoire, cette phase consiste à rechercher de façon très rapide les facteurs réellement influents dans un domaine

expérimental fixé. Le criblage des facteurs est effectué dans le cas où les connaissances sur le procédé sont insuffisantes. Il consiste à isoler les facteurs qui peuvent potentiellement avoir une influence sur le procédé étudié. Il est facile de déterminer expérimentalement le poids de chaque facteur dans le groupe choisi, de les classer et donc de pouvoir choisir pour une étude ultérieure plus fine, les facteurs qui sont les plus influents. En connaissant les facteurs influents, nous pouvons, dans une deuxième étape, les étudier d'une façon plus précise en tenant compte les interactions possibles entre les différents facteurs.

### **III.2.2. Les plans factoriels**

La méthode de Screening la plus usuelle est fondée sur la construction de plans factoriels. Le modèle sous-jacent à ce type de plans est un modèle linéaire d'ordre 1. Il permet d'estimer les effets moyens (coefficients) de chaque facteur.

Les plans factoriels sont les plans auxquels les niveaux de tous les facteurs qualitatifs et quantitatifs sont codés. Ils sont les plus simples et très utiles car ils ont de nombreuses applications, soit sous forme de plans complets ou sous forme de plans fractionnaires (Goupy en 1989).

#### **III.2.2.1. Les plans factoriels complets**

Un plan factoriel complet est un plan dans lequel toutes les combinaisons distinctes de niveaux des facteurs sont présentes. Ils sont les plus utilisés et les plus décrits dans la littérature du fait de la facilité de leurs construction. Le principe de ces plans consiste à combiner l'ensemble de tous les niveaux de tous les facteurs. On peut alors estimer par analyse de variance, les effets successifs de chacun d'eux ainsi que l'ensemble de toutes les interactions. La faiblesse de tels plans réside dans le grand nombre d'expériences auquel on est conduit dès que le nombre de facteurs ou le nombre de niveaux de chacun des facteurs augmente.

#### **III.2.2.2. Les plans factoriels fractionnaires**

Les plans factoriels fractionnaires sont des fractions de plans factoriels complets. Ils permettent d'estimer les effets des facteurs et leurs interactions d'ordre faible sous l'hypothèse, généralement vérifiée, que les interactions d'ordre élevé sont négligeables. Les plans factoriels fractionnaires permettent de réduire la charge expérimentale en focalisant

l'attention sur les effets les plus intéressants, mais il y a risque que les effets principaux soient aliasés avec les interactions. Cette diminution du nombre d'expériences entraîne une perte d'information qui sera associée aux interactions d'ordre élevé supposées négligeables. Le risque dans l'utilisation de tels plans est d'interpréter comme effet d'un facteur une différence qui provient d'une interaction entre deux autres facteurs. C'est pourquoi il est préférable d'éviter ces plans très fractionnés lorsque l'on suspecte l'existence de nombreux facteurs actifs susceptibles d'avoir des interactions non négligeables.

### **III.2.3. Les plans orthogonaux**

L'orthogonalité est une propriété fondamentale souvent employée dans les techniques de planification d'expériences. Selon Schimmerling en 1998, l'orthogonalité se définit par : « Un plan d'expériences P est orthogonal vis-à-vis d'un modèle M donné, si et seulement si, pour chaque couple d'actions disjointes du modèle M, tous ses couples de niveaux possibles sont présents un même nombre de fois dans le plan d'expérience P. ». Pour construire un plan orthogonal, le nombre de niveaux des facteurs doit être défini. L'orthogonalité permet d'estimer les effets moyens de facteurs sans craindre que les résultats soient déformés par les effets d'autres facteurs. L'intérêt de l'orthogonalité se résume dans les points suivants :

- les coefficients relatifs à des actions distinctes ne sont pas corrélés, en conséquence, si l'on retranche des actions du modèle, les estimations des coefficients subsistants ne changent pas,
- pour un nombre (n) de résultats observés, l'incertitude sur l'estimation des coefficients du modèle est minimisée,
- l'estimation des coefficients du modèle et l'analyse statistique s'effectuent par de simples opérations arithmétiques,

L'emploi des plans factoriels orthogonaux est limité par plusieurs contraintes :

- ils n'existent pas pour toutes les tailles de plan,
- ils n'admettent pas certaines combinaisons de niveaux interdites entre deux facteurs quelconques,
- ils sont très coûteux en expériences.

### III.2.4. Les plans associés aux modèles non-linéaires

Ces plans permettent de décrire l'évolution non-linéaire de la réponse pour un nombre limité de facteurs qui doivent être quantitatifs et continus. La méthode employée est une démarche séquentielle constituée d'une étape de planification expérimentale et d'une étape de représentation sous forme de surfaces du comportement de la réponse.

Les modèles les plus utilisés sont des polynômes du second degré car ils permettent une démarche séquentielle. Dans ces plans, tous les facteurs sont quantitatifs et l'on cherche à estimer un modèle quadratique de la forme :

$$y = [a_0 + a_1u + a_2v + a_{12}u.v. + \dots] + [a_{11}u^2 + a_{22}v^2 + \dots]$$

part linéaire avec interactions                      part quadratique

Les matrices d'expériences les plus utilisées sont : les matrices composites, les matrices hybrides, les matrices de Box-Benken. Leur inconvénient réside dans l'importance du choix du modèle dans ce type d'approche et la faible robustesse des plans obtenus pour cette non validité du modèle. Le second inconvénient tient au caractère résolument symétrique de ces plans. Dans ce cas, leur application est limitée lorsque le domaine d'étude ne présente pas une forme géométrique simple. L'un d'entre eux constitue une référence : les plans centraux composites.

#### **Exemple : Les plans centraux composites**

Ces plans permettent l'étude d'un modèle quadratique et de prendre en compte les variations non-linéaires grâce à un complément d'essais. Les facteurs doivent être quantitatifs et maîtrisés avec précision, car les valeurs des niveaux sont données par le plan. Tous les facteurs pour lesquels on souhaite tester l'influence quadratique auront 5 niveaux, les autres auront trois niveaux (tableau IV.1). Les valeurs extrêmes des facteurs sur les branches peuvent être optimisées pour rendre le plan isovariant par rotation en vue d'effectuer des prévisions à variance constante en tout point équidistant du centre du domaine. Pour déterminer les paramètres du plan, on suppose que N est le nombre d'essais du plan orthogonal, le paramètre  $\alpha$  est supérieur à 1 et est calculé grâce à la formule :  $\alpha = \sqrt[4]{N}$ . Le domaine de variation des facteurs est ramener à  $[-\alpha ; +\alpha]$ . Ainsi, un facteur variant dans

l'intervalle [Min ; Max] sera découpé en 5 niveaux :  $-\alpha$ ,  $-1$ ,  $0$ ,  $+1$ ,  $+\alpha$  calculés selon le tableau suivant :

Tableau II.1. Calcul des niveaux des facteurs (plans centraux composites)

Niveaux	Valeurs réelles
$-\alpha$	Min
$-1$	$\frac{Min + Max}{2} - \frac{1}{\alpha}(Max - \frac{Min + Max}{2})$
$0$	$\frac{Min + Max}{2}$
$+1$	$\frac{Min + Max}{2} + \frac{1}{\alpha}(Max - \frac{Min + Max}{2})$
$+\alpha$	Max

Ils sont définis comme suit :

- un plan factoriel complet ou fractionnaire pour identifier les effets linéaires,
- des expériences au centre pour estimer la variance au centre du domaine, et,
- des points axiaux, situés sur les axes du système à une distance  $\pm \alpha$  de l'origine (pour quantifier les effets non linéaires et garantir l'isovariance par rotation).

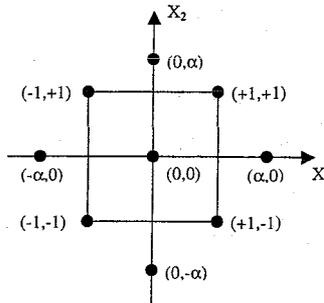


Figure II.4. Plan composite centré pour deux variables.

Leurs valeurs dépendent du nombre de facteurs du plan et du critère de qualité choisi. Souvent,  $\alpha$  est calculé de façon à rendre le plan rotatable. La variance de prédiction est alors constante pour tous points équidistants du centre du domaine. Le plan composite centré pour deux variables est représenté dans la figure II-4.

Les principales propriétés des plans centraux composites sont :

- l'isovariance par rotation : la variance de l'estimation d'un essai est une fonction polynomiale de la distance de l'essai au centre du domaine (point de coordonnées).
- Précision uniforme : si on augmente le nombre de répétitions de l'essai au centre, la variance des estimations tend vers une constante sur le domaine expérimental (sphère de rayon  $\alpha$  centrée sur le centre).
- La quasi-orthogonalité : un plan central composite n'est pas orthogonal et ne peut jamais l'être. Cependant, en augmentant le nombre de répétitions de l'essai au centre, on tend vers l'orthogonalité.

### **III.2.5. Les plans de mélange**

Dans de nombreuses industries, notamment dans l'industrie agroalimentaire, un grand nombre de produits sont obtenus en mélangeant deux ou plusieurs composants. Les propriétés du mélange dépendent de la proportion de chaque constituant (Didier Mathieu et Roger Phan-Tan-Luu, 1997). Il est fréquent que l'on veuille traduire les variations d'une propriété en fonction de la concentration des divers constituants. Les différents problèmes de mélange se distinguent des problèmes généraux essentiellement sur le domaine expérimental, le choix des expériences et les courbes d'isoréponses. En effet, habituellement, les facteurs sont indépendants : l'expérimentateur peut fixer pour chacun d'eux des valeurs indépendantes les unes des autres (niveaux). Dans le cas des mélanges, les facteurs sont les proportions de chaque constituant. Ils ont deux particularités importantes :

- leur somme est égale à l'unité ; ils ne sont donc pas indépendants,
- leurs valeurs sont des nombres sans dimension, parfaitement comparables.

Dans un mélange, la somme des proportions des constituants est égale à 100 % ou 1.

### **III.2.6. Les plans d'expériences optimaux**

Les méthodes classiques de planification fournissent des plans d'expériences entièrement tabulés *a priori*. Ils mélangent implicitement le critère de qualité du plan et la méthode de construction. Ils sont, entre autres, inadaptés à l'amélioration d'un procédé qui est soumis à des contraintes expérimentales sur ses facteurs. Du point de vue méthodologique, les plans optimaux, bien que fondés des concepts similaires, relèvent d'une approche radicalement différente des plans classiques. Ils consistent à formuler le problème de planification expérimentale en un problème d'optimisation et à résoudre ce dernier à l'aide d'outils

numériques. Contrairement aux plans classiques, on ne sait pas ce que vaut le plan avant sa construction. Toutefois, leur formulation en un problème d'optimisation permet d'y intégrer tout type de contraintes physiques. Pour cette raison, les plans optimaux sont souvent considérés comme une approche alternatives aux plans orthogonaux qu'il faut utiliser quand ils apportent un plus (domaine expérimental non symétrique par exemple).

Cette partie traite les plans d'expériences dits optimaux, c'est-à-dire fondés sur la théorie de l'optimalité proposée par Jack Kiefer à partir de la fin des années 50.

### III.2.6.1. Définition des plans optimaux

Pour la résolution d'un problème, plusieurs stratégies sont possibles. Toutes ces stratégies n'ont pas la même efficacité et des critères d'optimalité s'imposent. Les méthodes classiques mélangent le critère de qualité du plan et la méthode de construction et ne permettent pas d'améliorer un procédé soumis à des contraintes expérimentales spéciales. Les difficultés que présentent les méthodes algébriques peuvent masquer le point essentiel de la construction d'un plan (le choix des critères de qualité à optimiser). Du point de vue méthodologique, les plans optimaux relèvent d'une approche radicalement différente des plans classiques. On ne sait pas ce que vaut le plan avant sa construction. Cet inconvénient n'existe pas pour les plans orthogonaux, dont on connaît toujours les propriétés. Pour cette raison, les plans optimaux sont souvent considérés comme un complément des plans orthogonaux qu'il faut utiliser quand ils apportent un plus.

### III.2.6.2. Définitions des critères associés aux plans optimaux

La planification a pour but de fournir la série d'expérience qui permettra de construire un "bon" modèle. Cette qualité du modèle s'exprime par le terme "précision" qui peut toutefois prendre deux formes distinctes :

- un modèle peut être précis au sens où les coefficients ( $\Theta$ ) qui le définissent sont identifiés avec une grande certitude. Ils reflètent alors au mieux la valeur "vraie" ( $\hat{\Theta}$ ) des coefficients du modèle idéal.
- un modèle peut être précis au sens où les prévisions qu'il fournit sont fiables, même pour des combinaisons de facteurs différentes de celles utilisées pour identifier le modèle.

De plus, une des qualités reconnue des plans d'expériences est l'isovariance par rotation (rotatabilité). Un bon plan d'expériences doit en effet permettre de faire des prévisions dont la variance dépend le moins possible de la combinaison de facteurs pour laquelle elle est calculée. Par définition, on considère que la variance est minimale au centre du domaine et que sa distribution ne doit dépendre que de la distance au centre. Enfin, la planification doit être robuste vis-à-vis de l'inadéquation du modèle.

Afin de définir un plan d'expériences "optimal", il faut simultanément définir la structure du modèle pour lequel il est construit et le critère qui qualifie la qualité du plan (critère d'optimalité). Dans le cas d'une structure de modèle linéaire en les paramètres, le modèle prend la forme matricielle suivante :

$$Y = \Theta X + \varepsilon$$

avec :  $Y$ , les réponses mesurées pour chaque expérience,  
 $X$ , une matrice ( $n \times p$ ) qui caractérise le modèle à  $p$  paramètres pour les  $n$  combinaisons expérimentales,  
 $\Theta$ , un vecteur des  $p$  paramètres inconnus du modèle, et,  
 $\varepsilon$ , le vecteur d'erreur expérimentale.

### Précisions des coefficients du modèle

La meilleure estimation des coefficients du modèle est donnée par :

$$\hat{\Theta} = (X^T X)^{-1} X^T Y$$

Si on remplace  $Y$  par son expression en fonction de  $X$ , il vient que

$$\hat{\Theta} = (X^T X)^{-1} X^T (X \Theta + \varepsilon)$$

$$\text{d'où : } \hat{\Theta} = \Theta + (X^T X)^{-1} X^T \varepsilon$$

$$\hat{\Theta} - \Theta = (X^T X)^{-1} X^T \varepsilon$$

où le seul aléa dans le terme de droite de cette expression est l'erreur  $\varepsilon$ .

La moyenne de l'erreur sur les paramètres s'écrit donc :

$$E(\hat{\Theta} - \Theta) = 0$$

La variance de l'erreur sur les paramètres est définie par :

$$\text{Var}(\hat{\Theta}) = E[(\hat{\Theta} - \Theta)^T (\hat{\Theta} - \Theta)] = E[(X^T X)^{-1} X^T \varepsilon^T \varepsilon X (X^T X)^{-1}]$$

$$\text{Var}(\hat{\Theta}) = (X^T X)^{-1} X^T X (X^T X)^{-1} E(\varepsilon^T \varepsilon)$$

Si on considère que les mesures sont non corrélées (i.e.  $E(\varepsilon^T \varepsilon) = \sigma^2 I$ )

$$\text{Var}(\hat{\Theta}) = (X^T X)^{-1} (\sigma^2 I) = (X^T X)^{-1} \sigma^2$$

La variance de précision sur l'estimation des paramètres du modèle s'écrit :

$$\text{Var}(\hat{\Theta}) = (X^T X)^{-1} \sigma^2$$

Cette formule nous montre que la précision sur l'estimation des paramètres du modèle est meilleure lorsque la variance de la réponse ( $\sigma^2$ ) sera faible (ce qui nous conduit à réduire l'erreur de la répétabilité) et la matrice  $(X^T X)^{-1}$  aura des termes faibles. A travers la matrice X, la qualité du modèle (en terme de précision des coefficients) est donc directement liée au choix des expériences à réaliser.

### Précision des prédictions du modèle

Si l'on raisonne en termes de prédiction, les valeurs vraies et estimées, fournies par le modèle sont données par :

$$\begin{cases} \hat{Y} = \hat{\Theta} Z \\ Y = \Theta Z + \varepsilon \end{cases}$$

L'erreur de prédiction est ainsi définie par l'écart :

$$\hat{Y} - Y = (\hat{\Theta} - \Theta) Z + \varepsilon$$

On montre ainsi que la moyenne et la variance de l'erreur de prédiction s'exprime par :

$$E[(\hat{Y} - Y)] = 0$$

$$\text{Var}(\hat{Y}) = E[(\hat{Y} - Y)^T (\hat{Y} - Y)] = E[Z^T (\hat{\Theta} - \Theta)^T (\hat{\Theta} - \Theta) Z]$$

soit  $\text{Var}(\hat{Y}) = Z (X^T X)^{-1} Z^T \sigma^2$

Cette dernière équation montre que la variance de prédiction dépend, ici encore, de la structure du modèle et des expériences du plan (X) d'une part, et des expériences pour lesquelles on veut une prédiction (Z) d'autre part.

Dans les deux cas, la minimisation de la variance dépend du plan d'expériences à travers la matrice  $(X^T X)^{-1}$ . Cette matrice est une matrice carrée, symétrique définie positive. Dès lors, on constate qu'un plan d'expérience optimal est un plan qui minimise cette matrice selon un critère déterminé.

La propriété la plus couramment recherchée pour de tels plans est appelée la D-optimalité. Ce critère qui assure que le déterminant de la matrice  $(X^T X)^{-1}$  est minimal, permet d'affirmer que l'on maîtrise globalement la précision des coefficients du modèle. Plusieurs algorithmes permettent de trouver des plans D-optimaux mais relèvent la plupart du temps de logiciels spécifiques.

### **III.2.6.3. Les critères d'optimalité d'un plan**

Il existe plusieurs autres critères qui permettent de définir la qualité des plans d'expérience à partir de considérations statistiques. Ces critères sont généralement en relation directe avec la matrice  $X^T X$ . Dans tous les cas, on distingue deux familles de critères qui sont antagonistes :

- o Ceux qui optimisent la précision sur l'estimation des paramètres du modèle,
- o Ceux qui optimisent la précision sur les prédictions du modèle.

Par ordre de qualité les principaux critères sont classés dans le tableau II.2.

Dans la construction de plan optimaux, l'estimation de la répétabilité des mesures est également importante. Elle permet de distinguer les effets des différents facteurs de l'erreur expérimentale. Le choix de l'expérience répétée peut également être un critère qui définit, en partie au moins, la qualité du plan d'expériences.

Au cours de la construction d'un plan d'expériences, il est important de choisir le critère de construction qui conviendra le mieux à notre étude. Ce choix est difficile et conduit souvent à considérer, pour des raisons de simplicité de calcul, la D-optimalité.

Tableau II.2. Principaux critères de qualité pour la construction de plans optimaux.

	Critère	Représentation mathématique	Signification
Précision sur les paramètres	D-optimalité	Minimisation du déterminant de la matrice de dispersion $(X^T X)^{-1}$	Minimisation de la variance généralisée sur l'estimation des paramètres et une précision maximale sur les prévisions.
	A-optimalité*	Minimisation de la trace de la matrice $(X^T X)^{-1}$	Minimisation de la moyenne des variances sur l'estimation des paramètres
	E-optimalité*	Minimisation de la plus grande valeur propre de la matrice $(X^T X)^{-1}$	Minimisation de la plus grande variance d'estimation des paramètres
	Conditionnement*	Minimisation du rapport de la plus grande valeur propre de la matrice $(X^T X)^{-1}$ sur la plus petite	Minimisation de la corrélation entre les paramètres du modèle
Précision sur les prédictions	G-optimalité	Minimise la plus grande variance de prédiction sur l'ensemble des essais possibles	Minimise la plus grande variance d'erreur sur les prédictions dans le domaine expérimental
	I <sub>1</sub> -optimalité	Minimisation de la somme des variances de prédiction sur l'ensemble du domaine d'étude	Minimisation de l'erreur moyenne sur les prédictions dans le domaine expérimental
	L-optimalité	Minimisation de la somme des variances de prédiction sur un nombre fini d'essai (Forme échantillonnée de la I-optimalité)	Minimisation de l'erreur moyenne sur les prédictions sur un nombre fini d'essais sélectionnés
	Rotatabilité	Un plan est rotatable si la variance de prédiction est la même pour tous points équidistants du centre du domaine expérimental	Permet de rendre les courbes d'isovariance concentriques par rapport au centre du domaine expérimental.

Remarque : les critères marqués d'un \* ne sont pas invariants dans un changement de repère.

### III.2.6.4. Construction des plans optimaux

Le principe de construction des plans optimaux consiste à rechercher les combinaisons des facteurs qui optimisent le critère de qualité choisi. En présence de contraintes sur le domaine expérimental, l'usage de méthodes d'optimisation sous contrainte pour construire un plan optimal devient alors nécessaire (Jean-Pierre Gauchi, 1997). La solution optimale (plan optimal) peut être recherché à partir de la totalité du domaine expérimental ou à partir d'une présélection d'expériences. Le deuxième cas permet une optimisation plus rapide en testant

un nombre beaucoup plus restreint des possibilités dans à un domaine expérimental fortement restreint.

Avec les méthodes de construction disponibles, la difficulté à converger vers l'optimum (global) du problème et le temps de calcul augmente rapidement à mesure que la taille du problème augmente. Il est alors nécessaire de recourir à des algorithmes performants. Parmi ces algorithmes, on peut citer l'algorithme du simplexe, l'algorithme du gradient conjugué ou de quasi-Newton, le Recuit simulé ou l'algorithme génétique.

### **III.2.6.5. La répétition d'un plan optimal**

L'estimation de la répétabilité des mesures est important dans toute étude de plans d'expériences pour pouvoir distinguer les effets des différents facteurs de l'erreur expérimentale. Répéter les combinaisons du plan permet d'estimer l'erreur de répétabilité de la réponse, et donc d'affiner l'analyse du modèle par un test d'adéquation pour savoir s'il n'y a aucun oubli important dans le modèle. Les effets d'une forte variabilité sur les résultats d'expérience peuvent souvent être réduits en effectuant l'expérience plusieurs fois. Il existe diverses méthodes pour estimer cette répétabilité, mais dans tous les cas cela consiste à répéter plusieurs fois la même expérience. Si tous les facteurs sont quantitatifs, le point central du domaine d'intérêt est préférable pour établir cette répétition.

### **III.2.6.6. Les avantages et les inconvénients des plans optimaux**

Les plans optimaux sont plus souples et s'adaptent bien aux contraintes pratiques de réalisation des essais, car ils permettent d'intégrer des contraintes expérimentales interdisant des essais ou des combinaisons de niveaux. Ils sont économiques, car on peut choisir le nombre d'essais pour analyser un modèle précis, ce qui conduit à limiter volontairement le nombre d'essais. Ils permettent également de prévoir un nombre de répétitions non uniforme dans la construction du plan et de traiter un domaine expérimental contraint. Les plans optimaux permettent une approche séquentielle : faire évoluer le modèle en calculant des essais complémentaires en nombre juste suffisant. Le plan est réparable dans le cas où l'expérimentateur s'apercevrait, lors de sa réalisation, que certains essais sont matériellement irréalisables. Cette réparation consiste à récupérer des résultats d'essais existants et à les compléter pour exploiter les résultats.

La principale limitation des plans optimaux réside dans le fait qu'ils ne sont pas tabulés et doivent être établis au cas par cas. Leur construction implique alors le choix d'un critère pour définir les conditions expérimentales à mettre en œuvre et l'utilisation d'un calculateur pour optimiser ce critère. Il est important à ce stade de prendre en compte toutes les contraintes qui empêchent la réalisation de certaines expériences. La définition du modèle est plus précise, le plan est construit pour un modèle donné et répond à un critère précis. C'est un avantage économique, mais aussi un inconvénient, car les erreurs dans la formalisation du problème et dans le choix du modèle ne sont pas réparables sans faire de nouveaux essais.

Dans cette étude, les plans d'expériences ont été construits pour optimiser le critère de D optimalité. Un algorithme génétique a été utilisé pour construire et étendre séquentiellement le plan d'expériences. Cet outil d'optimisation est présenté dans le Chapitre 4. Il a également été utilisé pour déterminer les conditions optimales de la trempe à partir du modèle polynomial construit.

### **III.3. Résumé**

Parmi la diversité de choix des plans d'expériences, nous avons retenu pour notre étude les plans d'expériences D-optimaux, en raison des nombreux avantages que présente ce genre de plans. Pour la planification expérimentale et la détermination des conditions optimales de la trempe nous avons utilisé les algorithmes génétiques. Cet outil d'optimisation est présenté dans le Chapitre 4.

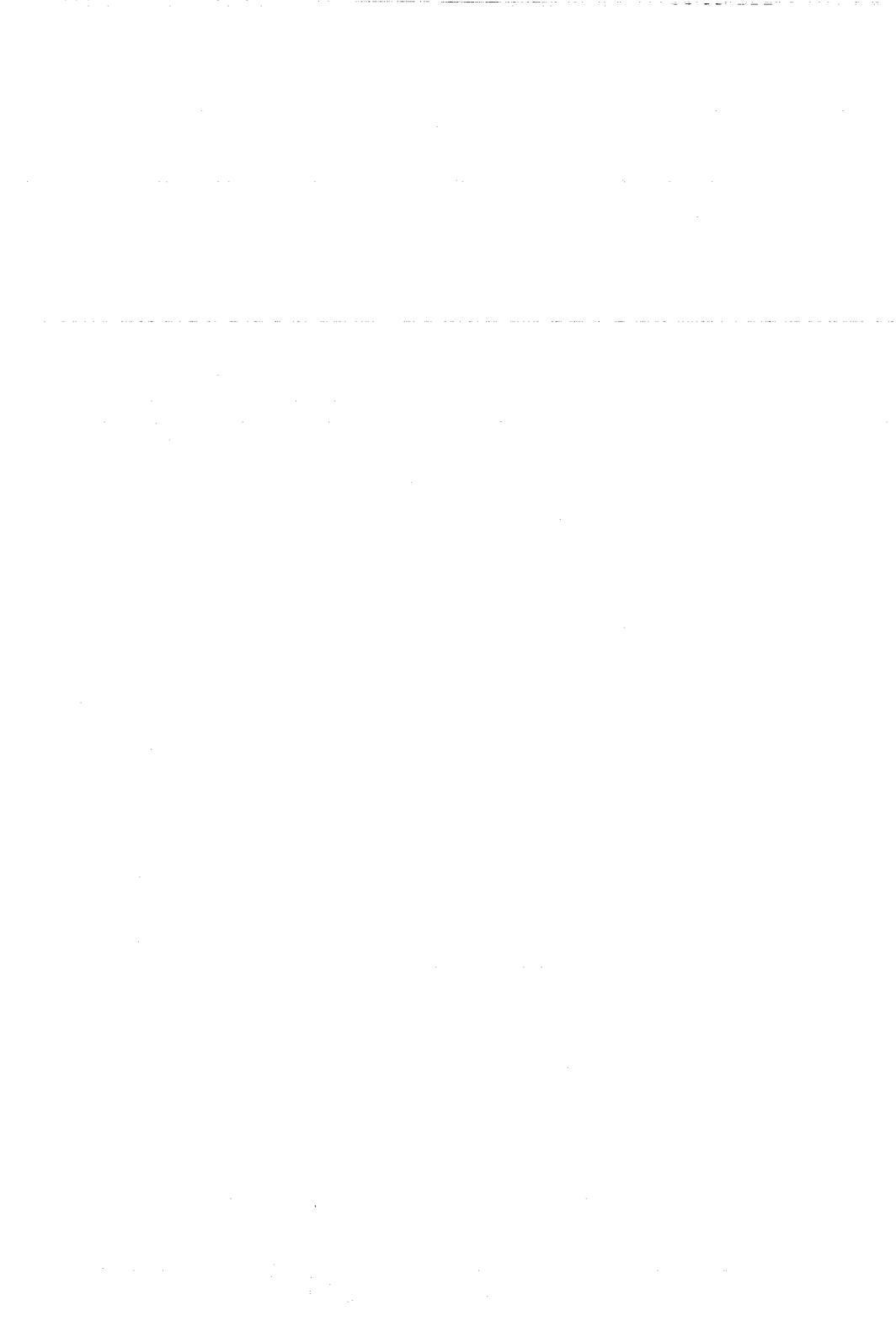


*Deuxième partie*

---

*Chapitre 3*

*Matériels et Méthodes*



DEUXIÈME PARTIE

CHAPITRE 3

Matériels et méthodes

SOMMAIRE

I. Matériel végétal .....	77
II. Matériels de l'expérimentation .....	77
II.1. Fermenteur de 20 litres .....	77
II.2. Micromalterie .....	78
II.2.1. la salle de trempage .....	78
II.2.2. la salle de germination .....	79
II.2.3. la micro-touraille .....	79
III. Méthodes analytiques .....	79
III.1. Analyses sur la variété d'orge .....	79
III.1.1. Mesure de l'humidité .....	79
III.1.2. Mesure de la sensibilité à l'eau .....	80
III.1.3. Mesure de l'énergie germinative .....	80
III.1.4. Analyses micro-biologiques .....	81
III.2. Analyses sur l'eau de trempage .....	81
III.2.1. Suivis du pH, température et % d'oxygène dissous .....	81
III.2.2. Dosage des produits de fermentation .....	81
III.3. Analyses sur le grain d'orge et de malt vert .....	82
III.3.1. Pourcentage des grains piqués .....	82
III.3.2. Indice de trempage (test de Chapon) .....	83
III.3.3. Suivi de la plumule .....	83
III.4. Analyses sur le grain de malt .....	84
III.4.1. Mesure des taux de matière sèche .....	84
III.4.2. Calcul des rendements .....	84
III.4.3. Taux de friabilité (méthode Analytica EBC) .....	85

III.4.4 Taux de protéines totales .....	86
III.4.5. Désagrégation au Calcofluor .....	86
III.4.6. Vitesse de filtration Tepral .....	87
III.5. Analyses sur le moût de malt .....	88
III.5.1. Extrait soluble du moût ou extrait fine mouture .....	88
III.5.2. Différence fine-grosse mouture .....	89
III.5.3. Taux de protéines solubles .....	89
III.5.4. Viscosité du moût .....	89
III.5.5. pH du moût .....	89
III.5.6. Couleur du moût et la surcoloration ou Kz .....	89
III.5.7. Indice Kolbach .....	90
III.5.8. Atténuation limite .....	90
III.5.9. Pouvoir diastasique .....	90
III.5.10. Azote $\alpha$ -aminé .....	91
III.6. Fermentation Kirin .....	91

### FIGURES

Figure III-1 : Schéma d'un fermenteur Biolafitte de 20 litres.....	78
Figure III-2 : Cellule de filtration Tepral .....	87
Figure III-3 : Paliers des températures de la filtration Tepral .....	88

### TABLEAUX

Tableau III.1 : Echelle d'appréciation de l'orge en fonction de la sensibilité à l'eau.....	80
Tableau III.2 : Paramètres de l'analyse en Chromatographie Liquide Haute Performance.....	82
Tableau III.3 : Appréciation des malts en fonction du pourcentage de friabilité.....	86
Tableau III.4 : Appréciation de la désagrégation en fonction de la différence d'extrait .....	89
Tableau III.5 : Appréciation de la désagrégation selon l'indice Kolbach .....	90

## DEUXIÈME PARTIE

### CHAPITRE 3

#### MATÉRIELS ET MÉTHODES

Cette partie a pour but de présenter les principaux matériels utilisés et les méthodes d'analyses mises en œuvre dans le cadre de cette étude. Elle comporte le fermenteur de 20 litres, l'outil de micro-malterie, les unités industrielles, ainsi que les principales méthodes d'analyses et d'évaluations qualitatives des malts produits.

#### I. Matériel végétal

Les variétés d'orge utilisées pour les essais réalisées au laboratoire (fermenteur, micromalterie) sont de type Vanessa et Scarlett, fournies respectivement par l'IFBM et la malterie du groupe Malteurop (Metz). En ce qui concerne les essais à plus grande échelle (Industrielle), nous avons utilisé deux variétés (Scarlett et Alexis).

#### II. Matériels de l'expérimentation

##### II.1. Fermenteur de 20 litres

La figure III-1 décrit le réacteur Biolafitte de 20 L. La cuve de trempage (1) contient le mélange eau-orge et est posé sur un socle (6). Le fermenteur est équipé des sondes de mesure du pH (2), de la température (4) et du % d'oxygène dissous (3). La régulation de la température se fait par le biais d'une sonde de température et d'un bain-marie thermostaté (5), qui permet la circulation de l'eau à travers la double enveloppe de la cuve du fermenteur et de ramener la température de l'eau et de l'orge à la température de consigne fixée. Le fermenteur est relié à un système d'aération constitué d'un manomètre (7) pour fixer le débit d'air, d'une vanne d'alimentation d'air et d'un système de dispersion de l'air, placé dans la partie inférieure de la cuve.

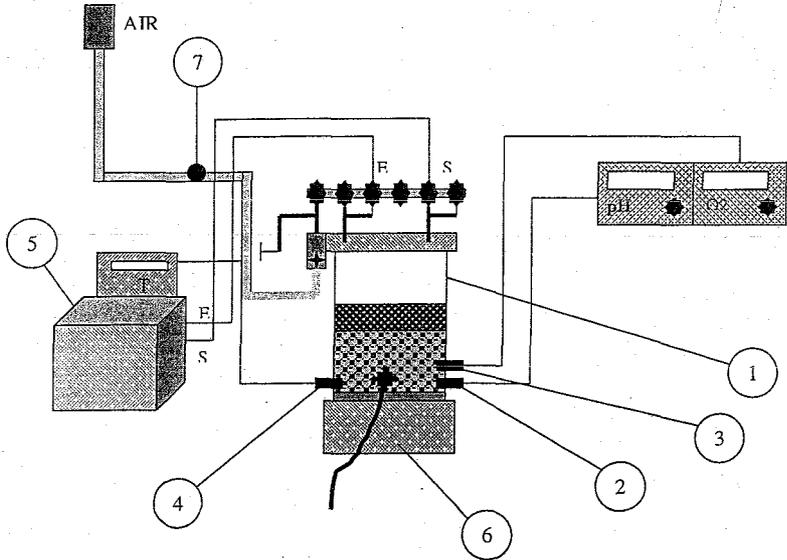


Figure III-1 : Schéma d'un fermenteur Biolafitte de 20 litres.

## II.2. Micromalterie

C'est une malterie miniature de l'IFBM (Vandoeuvre, 54). Elle est constituée de 3 enceintes indépendantes où s'effectue pour chacune d'entre elles, une des étapes du maltage. L'ensemble est contrôlé par un automate programmable. L'organisation et la capacité de cette micromalterie permettent de malter en simultanément 8 échantillons d'orge de 1 kg. Une telle série de 8 échantillons est appelée un bloc. Tous les essais de l'optimisation du diagramme de trempage ont été effectués sur la micromalterie de l'I.F.B.M., qui se compose : d'une salle de trempage, de germination et d'une microtouraille.

### II.2.1. la salle de trempage

Elle se compose de deux cabinets de trempage, équipés chacun de quatre casiers pouvant contenir 2 kg d'orge, soit au total une capacité de 16 kg. Sur les deux cabinets, qui sont indépendants, tous les paramètres importants de l'étape de trempage peuvent être régulés (température, durée des phases sous eau et sous air pour chaque cabinet, température de

trempe pour chaque casier). Un enregistreur de température, placé à l'extérieur, permet de vérifier et d'enregistrer en permanence la température effective de chaque casier.

### **II.2.2. la salle de germination**

Elle peut recevoir jusqu'à 40 kg de matières premières. Des paniers d'une capacité de 1 kg sont disposés autour d'un arbre central situé au milieu de la pièce et animé d'un mouvement de rotation continu, de façon à éviter les phénomènes de prise en masse au cours de la germination, et à favoriser l'aération des grains. Cette salle est thermostatée et l'hygrométrie y est contrôlée. La température de la salle de la germination est enregistrée en permanence.

### **II.2.3. la micro-touraille**

C'est une touraille de capacité huit fois 1 kg. Tous les paramètres de séchage (nombre et durée des différents paliers de température) peuvent être programmés. Un enregistreur de température permet d'évaluer en permanence la température de l'air, en dessous et au dessus de la couche de malt.

## **III. Méthodes analytiques**

Le processus de maltage a été suivi dès le départ avec des analyses effectuées sur la variété d'orge, des analyses et des suivis au cours de la trempé (sur l'orge et l'eau de trempé), au cours de la germination, sur le malt vert et sur le malt sec. La qualité des malts est évaluée en fonction de critères d'analyses chimiques et physiques qui rendent compte du degré de modification structurale du grain. Une partie de ces analyses est effectuée sur le grain de malt, tandis qu'une autre l'est sur le moût de malt. Toutes ces méthodes sont recommandées par l'European Brewery Convention (EBC). Elles sont répertoriées dans l'Analytica-EBC (1987).

### **III.1. Analyses sur la variété d'orge**

#### **III.1.1. Mesure de l'humidité**

Sur l'orge de départ et le grain de malt vert, la mesure de l'humidité s'effectue sur une quantité de 5-6 g d'orge préalablement essuyé et broyé en fine moûture. La dessiccation se fait à l'aide d'une balance à infrarouge (Sartorius) à une température de 120°C.

### III.1.2. Mesure de la sensibilité à l'eau

La mesure de la sensibilité à l'eau se fait en disposant dans des boîtes de Pétri (diamètre de 10 cm) deux papiers filtres (Whatman n°1, d'un diamètre de 9 cm). Les deux boîtes sont humectées respectivement avec 4 et 8 ml d'eau, et 100 grains d'orge sont déposés à la surface du filtre de chaque boîte. Le nombre des grains germés est compté sur chaque boîte après 72 heures de conservation à 18°C. La sensibilité à l'eau s'exprime par la différence de grains germés dans les essais à 4 et 8 ml. Plus cette différence est grande, plus l'orge est dite dormante (tableau III.1).

Tableau III.1 : Echelle d'appréciation de l'orge en fonction de la sensibilité à l'eau.

Sensibilité à l'eau	Appréciation
0 – 10%	Presque sans sensibilité
11 – 25%	Peu sensible
26 – 45%	Sensible
Au dessus de 45%	Très sensible

### III.1.3. Mesure de l'énergie germinative

Ce test a pour but de déterminer le pourcentage de grains capables de germer dans les conditions de l'essai. Deux méthodes de mesure sont utilisées :

La méthode de Aubry et Schönfeld, consiste à mettre 500 grains d'orge sur des plaques métalliques préalablement recouvertes d'un coton et des feuilles de papier filtre. Avant d'étaler les grains, les plaques doivent être humidifiées et égouttées. L'ensemble est mis dans une armoire thermostatée à 20°C. Les grains non germés sont comptés après 72 heures et 120 heures, en détachant à chaque comptage les grains germés pour libérer ceux qui ne le sont pas. A la fin, on compte le pourcentage des grains germés après 72 h et 120 h.

La méthode BRF est la même utilisée pour la mesure de la sensibilité à l'eau, à la différence que le comptage du pourcentage des grains germés ne se fait que sur l'essai à 4 ml d'eau et après 72 heures.

### III.1.4. Analyses microbiologiques

La mesure microbiologique consiste à une quantification des bactéries, levures et moisissures présentes dans l'eau de trempage et sur la surface de l'orge. Le dénombrement est effectué par la méthode des dilutions décimales à partir de la suspension mère. Les milieux utilisés sont la gélose (Nutrient Agar à 15 %) pour le dénombrement des bactéries, milieu MRS pour le dénombrement des bactéries lactiques et milieu PDA (Potato Dextrose Agar) mélangé avec 100 mg/L de chloramphénicol, qui sert à éliminer les bactéries et ne laisser croître que les levures et les moisissures. La croissance des colonies se fait après incubation des boîtes de Pétri à 25° C pendant 3 jours. L'identification est faite selon les caractéristiques morphologiques des différentes colonies et exprimé soit en UFC / g d'orge ou UFC/ ml d'eau.

### III.2. Analyses sur l'eau de trempage

#### III.2.1. Suivis du pH, température et % d'oxygène dissous

Les mesures du pH, température et % d'oxygène dissous dans l'eau de trempage sont effectuées à l'aide d'un oxymètre de terrain. Cet appareil est un oxymètre portable WTW (Wissenschaftlich Technische Werkstätten, Welheim, Allemagne), Multiline P4, utilisable au laboratoire et sur site industriel. Le fermenteur de 20 litres est équipé par des sondes de mesure du pH, de températures et du % d'oxygène dissous.

#### III.2.2. Dosage des produits de fermentation

Dans les conditions anaérobies, le développement de la microflore est accompagné par des risques de fermentation et de production des différents acides (acide acétique, acide lactique et acide butyrique) et d'éthanol. Ces différents produits ont été quantifiés par Chromatographie Liquide Haute Performance (CLHP) (WATERS). Les échantillons à analyser sont prélevés dans l'eau de trempage et préparés par simple filtration sur membrane Millipore 0,2 µm. Les différents composés sont séparés au sein d'une colonne polypore H par un mécanisme mixte d'exclusion et d'échange de cations. En sortie de colonne, les molécules sont repérées par deux détecteurs placés en série : un spectrophotomètre U.V. à 210 nm (pour les acides organiques) et un réfractomètre différentiel (pour l'éthanol). Les signaux issus des deux détecteurs sont reçus par une station d'acquisition et de traitement des données équipée du logiciel Chroma (Biosystem). Ce dosage est réalisé hors ligne à l'aide d'un passeur automatique d'échantillons. L'étalonnage est réalisé avec une gamme de solutions aqueuses

des composés purs commerciaux des acides et de l'éthanol. Pour chaque molécule dosée, les concentrations rencontrées dans l'eau de trempage font toujours partie de la zone de linéarité. Aucune dilution supplémentaire n'est ainsi nécessaire. La durée totale d'une analyse complète est proche de 15 min. Le tableau suivant présente les paramètres retenus pour l'analyse.

Tableau III.2 : Paramètres de l'analyse en Chromatographie Liquide Haute Performance.

Volume injecté	10 µl	Température du four	65 °C
Eluant	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 0,04 N	Débit de la pompe	0,9 ml/min
Durée d'analyse	15 min	Sensibilité	64

## Chromatographie Liquide Haute Performance

- |   |              |                 |
|---|--------------|-----------------|
| <input type="checkbox"/> M.6000 A   | Waters       | Milford, E.U.A. |
| <input type="checkbox"/> Réfractomètre différentiel R.410                   | Waters       | Milford, E.U.A. |
| <input type="checkbox"/> Spectrophotomètre Lambda-Max 481                   | Waters       | Milford, E.U.A. |
| <input type="checkbox"/> Injecteur automatique WISP                         | Waters       | Milford, E.U.A. |
| <input type="checkbox"/> Four pour colonne CLHP. HTR                        | Waters       | Milford, E.U.A. |
| <input type="checkbox"/> Pompe spectraphysics P 1000                        | TSP          | Milford, E.U.A. |
| <input type="checkbox"/> Colonne Polypore H (PPH - 257)                     | Brownlee Lab | Milford, E.U.A. |
| <input type="checkbox"/> Station d'acquisition et de traitement des données |              |                 |
| <input type="checkbox"/> équipée du logiciel Chroma                         | Biosystème   | Dijon           |
| <input type="checkbox"/> Sensibilité : 64                                   |              |                 |

## III.3. Analyses sur le grain d'orge et de malt vert

## III.3.1. Pourcentage des grains piqués

Au cours de l'opération de trempage, les cellules de l'embryon se trouvent abondamment irriguées et se multiplient, ce qui se traduit par la sortie et la croissance rapide des racelles. On dit que le grain « se pique ». Le piquage de l'orge est obtenu généralement après 36 heures de trempage. La détermination du pourcentage des grains piqués permet d'avoir une idée sur l'efficacité de la trempage et du diagramme appliqué.

### III.3.2. Indice de trempe (test de Chapon)

Cet indice (Chapon, 1960), renseigne sur la distribution d'eau dans l'endosperme ; il dépend d'une grande partie de la variété d'orge utilisée et du diagramme de trempe appliqué. Le test consiste à mettre une centaine de grains d'orge (prélevés à différentes phases de trempe) dans de l'eau ayant bouilli pendant 30 secondes. Les grains sont coupés en deux coupes longitudinales, une moitié est rejetée et l'autre partie est utilisée pour la commodité de l'examen. L'examen des 100 demi-grains permet de classer les grains selon leur degré de translucidité en quatre catégories :

- Première section : complètement translucide
- Deuxième section :  $\frac{3}{4}$  translucide
- Troisième section :  $\frac{1}{2}$  translucide
- Quatrième section :  $\frac{1}{4}$  translucide

L'indice de trempe est calculé par l'équation suivante :

$$IT = (1 * A) + (2 * B) + (3 * C) + (4 * D) \quad (\text{éq.1})$$

A, B, C et D, représentent respectivement le nombre de grains classés dans les sections 1, 2, 3 et 4. Selon le degré de distribution de l'eau, cet indice varie entre 100 et 400. Pour atteindre une bonne distribution de l'eau dans l'endosperme, l'indice de trempe doit avoir une valeur proche de 100.

### III.3.3. Suivi de la plumule

La plumule (indicateur de la désagrégation) traverse le testa et se glisse entre le testa et la glumelle le long de la face dorsale du grain. Une plumule qui dépasse la pointe du grain est appelée « hussard » et le grain est considéré comme sur désagrégé. La croissance de la plumule doit se situer entre 80 et 95 % de la pointe du grain. La mesure de la longueur de la plumule permet de distinguer 5 groupes (0 – 1/4), (1/4 – 1/2), (1/2 – 3/4), (3/4 – 1) et (>1), à l'intérieur desquels les grains sont classés.

### III.4. Analyses sur le grain de malt

Il existe trois types d'analyses de référence : (1) Recommended Methods of analysis of the institute of brewing, (2) Analytica-EBC (EBC, 1987), et (3) Methods of analysis of the ASBC principalement utilisées en Amérique du Nord.

#### III.4.1. Mesure des taux de matière sèche

5 g de malt broyés sont pesés dans une capsule en aluminium, puis mis dans une étuve à 130 °C pendant 3 heures. La capsule est à nouveau pesée. Si on note  $P_0$  le poids de la capsule vide,  $P_1$  le poids de la capsule dans laquelle est introduite la prise d'échantillon de farine de malt, et  $P_2$ , le poids de la capsule après étuvage, le taux de matière sèche est donné par :

$$M.S = (P_2 - P_0) / (P_1 - P_0) \quad (\text{éq. 2})$$

#### III.4.2. Calcul des rendements

Le calcul des rendements permet d'évaluer la perte de matière au cours du maltage, due à la perte de radicules et à la perte par respiration. Il peut renseigner sur le rendement de matières des orges. Le rendement commercial (R %) représente la masse de malt dégermé obtenu (Mm) à partir de l'orge mise en trempé et exprimé en %.

$$R = 100 * Mm / Mo \quad (\text{éq. 3})$$

La freinte apparente (Fa), représente la perte totale de matière par rapport à l'orge et est exprimée en %. Elle est due à la diminution de l'humidité, aux pertes par respiration, pertes à la trempé et pertes de radicules.

$$Fa = 100 * (Mo - Mm) / Mo \quad (\text{éq. 4})$$

La freinte réelle (Fr), comprend les matières dissoutes à la trempé, les pertes par respiration et les pertes par radicules, exprimée en %.

$$Fr = [100 * (100 - Ho) - R * (100 - Hm)] / (100 - Ho) \quad (\text{éq. 5})$$

Ou encore :

$$Fr = [(100 * (Mo * (100 - Ho)) - Mm * (100 - Hm)] / Mo * (100 - Ho) \quad (\text{éq. 6})$$

Si des prélèvements ont été effectués au cours du maltage, il faut en tenir compte :

$$Fr = [(Mo * (100 - Ho) - \sum jmj * (100 - hj)) - Mm * (100 - Hm)] / (Mo * (100 - Ho) - \sum jmj * (100 - hj)) \quad (\text{éq. 7})$$

Les pertes par radicules Pra, exprimés en % sont calculées par l'équation suivante :

$$\text{Pra} = [100 * \text{Mr} * (100 - \text{Hr}) / \text{Mo} * (100 - \text{Ho})] \quad (\text{éq. 8})$$

Au cas où il y a des prélèvements, la perte par radicule est calculée par l'équation suivante :

$$\text{Pra} = [100 * \text{Mr} * (100 - \text{Hr})] / (\text{Mo} * (100 - \text{Ho}) - \sum \text{jmj} * (100 - \text{hj})) \quad (\text{éq. 9})$$

La perte par respiration et trempage (Prt) exprimée en %, représente la différence entre la freinte réelle et les pertes par radicules.

$$\text{Prt} = \text{Fr} - \text{Pra} \quad (\text{éq. 10})$$

avec :

Mo : masse d'orge mise en trempage

Ho : humidité de l'orge

mj : masse de prélèvement j

hj : humidité de prélèvement j

$\sum$  : somme de :

Mm : masse du malt après dégermage

Hm : humidité du malt après dégermage

Mr : masse de radicules en kg

Hr : humidité de radicules

#### III.4.3. Taux de friabilité (méthode Analytica EBC)

Il exprime la désagrégation physique du grain lors du maltage. Un échantillon de malt (50 g) est placé dans un tambour dont la paroi est une grille d'acier inoxydable. Les grains sont pressés contre le tamis tournant, par un disque de caoutchouc pendant 8 minutes. Passé ce temps, on pèse le contenu du tambour. Les grains entiers GE (un grain est considéré comme entier si sa taille dépasse les trois quarts d'un grain) sont triés et pesés. Puis l'ensemble du contenu du tambour y compris les grains entiers sont passés au tamis vibrant à fentes de 2,2 x 23 mm pendant 60 secondes. Les grains retenus sont pesés. Cette fraction représente les « grains insuffisamment désagrégés » ou GID, ramené à 100 g. La friabilité correspond à 100 % de grains désagrégés moins le GID (tableau III.3).

Tableau III.3 : Appréciation des malts en fonction du pourcentage de friabilité.

Appréciation	% de friabilité
très bon	> 81
bon	78-81
moyen	75-78
insuffisant	< 75

#### III.4.4 Taux de protéines totales

Il se détermine sur un échantillon de farine d'orge ou de malt de granulométrie 0,2 mm selon la méthode de Kjeldahl. L'échantillon est minéralisé en présence d'acide sulfurique et d'un catalyseur (sélénite de mercure). L'ammoniac formé est déplacé de son sel par une base forte (NaOH), entraîné par la vapeur dans une solution d'acide borique, puis titré par une solution diluée d'acide fort ( $H_2SO_4$  0,05 M) en présence d'un indicateur coloré. La quantité de protéines correspondante est obtenue en multipliant la valeur obtenue par le coefficient 6,25. Le brasseur recherche des malts qui ne sont pas trop riches en protéines. Les taux sont considérés comme très bons entre 10 et 11 % et moyens entre 11 et 11,5 %.

#### III.4.5. Désagrégation au Calcofluor

Elle estime l'homogénéité et le taux de désagrégation biochimique du malt. Les parois cellulaires de l'endosperme des grains, riches en  $\beta$ -glucanes, sont progressivement dégradées au cours du maltage. Ce processus est mis en évidence en colorant les parois cellulaires qui restent intactes à l'aide d'un fluorochrome appelé Calcofluor et qui se fixe de manière spécifique sur les  $\beta$ -glucanes. Les grains sont coupés longitudinalement et les demis grains sont placés sur une plaque qui est alors observée sous lumière ultra-violette. Une fluorescence bleue clair se produit dans les parties non désagrégées alors que les parties désagrégées apparaissent en bleu foncé. Pour chaque grain, le taux de désagrégation est représenté en pourcentage par le rapport de la surface désagrégée de l'endosperme à la surface totale de l'endosperme. Ce calcul est effectué pour 100 grains. Chaque grain est alors classé dans l'une des 5 catégories suivantes :

- (0) 0 % < taux < 5 %
- (1) 5 % < taux < 25 %
- (2) 25 % < taux < 50 %
- (3) 50 % < taux < 75 %
- (4) 75 % < taux < 95 %

- (5) 95 % < taux < 100 %

La dégradation au Calcofluor est donnée par la formule

$$D = 0 \cdot [0] + 0,125 \cdot [1] + 0,375 \cdot [2] + 0,625 \cdot [3] + 0,875 \cdot [4] + 1 \cdot [5]. \quad (\text{éq.11})$$

où [0], [1], [2], [3], [4], [5] représentent respectivement le nombre de grains dans les catégories (0), (1), (2), (3), (4) et (5).

L'homogénéité Calcofluor est donnée par la formule :

$$H = (100 - 2\sqrt{100A - D^2}) \quad (\text{éq.12})$$

$$\text{où } A = 0 \cdot [0] + 0,125^2 \cdot [1] + 0,375^2 \cdot [2] + 0,625^2 \cdot [3] + 0,875^2 \cdot [4] + 1 \cdot [5].$$

#### III.4.6. Vitesse de filtration Tepral

Cette mesure permet de déceler les malts pouvant causer des problèmes de filtration au brassage. La validité de cette méthode tient compte du rapport : eau/mouture du diagramme de température et du lavage des drèches qui sont proches des réalités industrielles. La figure III-2, montre la cellule de filtration Tepral.

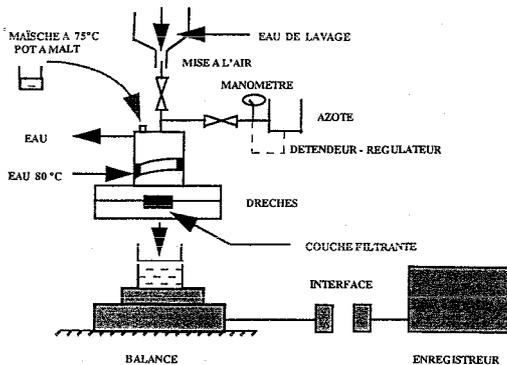


Figure III-2 : Cellule de filtration Tepral.

On réalise un brassage comportant trois paliers de 15 min. Les températures de ces paliers sont respectivement de 50°C, 63°C et 75°C. Les montées en température entre deux paliers se font à raison de 1°C par minute (Figure III-3). La filtration du moût obtenue se fait à chaud et sous pression.

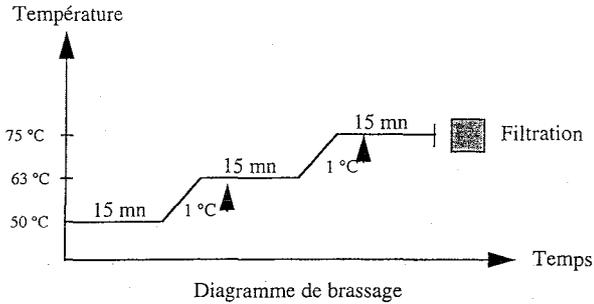


Figure III-3 : Paliers des températures de la filtration Tepral.

### III.5. Analyses sur le moût de malt

Le malt réduit en farine (50 g, à une granulométrie de 0,2 mm) est empâté avec de l'eau distillée à 45 °C (200 ml) dans un bêcher métallique, puis, placé dans un bain-marie avec agitation afin d'y subir un diagramme de brassage simulant celui d'une salle à brasser. Ce diagramme consiste en un palier à 45 °C pendant 30 min suivi d'une montée en température à 70 °C (montée de 1 °C / min), puis, d'un second palier pendant 60 min avant refroidissement à 20 °C. Le volume de moût est ajusté à 450 ml et filtré. Les analyses réalisées sur ce moût sont :

#### III.5.1. Extrait soluble du moût ou extrait fine mouture

Il exprime le rendement du brassage ou la quantité de matières solubilisées au cours de ce brassage conventionnel. La teneur en extrait est calculée à partir de la densité du moût à 20 °C à l'aide d'un pycnomètre. La teneur en extrait du moût en g pour 100 g de moût est lue dans des tables officielles Foldiner et Klemenn pour le saccharose. La teneur en extrait du malt sur matière sèche est alors donnée par la formule :

$$E = [100 * P * (H + 800)] / [(100 - P) * (100 - H)] \quad (\text{éq. 13})$$

où, P : désigne la teneur en extrait du moût

H : la teneur en eau du malt

800 : correspond à la quantité d'eau distillée ajoutée au brassage pour 100 g de malt.

### III.5.2. Différence fine-grosse mouture

Elle représente la différence d'extrait soluble entre l'extrait fine mouture et un extrait d'une farine de malt dont la granulométrie est de 1 mm. Des extraits peuvent être calculés sur grosse mouture et sur fine mouture. La différence des deux extraits renseigne sur la désagrégation. En effet, si la grosseur de la mouture a une influence sur le rendement, on peut conclure à une insuffisance de la désagrégation (tableau III.4).

Tableau III.4 : Appréciation de la désagrégation en fonction de la différence d'extrait.

Désagrégation	Différences
très bonne	< 1,3
bonne	1,3-1,9
normale	2,0-2,6
passable	2,7-3,3
mauvaise	> 3,3

### III.5.3. Taux de protéines solubles

Cette mesure exprime les performances de la protéolyse du malt et se mesure par la méthode de Kjeldahl. L'azote soluble mesuré par cette méthode est multiplié par 6,25 pour obtenir le taux de protéines solubles. Le taux moyen rencontré est de 3,5 à 4,5 %.

### III.5.4. Viscosité du moût

La mesure se fait à 20 °C avec un viscosimètre à chute de bille.

### III.5.5. pH du moût

Le pH du moût de malt se situe généralement dans l'intervalle de 5,9 à 6,1.

### III.5.6. Couleur du moût et la surcoloration ou Kz

La couleur du moût est déterminée à partir d'un disque comparateur.

### III.5.7. Indice Kolbach

Indice de Kolbach, appelé aussi indice de désagrégation chimique représente le rapport du taux de protéines solubles sur le taux de protéines totales en pourcentage. Pour un malt qui renferme 10 % de protéines totales, l'échelle de désagrégation en fonction de cet indice est représentée dans le tableau III.5.

Tableau III.5 : Appréciation de la désagrégation selon l'indice Kolbach.

Désagrégation	Indice Kolbach
très bonne	> 41
bonne	35 – 41
insuffisante	< 35

### III.5.8. Atténuation limitée

En brasserie, on nomme atténuation, la diminution de la densité de la bière durant la fermentation de son extrait. En fabrication, on ne considère que l'atténuation apparente car elle s'obtient directement par une simple mesure de la densité de la bière. Cette atténuation s'exprime par rapport à l'extrait de départ de la fermentation, donc en % de l'extrait primitif. L'évolution de l'atténuation pendant la fermentation et sa valeur finale permettent de contrôler l'état physiologique de la levure et son pouvoir fermentaire. Cette analyse a pour objectif de mesurer la fermentescibilité du moût. Le moût est bouilli et fermenté en laboratoire. A partir de la densité initiale et la densité finale, on peut évaluer le pourcentage de sucres fermentescibles.

### III.5.9. Pouvoir diastasiq

Il renseigne sur l'hydrolyse de l'amidon par les  $\alpha$  et  $\beta$ -amylases sans spécificité d'action. Il a pour but de mettre en évidence l'activité combinée de l' $\alpha$ -amylase et de la  $\beta$ -amylase dans des conditions de réaction normalisée. Les enzymes du malt sont extraites dans de l'eau distillée à 40 °C. Une solution d'amidon normalisée est alors hydrolysée par l'extrait obtenu. Les sucres réducteurs formés sont mesurés par iodométrie. Le résultat est exprimé en grammes de maltose produit par 100 g de malt ou en Windisch Kolback (W.K). Les valeurs moyennes du pouvoir diastasiq se situent entre 200 et 250 W.K.

### III.5.10. Azote $\alpha$ -aminé

Cette mesure permet de déterminer la teneur en acides aminés libres qui influencent la multiplication de la levure et le goût de la bière finale. La mesure se fait par colorimétrie à la ninhydrine directement sur le moût d'analyse. On considère que ce taux est normal lorsqu'il est compris entre 130 et 160 mg pour 100 g d'extrait.

### III.6. Fermentation Kirin

#### *Technique de culture*

Cette mesure permet de déceler les malts pouvant causer des problèmes de fermentation au brassage. 300 grammes d'un échantillon de malt sont moulus de façon à obtenir 45 % de farine fine, et sont versés dans 1,8 litres d'eau suivant la procédure du malt conventionnel EBC. Le mélange est filtré à travers du coton hydrophile puis 2,5 g de houblon sont ajoutés à 1,2 litres du moût obtenu. On fait bouillir ce denier pendant une heure ; on le refroidit à 8°C et on le filtre sur papier, puis, on ajuste le moût à 11,5 °P. 3,5 grammes de levure de brasserie sont dispersés dans un litre de moût. Après agitation, le moût est versé dans un cylindre de verre que l'on maintient à 8°C pendant 8 jours. La quantité de levures en suspension est déterminée chaque jour à une longueur d'onde  $\lambda = 800$  nm.

#### *Calcul des vitesses spécifiques*

Les vitesses spécifiques permettent d'évaluer les performances de 1 gramme de levure.

La vitesse spécifique de croissance  $\mu$  (en  $h^{-1}$ ) est donnée par :

$$\mu = \frac{r''x}{X} = \frac{1}{X} \cdot \frac{dX}{dt}$$

$r''x$  : la vitesse de croissance

La vitesse spécifique maximale de croissance représente la pente du  $\ln X$  (ou  $\ln DO$ ) en fonction du temps ( $\ln X = f(t)$ ).

La vitesse spécifique de consommation des sucres  $qs$  (en  $g \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$ ) est donnée par :

$$qs = \frac{r''s}{X} = -\frac{1}{X} \cdot \frac{ds}{dt}$$



*Deuxième partie*

*Chapitre 4*

*Méthodes d'optimisation*



## DEUXIÈME PARTIE

### CHAPITRE 4

#### MÉTHODES D'OPTIMISATION

##### I. Introduction

L'optimisation est une finalité de la méthodologie de notre étude. Elle conduit à déterminer la combinaison des niveaux des paramètres d'entrée à retenir pour atteindre l'objectif fixé sur le système étudié. Elle utilise le modèle pour identifier les conditions opératoires qui optimisent la trempe. La planification permet une organisation optimale des expériences et une réduction importante de la charge expérimentale nécessaire pour construire ce modèle. Elle implique également une phase d'optimisation des critères des plans optimaux.

Les méthodes d'optimisation sont nombreuses et sophistiquées et peuvent être classées selon deux groupes :

- Les méthodes déterministes : ces algorithmes permettent de trouver des solutions de manière méthodique et déterministe et ils sont utilisés pour des petits plans. Parmi ces algorithmes on peut citer le simplexe et le gradient conjugué.
- Les méthodes stochastiques : ces algorithmes permettent de se rapprocher de l'optimum recherché. Ils sont qualifiés de méthodes heuristiques. Parmi ces algorithmes, on peut citer le Recuit simulé et les algorithmes génétiques.

Pour permettre une optimisation efficace des performances du procédé étudié (% de friabilité), plusieurs méthodes peuvent être utilisées. Le Recuit simulé est une heuristique très générale d'optimisation, basée sur une analogie thermodynamique. L'algorithme procède par modifications aléatoires d'une solution de départ tirée au hasard. Les inconvénients de cet algorithme résident dans le fait qu'on ne peut trouver qu'un seul optimum et que sur une seule réponse à la fois. De plus, la détermination de l'optimum recherché n'est pas garantie. Pour déterminer sûrement l'optimum il faut appliquer plusieurs fois le Recuit simulé, ce qui nécessite un temps considérable de calcul. Pour cette raison les algorithmes génétiques présentent une bonne alternative pour l'optimisation du procédé.

## II. Algorithmes génétiques

### II.1. Introduction

Plusieurs techniques d'optimisation basées sur l'évolution naturelle, imitent les principes des processus d'évolution organique (Holland, 1975). Ces bio-algorithmes imités du modèle d'apprentissage collectif des populations regroupent les algorithmes génétiques (A.G) et les stratégies d'évolution (S.E) (Bicking, 1994). Les deux techniques utilisent les principes de mutation, sélection et recombinaison, appliqués à une population d'individus. L'algorithme utilisé, développé au sein du laboratoire combine les propriétés des deux types de stratégies pour exploiter au mieux les potentialités de chacune d'elles. Il permet une exploration plus complète de l'espace de recherche et une meilleure convergence sans perte de la diversité de la population. Les algorithmes génétiques dont les individus sont codés génétiquement présentent un large champ d'application et ils ont l'avantage de travailler directement sur les fonctions sans nécessité de dérivation compliquée. Avant de modéliser les principes d'évolution naturelle, il faut définir une représentation génétique du problème à traiter. Ainsi, pour une fonction multivariable, les variables sont représentées par un code génétique identique à celui de l'A.D.N. On parle ainsi d'individu (vecteur) caractérisé par ses allèles (valeurs).

Il existe deux types de représentation d'un individu : haploïde et diploïde.

- Dans la représentation haploïde, un individu est déterminé par un chromosome (composé de gènes).
- Dans la structure diploïde, les individus sont caractérisés par son génotype composé d'une paire de chromosomes et un vecteur de dominance. Les deux chromosomes représentent le patrimoine génétique de l'individu dont seule une partie est apparente ou *s'exprime* (phénotype). Chaque allèle du phénotype est alors, l'expression des allèles de l'un des deux chromosomes. Cette expression est régie par le vecteur de dominance.

### II.2. Fonctionnement général des algorithmes génétiques

L'algorithme génétique simule l'évolution d'une population d'individus par des opérations de croisement, mutation entre individus (figure IV-1). Cette évolution repose sur une sélection élitiste des individus fondée sur leurs « performances » (critère que l'on souhaite optimiser). Les individus éliminés sont remplacés par le fruit du croisement des individus survivants.

## DEUXIÈME PARTIE

## CHAPITRE 4

## MÉTHODES D'OPTIMISATION

<b>I. Introduction .....</b>	<b>94</b>
<b>II. Algorithmes génétiques .....</b>	<b>95</b>
II.1. Introduction .....	95
II.2. Fonctionnement général des algorithmes génétiques .....	95
II.2.1. Codage des individus .....	97
II.2.2. Évaluation .....	98
II.2.3. Sélection .....	98
II.2.4. Croisement .....	99
II.2.5. Critères d'arrêt .....	101
II.3. Réglages paramétriques .....	101
II.3.1. Taille de la population N .....	101
II.3.2. Taux de survie $s$ .....	101
II.3.3. Précision $P$ .....	102
II.3.4. Taux d'homozygotie $H$ .....	102
II.3.5. Taux de mutation $M$ .....	102
<b>III. Application des algorithmes génétique à l'optimisation de la trempe.....</b>	<b>102</b>

## FIGURES

Figure IV-1. Représentation générale du fonctionnement de l'algorithme génétique.....	96
Figure IV-2. Codage d'un individu diploïdes.....	97
Figure IV-3. Naissance (cas diploïde-hétérozygote).....	100
Figure IV-4. Naissance (cas diploïde-homozygote).....	100

Figure IV-5. Utilisation des algorithmes génétiques dans la planification expérimentale.....103  
Figure IV-6. Optimisation par critère (obtention d'un seul optimum).....104  
Figure IV-7. Utilisation des algorithmes génétique dans l'optimisation des performances du procédé.....104  
Figure IV-8. Optimisation par domaine (obtention de plusieurs optimums).....105

**TABLEAUX**

Tableau IV-1. Choix des dominances lors de la génération d'un nouvel individu.....99  
Tableau IV.2. Paramètres et conditions de fonctionnement de l'algorithme génétique.....102

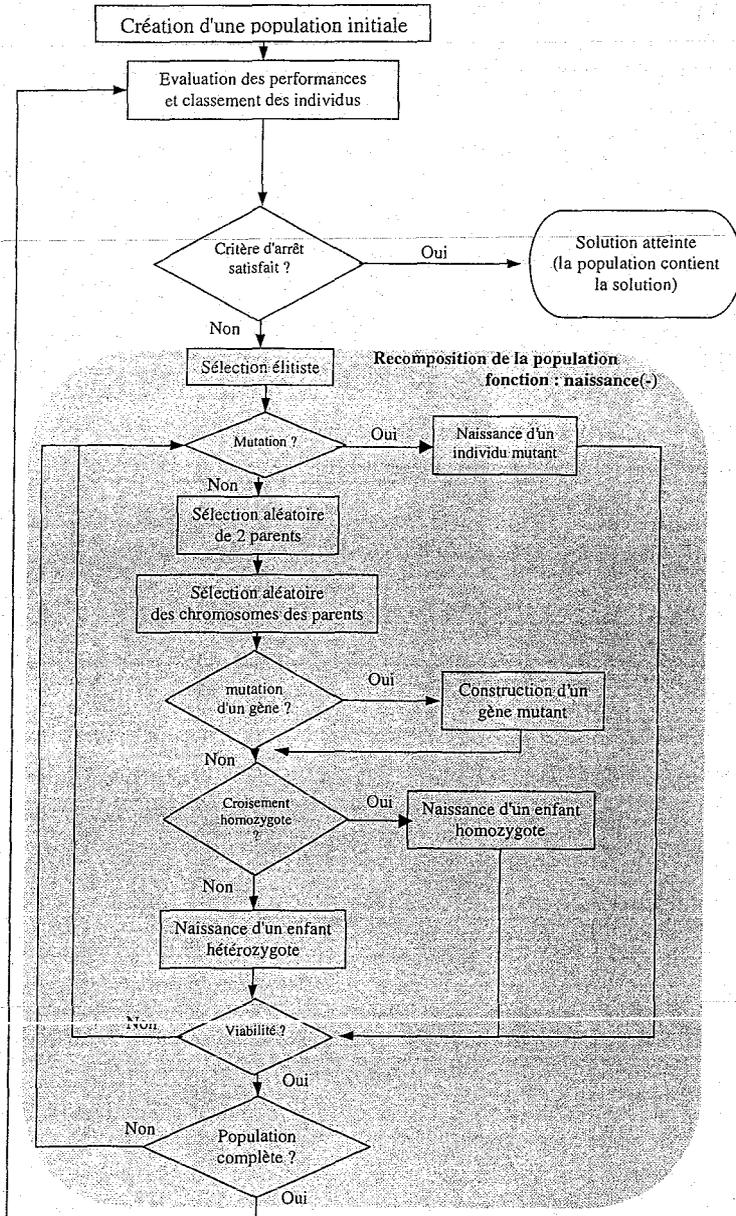


Figure IV-1. Représentation générale du fonctionnement de l'algorithme génétique.

Les meilleurs individus sont ceux qui ont le plus de chances de survivre d'une génération à l'autre. La procédure d'optimisation est arrêtée lorsque tous les individus sont considérés comme « performants » selon un critère d'arrêt à définir.

Cet algorithme est appliqué de la même façon à une population composée d'individus représentant un plan d'expériences (recherche de plans d'expériences optimaux) ou un diagramme de trempe (optimisation des performances de la trempe). Notre outil d'optimisation est un algorithme génétique de type diploïde.

### II.2.1. Codage des individus

Un individu correspond à un ensemble de valeur (un plan d'expériences ou un diagramme de trempe) pour lequel on doit évaluer les « performances ». Les individus diploïdes sont représentés par deux chromosomes (C1 et C2) possédant chacun un nombre déterminé de gènes et un vecteur de dominance (figure IV-2), indiquant quel allèle des deux chromosomes va s'exprimer pour donner le phénotype (les valeurs apparentes). Pour chaque facteur étudié et pour uniformiser les grandeurs, le domaine d'évolution de la population peut être normé dans un intervalle de [0 ; 1].

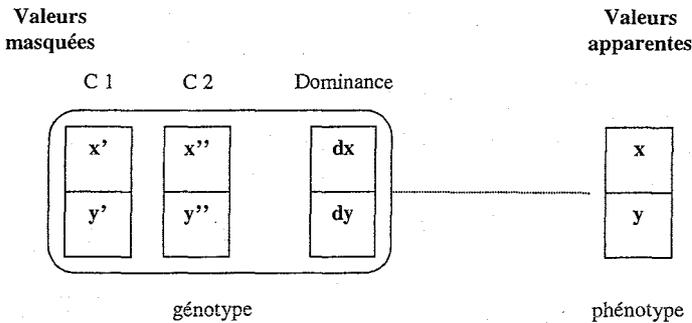


Figure IV-2. Codage d'un individu diploïde.

Dans ce cas,

$$x = d_x \cdot x' + (1 - d_x) \cdot x''$$

$$\text{avec, } dx \in \{0,1\}$$

Dans notre algorithme, on distingue les individus homozygotes et hétérozygotes.

- o Les premiers possèdent un génotype constitué de deux chromosomes identiques (analogue à un individu haploïde).
- o Les seconds individus (hétérozygotes) possèdent un génotype constitué de deux chromosomes différents.

La phase d'initiation de l'algorithme consiste à initialiser de façon arbitraire l'ensemble des individus. Cette population initiale est généralement obtenue par répartition aléatoire dans l'espace de recherche.

### II.2.2. Évaluation

Dans cette étape on calcule la fonction critère à optimiser pour l'ensemble des individus de la population. Cette fonction permet de définir les performances d'un individu. Les valeurs obtenues permettent de comparer les individus les uns par rapport aux autres afin de les classer du meilleur au plus mauvais. Les résultats permettront soit d'arrêter l'algorithme (population "suffisamment performante"), soit de sélectionner les individus utilisés pour générer une nouvelle population après avoir éliminé les individus les moins performants (sélection).

### II.2.3. Sélection

Le principe de la recherche d'optimum par l'algorithme génétique est de faire évoluer la population par générations. Cette évolution se fait en appliquant, en premier, une sélection puis des opérateurs génétiques. La sélection permet le choix des individus à conserver et qui vont survivre d'une génération à l'autre. Si elle s'applique uniquement aux enfants, elle est dite extinctive (pas de survie des parents). Si les enfants comme les parents participent à la sélection, elle est dite conservative.

Dans notre cas, une sélection élitiste et conservative est utilisée pour garantir la survie des meilleurs individus au cours des générations. Si on considère que (s) le taux de survie et (N) la taille de la population. Les (N.s) meilleurs individus de la génération (g) sont conservés et constituent l'ensemble des parents potentiels pour engendrer la génération (g+1).

## II.2.4. Croisement

Le croisement est utilisé pour générer un nouvel individu et recompléter la population. Deux parents choisis aléatoirement dans la population survivante donnent naissance à un nouvel individu (enfant). Le croisement s'effectue dans une phase où chaque parent donne un de ses deux chromosomes à l'enfant. Si un enfant est moins bon que le plus mauvais des parents de la génération précédente, il n'est pas conservé (mortalité infantile). La phase de naissance s'arrête lorsque la population a retrouvé sa taille initiale  $N$ .

On a distingué les deux types d'individu diploïde hétérozygotes et homozygotes. Les techniques de croisement sont différentes en fonction du type d'enfant à naître (homozygote ou hétérozygote). La proportion de naissance de l'un des deux types d'individus est un des paramètres de réglage de la méthode d'optimisation.

### Individu hétérozygote

Dans le cas de la naissance d'un individu hétérozygote, la paire de chromosome de l'enfant est composée par une distribution aléatoire (équiprobable) des allèles du génotype du "père" pour le premier chromosome et de la "mère" pour le second chromosome. Le choix du vecteur de dominance pour l'enfant suit les règles du tableau IV.1.

Ces règles de dominance permettent de conserver les caractéristiques de dominance des parents. Ceci favorise la convergence de l'algorithme du fait que les enfants sont supposés être meilleurs que les parents. Ce type de croisement est illustré par la figure IV-3.

Tableau IV.1. Choix des dominances lors de la génération d'un nouvel individu.

		Dominance de l'allèle sélectionné pour le parent 1	
		Récessif	Dominant
Dominance de l'allèle sélectionné pour le parent 2	Récessif	(1) Dominance aléatoire	(2) Dominance de l'allèle du chromosome 1
	Dominant	(3) Dominance de l'allèle du chromosome 2	(4) Fonction du meilleur parent

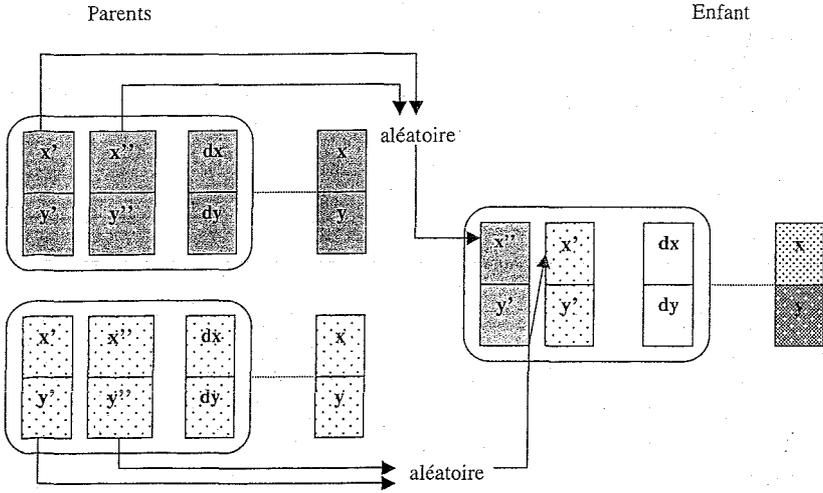


Figure IV-3. Naissance (cas diploïde-hétérozygote).

**Individu homozygote**

Dans le cas de la naissance d'un individu homozygote, le phénotype de l'enfant est d'abord construit puis dupliqué pour former les deux chromosomes identiques. La dominance est fixée à 1 pour chaque allèle. Le phénotype de l'enfant est obtenu par une combinaison aléatoire du phénotype des parents. Ce croisement est caractéristique du croisement des individus dans un codage haploïde. Ce type de croisement est illustré par la figure IV-4.

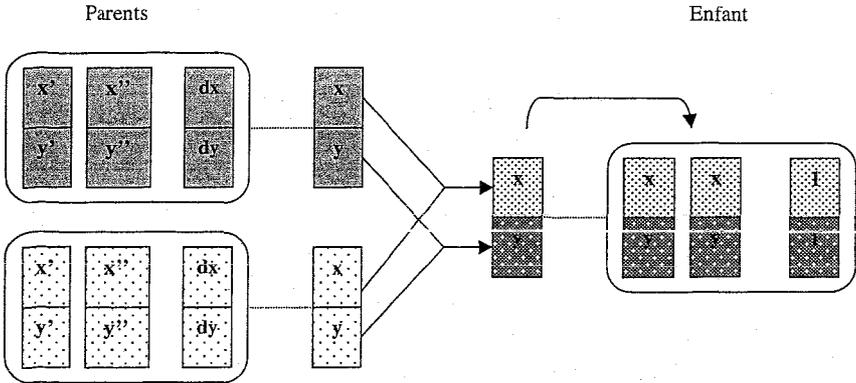


Figure IV-4. Naissance (cas diploïde-homozygote).

Dans ce cas,  $x = \alpha.x_1 + (1-\alpha).x_2$

avec,  $\alpha$  aléatoire  $\in [-0.2, 1.2]$

### **II.2.5. Critères d'arrêt**

Le critère d'arrêt de l'algorithme traduit le fait que la population obtenue est suffisamment homogène. L'algorithme s'arrête lorsque, dans une même génération, l'écart entre le meilleur individu et le plus mauvais est inférieur à une précision choisie. Un deuxième critère d'arrêt peut être défini en cas de non-convergence pour éviter une exécution infinie (nombre d'appels de fonction).

## **II.3. Réglages paramétriques**

Pour un meilleur fonctionnement et exécution de l'algorithme génétique, différents paramètres doivent être choisis avec attention et adaptés pour chaque application.

### **II.3.1. Taille de la population N**

Les performances et les efficacités de l'algorithme génétique dépendent en grande partie de la taille de la population. Une population plus petite limite le taux de "couverture" du domaine de recherche de l'optimum. En contre-partie, une population plus importante nécessite plus de temps de calcul. La taille de la population doit être choisie de telle façon que le nombre de variables considéré soit inférieur à 5 % de la taille de la population.

### **II.3.2. Taux de survie (s)**

Le taux de survie (s) représente la proportion de la population qui servira de parents potentiels pour engendrer la génération suivante. Le bon choix de ce paramètre permet le bon renouvellement de la population tout en conservant une diversité génétique suffisante des individus. Son choix conditionne la vitesse de convergence de l'algorithme génétique. Un taux trop faible élimine beaucoup d'individus et peut conduire à une convergence prématurée vers un optimum local.

### II.3.3. Précision P

La précision est liée au critère d'arrêt et doit être suffisamment petite. Elle influence essentiellement la qualité de la solution et exprime une certaine concentration de la population autour de l'optimum.

### II.3.4. Taux d'homozygotie H

Une rapidité de la convergence peut être assurée par ce paramètre. Un équilibre entre l'homozygote et l'hétérozygote permet d'exploiter les proportions de convergence des algorithmes haploïdes (équivalent homozygote) et diploïdes.

### II.3.5. Taux de mutation M

Au cours de la naissance des enfants, des mutations doivent intervenir entraînant la naissance de nouvel individu dont les deux chromosomes et la dominance sont aléatoires. La mutation assure une meilleure convergence vers une solution en augmentant la diversité de la population et en réduisant la perte du matériel génétique. Cependant, pour ne pas ralentir inutilement la convergence de l'algorithme, le taux de mutation doit être faible. Le choix de 0,01 est le plus fréquent et, est proche de la valeur rencontrée à l'état naturel. Les paramètres de l'algorithme génétique sont résumés dans le tableau IV.2.

Tableau IV.2. Paramètres et conditions de fonctionnement de l'algorithme génétique.

Paramètre	Symbole	Valeur	Échelle
Taille de la population	N	Selon la dimension du problème et la puissance de calcul	
Taux de survie	s	0,2	[0 ; 1]
Précision	P	$10^{-4}$	$< 10^{-4}$ , en général
Taux d'homozygotie	H	0,5	[0 ; 1]
Taux de mutation	M	0,01	[0 ; 1]

## III. Application des A.G. à l'optimisation de la trempe

L'algorithme génétique est utilisé à la fois pour la planification expérimentale et pour la détermination des conditions optimales de la trempe.

### Planification expérimentale

Le plan d'expériences est composé des expériences imposées et des expériences complémentaires. L'algorithme génétique procède à la recherche dans le domaine d'étude des individus qui correspondent chacun à un ensemble d'expériences complémentaires. La performance à maximiser représente le déterminant de la matrice  $X^T X$  (critère de D-optimalité). La matrice  $X$  est construite à partir des expériences imposées et de celles proposées par l'algorithme. Les plans dont la performance est la plus faible seront rejetés par l'A.G. et une nouvelle sélection est entreprise jusqu'à l'obtention finale d'une population composée uniquement de plan d'expériences performants « optimaux » (figure IV-5).

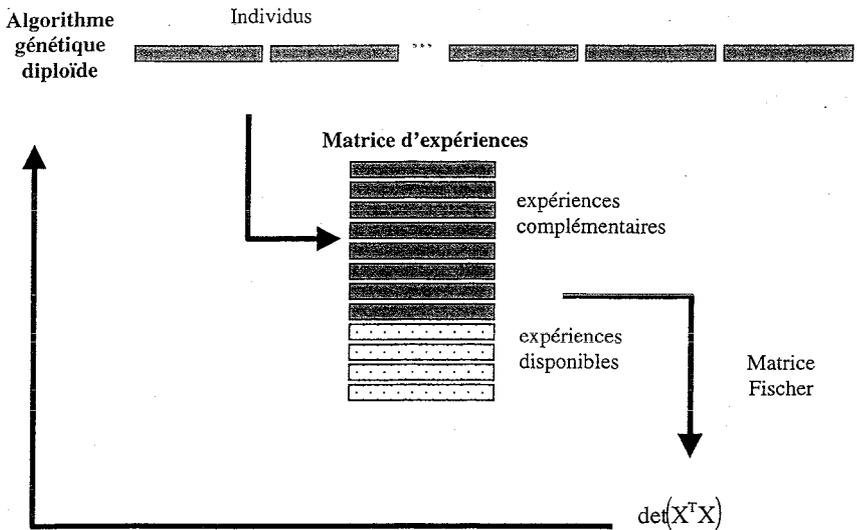


Figure IV-5. Utilisation des algorithmes génétiques dans la planification expérimentale.

Le même principe est appliqué pour la recherche des conditions optimales de la trempe. Un individu représente dans ce cas, un diagramme de trempe (codé avec trois allèles).

L'algorithme génétique recherche et sélectionne parmi un ensemble d'individus, les diagrammes qui présentent le plus faible critère  $J$ . Dans ce cas, le critère  $J$  représente l'écart

entre la friabilité modélisée et la friabilité cible (85 %). L'optimisation de la qualité de la trempe a été révisée sous deux formes :

La première forme d'optimisation (figures IV-6 et IV-7) consiste à la recherche d'un unique diagramme de trempe optimal. Elle a été appliquée pour chaque critère modélisé (% d'humidité, indice de trempe, % des grains piqués et % de friabilité). Par exemple, pour atteindre une friabilité de 85 %, l'algorithme génétique sélectionne les expériences qui minimisent le critère J défini par :

$$J = (F(x) - F^*)^2$$

où  $F^*$  représente la cible recherchée (cf. figures IV-6 et IV-7).

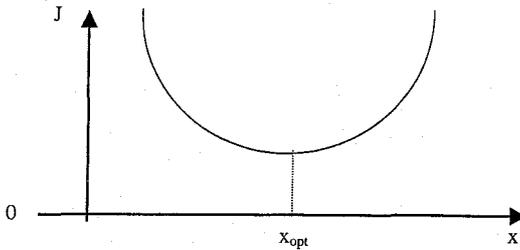


Figure IV-6. Optimisation par critère (obtention d'un seul optimum).

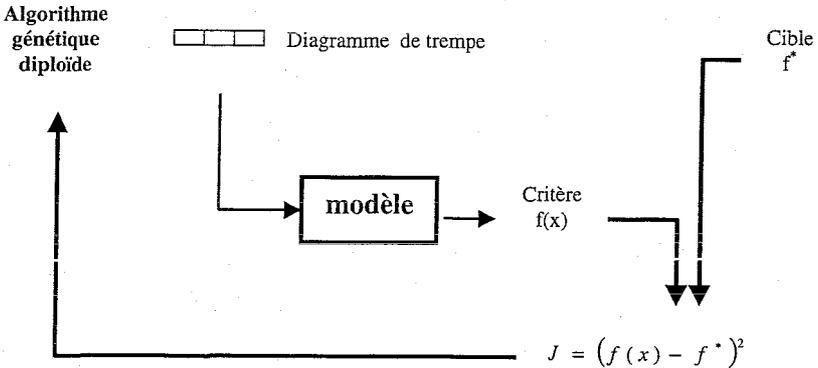


Figure IV-7. Utilisation des algorithmes génétique dans l'optimisation des performances du procédé.

La deuxième forme d'optimisation (optimisation par domaine) consiste à introduire une tolérance sur le critère à optimiser. Elle est appliquée à l'optimisation de performances de la trempe exprimée en terme de friabilité. Un écart ( $\varepsilon_{F^*}$ ) est toléré sur la friabilité ciblée. L'objectif est alors défini par une friabilité de  $85 \pm 5\%$  (figure IV-8). L'algorithme génétique recherche un ensemble de diagrammes qui permettent la minimisation du nouveau critère  $J'$  défini par :

$$\text{Si} \quad (F(x) - F^*) < \varepsilon_{F^*} \quad J' = 0$$

$$\text{Sinon :} \quad J' = (F(x) - F^*)^2 - \varepsilon_{F^*}$$

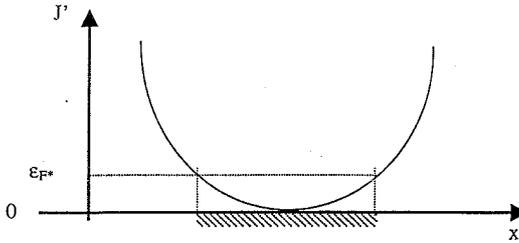


Figure IV-8. Optimisation par domaine.

En d'autres termes, les individus (diagrammes) qui conduisent à des friabilités dans le domaine de  $85 \pm 5\%$  sont considérés comme d'égale performances.

La procédure d'optimisation est alors celle décrite sur la figure IV-7 en remplaçant  $J$  par  $J'$ .

*Troisième partie*

Chapitre 5

*Effet de l'aération sur la qualité de la*

*trempe et du malt*



TROISIÈME PARTIE

CHAPITRE 5

EFFET DE L'AÉRATION SUR LA QUALITÉ DE LA  
TREMPE ET DU MALT

<b>I. Etude de la trempé industrielle .....</b>	<b>110</b>
I.1. Conditions expérimentales .....	110
I.2. Etude de l'homogénéité des cuves de trempé .....	113
I.2.1. Cuve de trempé parfaitement aérée (GMM de Lille) .....	113
I.2.2. Cuve de trempé partiellement aérée (Groupe Soufflet à Strasbourg) .....	115
I.2.3. Cuve de trempé non aérée (Groupe Malteurop à Metz) .....	117
I.3. Effet de l'aération sur la qualité de la trempé .....	119
I.4. Conclusion .....	122
<b>II. Etude de la trempé en fermenteur .....</b>	<b>122</b>
II.1. Évolution de l'oxygène dissous et assimilation de l'eau au cours des trempes réalisées en laboratoire. ....	122
II.2. Répétabilité sur l'effet de l'aération sur la qualité de la trempé et du malt .....	134
II.2.1. Conditions expérimentales .....	134
II.2.2. Suivi du pH et du % d'oxygène dissous .....	135
II.2.3. Effet de l'aération sur la qualité de la trempé .....	136
II.2.4. Effet de l'aération sur la qualité du malt .....	138
II.2.5. Effet de l'aération sur la qualité du moût et de la fermentation.....	141

II.2.5.1. Effet de l'aération sur la vitesse de filtration Tepral .....	141
II.2.5.2. Effet de l'aération sur la fermentation Kirin .....	143
II.2.6. Conclusion .....	145
II.3. Test avec de l'azote gazeux .....	145
III. Mesure de la demande de l'orge en oxygène .....	149
IV. Conclusion .....	154

*FIGURES*

Figure V-1. Diagramme de trempe des Grandes Malteries Modernes (Lille) .....	111
Figure V-2. Diagramme de trempe du Groupe Soufflet (Strasbourg) .....	111
Figure V-3. Cuves de trempe (groupe Malteurop 'Metz') .....	112
Figure V-4. Diagramme de trempe de la malterie de Metz .....	112
Figure V-5. Evolution du pH à différentes hauteurs de la cuve de trempe .....	113
Figure V-6. Evolution de la température à différentes hauteurs de la cuve de trempe .....	114
Figure V-7. Evolution du % d'oxygène dissous à différentes hauteurs de la cuve de trempe.....	114
Figure V-8. Points de prélèvements et de mesures sur la cuve à fond plat et partiellement aérée de Strasbourg .....	115
Figure V-9. Suivi du pH à plusieurs points et profondeurs de la cuve partiellement aérée....	116
Figure V-10. Suivi de la température à plusieurs points et profondeurs de la cuve de trempe.....	116
Figure V-11. Suivi du % d'oxygène dissous à plusieurs points et profondeurs de la cuve ...	117
Figure V-12. Evolution du pH au cours des phases sous eau de la trempe (Metz) .....	118
Figure V-13. Evolution de la température au cours des phases sous eau de la trempe (Metz).....	118
Figure V-14. Evolution du % d'oxygène dissous au cours des phases sous eau de la trempe (Metz).....	119
Figure V-15. Diagramme de trempe.....	134
Figure V-16. Evolution du % d'oxygène dissous selon les différents modes d'aérations.....	135
Figure V-17. Evolution du pH au cours des trempes.....	136
Figure V-18. Evolution du % d'humidité au cours des trempes.....	137
Figure V-19. Evolution de l'indice de trempe.....	137

Figure V-20. Evolution du % des grains piqués au cours des trempes.....	137
Figure V-21. Evolution de la densité optique au cours de la fermentation Kirin sur le moût des malts 1,2,3,4,5 et 6.....	143
Figure V-22. Vitesses spécifiques de croissance de la levure de la bière (g.g <sup>-1</sup> .Jours <sup>-1</sup> ).....	143
Figure V-23. Consommation des sucres de malt (°Plato) au cours de la fermentation Kirin.....	144
Figure V-24. Vitesses spécifiques de consommation des sucres de malt par la levure de la bière en (g.g.jour <sup>-1</sup> ).....	144
Figure V-25. Evolution du pH et % d'oxygène dissous au cours des trempes.....	146
Figure V-26. Evolution du % d'humidité au cours des trempes.....	147
Figure V-27. Evolution de l'indice de trempé au cours des trempes.....	147
Figure V-28. Evolution du piquage des grains au cours des trempes.....	148
Figure V-29. Evolution de l'humidité au cours des trempes.....	149
Figure V-30. Evolution de l'indice de trempé au cours des trempes.....	150
Figure V-31. Evolution du % des grains piqués au cours des trempes.....	150
Figure V-32. Suivi de l'oxygène dissous en mg/l au cours du premier sous-eau de la trempé (témoin).....	152
Figure V-33. Suivi de l'oxygène dissous en mg/l au cours du deuxième sous-eau de la trempé (témoin).....	152
Figure V-34. Suivi de l'oxygène dissous en mg/l au cours du premier sous-eau de la trempé (essai).....	153
Figure V-35. Suivi de l'oxygène dissous en mg/l au cours du deuxième sous-eau de la trempé (essai).....	153

### TABLEAUX

Tableau V-1. Barèmes d'extraction du CO2 pendant les phases sous air.....	112
Tableau V-2. Evolution de l'humidité de l'indice de trempé et du % des grains piqués en fin des trempes industrielles.....	119
Tableau V-3. Evolution de la microflore (ufc/g d'orge) au cours des trempes industrielles.....	120
Tableau V-4. Evolution des acides et de l'éthanol en mg/l au cours des trempes industrielles.....	121
Tableau V-5. Mode d'aération des trempes.....	134

Tableau V-6. Evolution du % d'humidité, de l'indice de trempé et du % des grains piqués en fin des trempes.....	138
Tableau V-7. Les principaux niveaux de tolérances des paramètres de l'analyse des malts.....	139
Tableau V-8. Analyses qualitatives des malts associés aux essais de trempes de modes d'aérations variables.....	140
Tableau V-9. Principaux niveaux de tolérances des paramètres analytiques du test de filtration Tepral.....	142
Tableau V-10. Analyses de la filtration Tepral.....	142
Tableau V-11. Principaux paramètres cinétiques de la fermentation Kirin.....	145
Tableau V-12. Mode d'aération des trempes.....	146
Tableau V-13. Suivi des humidités, de l'indice de trempé, du % des grains piqués et des friabilités.....	148
Tableau V-14. Quantification de la microflore au cours de la trempé (témoin).....	151
Tableau V-15. Quantification de la microflore au cours de la trempé (essai).....	151
Tableau V-16. Vitesses maximales de consommation d'oxygène (en $\mu\text{g/l.mn}$ ).....	154

## TROISIÈME PARTIE

### CHAPITRE 5

#### EFFET DE L'AÉRATION SUR LA QUALITÉ DE LA TREMPE ET DU MALT

L'étude bibliographique a montré que les connaissances de l'impact de la trempe sur la qualité finale du malt sont très limitées. Un travail important doit être entrepris pour acquérir des connaissances de base sur les conditions de la trempe, en vue d'une amélioration du procédé de maltage. Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet de l'aération de la trempe sur la qualité de l'orge en fin de trempe et sur la qualité du malt fini. Les études seront effectuées tant à l'échelle industrielle que laboratoire.

#### **I. Etude de la trempe industrielle**

Le suivi de la trempe industrielle permet de faire un état des lieux et d'avoir une idée sur l'effet de la trempe selon les différentes formes d'aération appliquées sur la vitesse de germination de l'orge et le développement microbien.

#### **I.1. Conditions expérimentales**

Afin d'étudier l'effet de l'aération sur la qualité de la trempe et la germination de l'orge, trois trempes ont été suivies sur trois groupes de malteries différentes :

La première trempe a été suivie dans une malterie du Groupe des Grandes Malteries Modernes (Lille). Elle a été réalisée sur une cuve à fond plat, avec une variété d'orge de type « Alexis » et un diagramme de trempe de deux sous eaux (phases d'immersion de l'orge avec de l'eau) et deux sous air (Figure V-1). Les phases sous eau sont aérées en continu avec un débit d'air de 1500 m<sup>3</sup>/h et l'extraction du CO<sub>2</sub> se fait en continu pendant les phases sous air. Les suivis et les prélèvements ont été effectués en surface de la cuve, à un mètre et à deux mètres de profondeur dans la cuve de trempe.

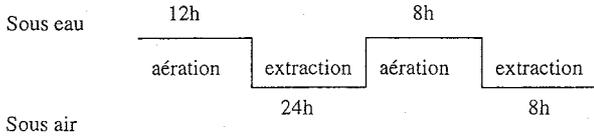


Figure V-1 : Diagramme de trempe des Grandes Malteries Modernes (Lille).

La deuxième trempe a été suivie dans une malterie du Groupe Soufflet (Strasbourg). Elle a été réalisée sur une cuve à fond plat de 7.5 m de hauteur et 11 m de diamètre. Elle a été réalisée avec une variété d'orge de printemps de type « Scarlett » et un diagramme de trempe de deux sous eaux et deux sous air. Les phases sous eau sont aérées par périodes avec un débit d'air de 1700 m<sup>3</sup>/h et selon un barème d'aération et d'arrêt (figure V-2). Par exemple, pour le premier sous-eau qui dure 8 heures, toutes les 30 minutes, il y aura 5 minutes d'aération. L'extraction du CO<sub>2</sub> se fait à son tour par des périodes d'extraction et des périodes d'arrêt tout au long des phases sous air. Les suivis et les prélèvements ont été effectués en surface, à 1m, 2m, 3m et 4m et sur trois points de chaque profondeur.

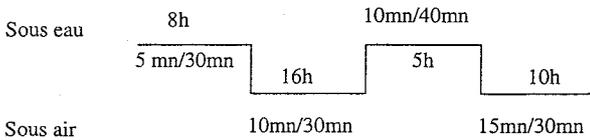


Figure V-2 : Diagramme de trempe du Groupe Soufflet (Strasbourg).

La troisième trempe a été suivie dans une malterie du groupe Malteurop à Metz. Elle a été réalisée sur trois cuves cylindro-coniques superposées. Chaque cuve de trempe permet d'effectuer une phase de sous eau et une phase de sous air (Figure V-3). Le volume de chaque cuve est de 94 m<sup>3</sup> permettant une charge d'orge de 46 tonnes. Les phases sous eau de la trempe ne sont pas aérées, mais le passage d'une phase sous air à une autre phase sous eau se fait par le transfert de l'orge à sec d'une cuve à l'autre. Ce transfert dure 20 minutes ce qui permet au grain de bénéficier d'une certaine quantité d'oxygène de l'air. L'extraction du CO<sub>2</sub> pendant les phases sous air se fait selon un débit qui varie de 1900 à 2300 m<sup>3</sup>/h et selon un barème de marche et d'arrêt (tableau V-1). Les trois cuves de trempe sont équipées d'un

système de refroidissement. La trempé a été traitée chimiquement pendant les trois phases sous eaux par l'eau de Javel à une dose de  $0.05 \text{ kg/m}^3$ .

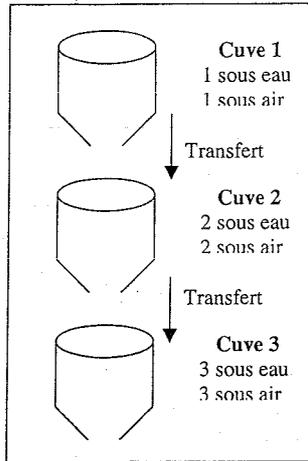


Figure V-3 : Cuves de trempé (groupe Malteurop 'Metz').

Tableau V-1 : Barèmes d'extraction du CO<sub>2</sub> pendant les phases sous air.

Premier sous air	10 mn de marche/15 mn d'arrêt
Deuxième sous air	15 mn de marche/5 mn d'arrêt
Troisième sous air	20 à 25 mn de marche/5 mn d'arrêt

Le diagramme de trempé de cette malterie est présenté en annexe I. Pour faciliter la comparaison avec le diagramme des autres malteries il sera présenté sous une autre forme (figure V-4). La variété d'orge utilisée pour le trempage est une orge de printemps de type « Scarlett ».

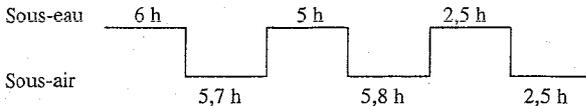


Figure V-4 : Diagramme de trempé de la malterie de Metz.

## I.2. Etude de l'homogénéité des cuves de trempes

Afin de vérifier l'homogénéité de chaque cuve de trempes, des suivis de l'évolution du pH, de la température et du % d'oxygène dissous ont été effectués à l'aide d'un oxymètre portable de terrain et d'une canne de prélèvement. Les prélèvements en orge et eau ont été effectués au même moment que la mesure. Le schéma de la canne de prélèvement (fabriquée à l'atelier du laboratoire LSGC) est présenté en annexe II).

### I.2.1. Cuve de trempes parfaitement aérée (GMM de Lille)

Le suivi du pH, température et % d'oxygène dissous est effectué en début et à la fin de chaque phase de sous eau (figures V-5, V-6 et V-7).

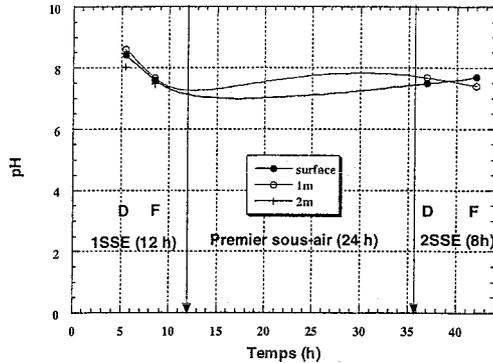


Figure V-5 : Evolution du pH à différentes hauteurs de la cuve de trempes.

(● surface de la cuve, ○ 1m de la cuve, + 2m de la cuve)

(1SSE. premier sous-eau, 2SSE. deuxième sous-eau D. début, F. fin)

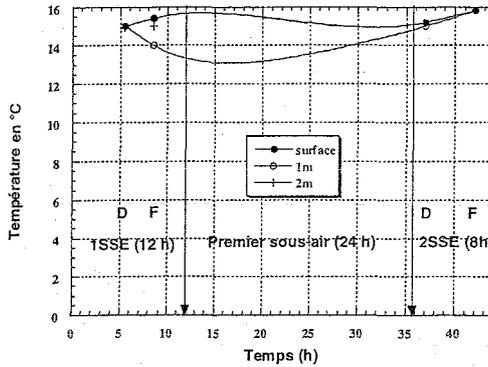


Figure V-6 : Evolution de la température à différentes hauteurs de la cuve de trempage.

(● surface de la cuve, ○ 1m de la cuve, + 2m de la cuve)

(1SSE. premier sous eau, 2SSE. deuxième sous-eau D. début, F. fin)

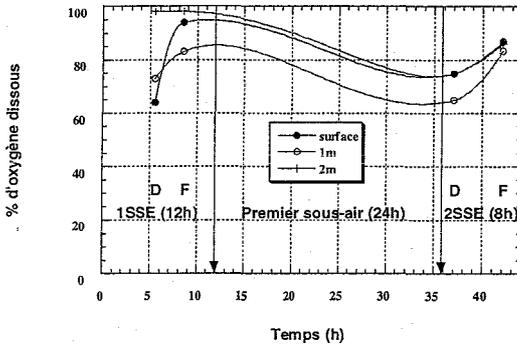


Figure V-7 : Evolution du % d'oxygène dissous à différentes hauteurs de la cuve de trempage.

(● surface de la cuve, ○ 1m de la cuve, + 2m de la cuve)

(1SSE. premier sous eau, 2SSE. deuxième sous-eau D. début, F. fin)

Le suivi du pH et de la température (figures V-5 et V-6) au cours des phases sous eau de la trempage et à différentes hauteurs de la cuve (surface, 1m et 2m) montre qu'il n'y a pas une différence significative entre les différents niveaux de la cuve de trempage. Cette homogénéité

est due au fort débit d'aération appliqué qui a abouti à une stabilité de la température autour de 15°C et à une légère baisse du pH.

Le suivi du % d'oxygène dissous (figure V-7) montre qu'il y a une certaine différence entre les différents niveaux de la cuve de trempe. Cette différence est due au fait que les prélèvements ne sont pas effectués au même moment. Le pourcentage d'oxygène dissous varie entre 60 et 90 %, valeurs logiques dans un contexte d'aération continue.

### **I.2.2. Cuve de trempe partiellement aérée (Groupe Soufflet à Strasbourg)**

Dans cette cuve, les mesures et les prélèvements ont été effectués à 1m, 2m, 3m et à 4m de la cuve de trempe et sur trois points de chaque profondeur (figure V-8). En phases sous air les prélèvements ont été effectués en surface de la cuve de trempe. Les suivis sont effectués en début et à la fin du premier sous eau et au milieu du deuxième sous eau. Cette trempe est caractérisée par des périodes d'aération et des moments d'arrêts.

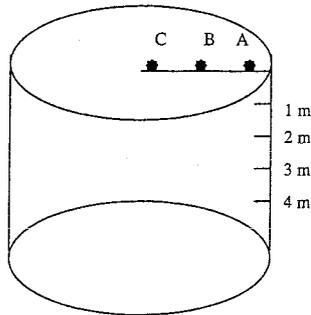


Figure V-8 : Points de prélèvements et de mesures sur la cuve à fond plat et partiellement aérée de Strasbourg.

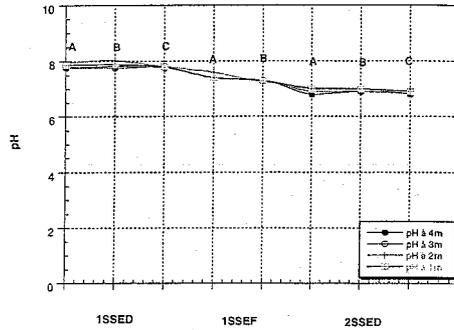


Figure V-9 : Suivi du pH à plusieurs points et profondeurs de la cuve partiellement aérée.

- 4m de la cuve de trempage
  - 3m de la cuve de trempage
  - + 2m de la cuve de trempage
  - 1m de la cuve de trempage
- A, B, C les points de mesures sur chaque profondeur

Le suivi du pH (figure V-9) à quatre profondeurs de la cuve de trempage et à trois points de chaque profondeur tout au long de la trempage, montre une parfaite homogénéité de la cuve due à l'agitation des grains lors des phases d'aération. Il y a une légère baisse du pH au cours du premier sous eau et une stabilisation de ce dernier au cours du deuxième sous eau à une valeur de 7.

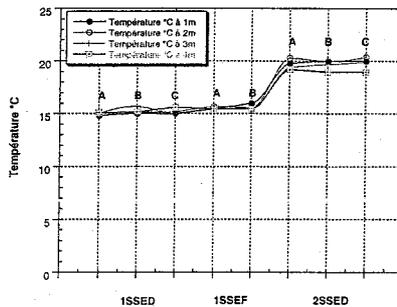


Figure V-10 : Suivi de la température à plusieurs points et profondeurs de la cuve de trempage.

- 4m de la cuve de trempage
  - 3m de la cuve de trempage
  - + 2m de la cuve de trempage
  - 1m de la cuve de trempage
- A, B, C les points de mesures sur chaque profondeur

Le suivi de la température au cours de la trempe (figure V-10) montre une parfaite homogénéité de la cuve de trempe. La température se stabilise autour d'une valeur proche de 15°C au cours du premier sous eau et elle remonte et se stabilise à 20°C au cours du deuxième sous eau.

Pour le deuxième sous eau, on remarque une augmentation de la température jusqu'à 20°C. Cela est dû aux réactions métaboliques de l'orge en fin du premier sous air et début du deuxième sous eau aboutissant au réchauffement du grain d'orge et de l'eau de trempe.

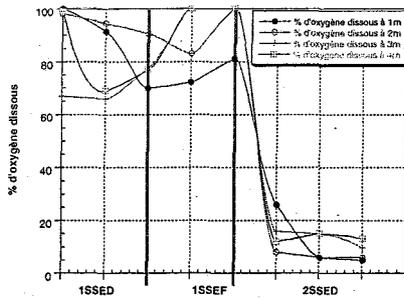


Figure V-11 : Suivi du % d'oxygène dissous à plusieurs points et profondeurs de la cuve.

- 4m de la cuve de trempe
  - 3m de la cuve de trempe
  - + 2m de la cuve de trempe
  - 1m de la cuve de trempe
- A, B, C les points de mesures sur chaque profondeur

Le suivi de l'oxygène dissous au cours du premier et deuxième sous eau (figure V-11) montre une stabilisation de ce dernier autour de 60 % sur le premier sous-eau et sa forte baisse au cours du deuxième sous-eau. Cette baisse indique la forte demande du système en oxygène en deuxième sous eau de la trempe et l'insuffisance de l'aération à répondre à ce besoin. L'augmentation de la température jusqu'à 20°C en deuxième sous eau joue aussi sur la disponibilité de l'oxygène dissous.

### I.2.3. Cuve de trempe non aérée (Groupe Malteurop à Metz)

Les mesures et les prélèvements ont été effectuées à 1m de chaque cuve de trempe. Les suivis sont effectués en début et à la fin du premier sous eau et au début du deuxième et du troisième sous eau (figures V-12, V-13 et V-14).

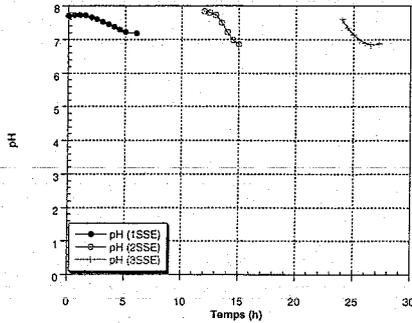


Figure V-12 : Evolution du pH au cours des phases sous eau de la trempe (Metz).

(• premier sous eau, ◦ deuxième sous eau, + troisième sous eau)

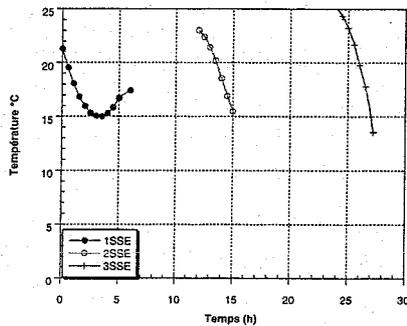


Figure V-13 : Evolution de la température au cours des phases sous eau de la trempe (Metz).

(• 1SSE, ◦ 2SSE, + 3SSE)

Le suivi du pH au cours de la trempe (Figure V-12) montre une légère baisse du pH au cours du deuxième et troisième sous eau. Il y a une baisse de la température au cours de chaque point de mesure et de chaque phase de la trempe (Figure V-13).

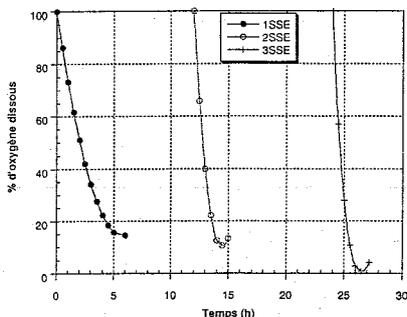


Figure V-14 : Evolution du % d'oxygène dissous au cours des phases sous eau de la trempe (Metz).

(• premier sous eau, ° deuxième sous eau, + troisième sous eau)

La figure V-14 montre la forte chute du % d'oxygène dissous au cours du premier sous eau, dans lequel on atteint des valeurs inférieures à 20 % après 5 heures du premier sous eau. Cette chute est plus marquante au cours du troisième sous eau où les valeurs du % d'oxygène dissous atteignent rapidement (après 2 heures) des valeurs voisines de 0 %.

### I.3. Effet de l'aération sur la qualité de la trempe

La qualité de la trempe est définie par plusieurs paramètres de mesure (le pourcentage d'humidité en fin de trempe, le % des grains piqués, l'indice de trempe, la quantité et la qualité de la microflore).

Tableau V-2 : Evolution de l'humidité de l'indice de trempe et du % des grains piqués en fin des trempes industrielles.

Trempes industrielles	% d'humidité	% des grains piqués	Indice de Trempe
Lille			
Cuve aérée en continu	44	92	108
Strasbourg			
Cuve partiellement aérée	44,6	90	230
Metz			
Cuves non aérées	43,5	93	172

Le suivi de l'humidité au cours des trois trempes (tableau V-2) montre une parfaite absorption de l'eau par le grain quelque soit les conditions d'aération. Les valeurs de l'humidité atteignent le niveau de 44 % en fin de trempe, ce qui reflètent une bonne trempe et promettent un malt de bon qualité. L'aération ne joue pas un rôle sur l'absorption d'eau par le grain.

L'indice de trempe dépend de la variété de l'orge utilisée et des conditions de trempe appliquées (températures, diagrammes). Les trois trempes suivies ont permis d'avoir un bon indice de trempe.

Les pourcentages élevés des grains piqués obtenus montre la faculté des trois trempes à bien initier la germination de l'orge quelque soit le type d'aération appliquée.

Tableau V-3 : Evolution de la microflore (ufc/g d'orge) au cours des trempes industrielles.

	Phases	Bactéries	Levures	Penicillium	Fusarium
Lille Cuve aérée en continu	Orge de départ	$4,7 \cdot 10^8$	$4,0 \cdot 10^4$	$1,4 \cdot 10^2$	$1,4 \cdot 10^2$
	Orge en fin de trempe	$3,1 \cdot 10^7$	$8,3 \cdot 10^3$	$2,0 \cdot 10^1$	0
Strasbourg Cuve partiellement aérée	Orge de départ	$1,3 \cdot 10^9$	$6,0 \cdot 10^4$	0	$1,8 \cdot 10^3$
	Orge en fin de trempe	$4,1 \cdot 10^{10}$	$3,8 \cdot 10^6$	$6,0 \cdot 10^3$	$8,0 \cdot 10^3$
Metz Cuve non aérée avec ajout d'eau de javel	Orge de départ	$3,2 \cdot 10^7$	$2,4 \cdot 10^4$	0	$1,4 \cdot 10^1$
	Orge en fin de trempe	$6,6 \cdot 10^8$	$1,2 \cdot 10^5$	100	$1,0 \cdot 10^2$

Le tableau V-3 montre l'évolution de la microflore sur orge en ufc/g d'orge au cours des différentes cuves de trempes suivies. L'orge de départ mise en trempe contient une forte charge microbienne entre  $10^7$  jusqu'à  $10^9$  ufc/g d'orge. Cette charge baisse rapidement sous l'effet de l'aération et de vidange de l'eau dans le cas des cuves de trempes aérées et augmente dans les conditions de limitation en oxygène dissous (Metz) malgré l'ajout de l'eau de Javel.

Durant les trempes fortement aérées (Lille), il s'avère que la charge microbienne a tendance à diminuer entre le début et la fin de trempe, et ce, quelque soit le type de microorganisme considéré.

Les trempes peu ou pas aérées mettent en évidence une augmentation d'environ une puissance des concentrations de micro-organismes.

Il semble donc que l'aération continue est un facteur important de limitation de croissance des micro-organismes.

Tableau V-4 : Evolution des acides et de l'éthanol en mg/l au cours des trempes industrielles.

		a. acétique	a. butyrique	a. lactique	éthanol
Lille	Eau de départ	0	0	0	0
	Cuve aérée en continu Eau en fin de trempes	30	5	29	28
Strasbourg	Eau de départ	0	0	0	0
	cuve partiellement aérée Eau en fin de trempes	80	0	0	190
Metz	Eau de départ	0	0	0	0
	Cuve non aérée avec ajout d'eau de javel Eau en fin de trempes	430	0	320	450

Le dosage de ces métabolites met en évidence que :

- Le niveau de concentration très faible à Lille (0-30 mg/l) est à corrélérer à la limitation de croissance des microorganismes constatée plus haut. Par ailleurs l'aération continue conduit à une évaporation des composés volatiles comme l'éthanol et l'acide acétique.
- Aucune trace d'acide lactique n'est constatée à Strasbourg ; ceci est lié sans doute à l'absence de bactéries lactiques sur l'orge initialement.
- Le niveau d'acide acétique et d'éthanol est plus élevé que celui constaté à Lille, ce qui semble logique compte tenu des concentrations fortes en terme de développement microbien.
- Les concentrations de métabolites sont les plus élevées à Metz. La faible teneur en oxygène dissous favorise le développement de microorganismes anaérobies, potentiellement responsables de la production de ces métabolites.

#### I.4. Conclusion

Le suivi des cuves de trempes industrielles nous a permis de tirer certaines conclusions indiquant que l'aération :

- Joue un rôle sur l'homogénéité de la cuve de trempes par le biais d'une agitation continue de l'orge dans l'eau,
- Elle permet une stabilité de la température de trempes,
- Elle permet également un ralentissement du développement microbien, et,
- Elle n'a pas d'influence sur l'absorption d'eau et la germination de l'orge.

#### II. Etude de la trempes en fermenteur

L'aération de la trempes est un sujet controversé en littérature, les informations disponibles ne nient cependant pas l'importance de ce facteur. Le chapitre précédent a montré les différentes mises en œuvre industrielles de l'aération sans constater de différences significatives de qualités de l'orge en fin de trempes. L'objectif est désormais de simuler les conditions industrielles dans un système de laboratoire contrôlé afin d'étudier l'influence des conditions d'aération sur la qualité de l'orge germée et du malt.

##### II.1. Évolution de l'oxygène dissous et assimilation de l'eau au cours des trempes réalisées en laboratoire.

La publication (Proceedings of the 28th EBC Congress, Budapest 2001) ci-après présente les résultats préliminaires obtenus en système contrôlé (fermenteur de 20 l) ; les trempes y sont réalisées avec la même variété d'orge, le même diagramme de trempes et dans les mêmes conditions de germination et de touraillage. Un soutirage de CO<sub>2</sub> est effectué en continu pendant les phases sous air sur tous les trempes réalisées. Les phases sous eau de la trempes sont soit aérées en continu avec un débit d'air de 12 l/mn, soit non aérées.

## **Evolution of oxygen and water up-take during steeping in a lab scale malting unit.**

Ahmed HARIRI\*, Patrick BOIVIN\*\*, Ivan MARC\*, Michel FICK\*

(\*)Laboratoire des Sciences du Génie Chimique – Ecole Nationale Supérieure  
d'Agronomie et des Industries Alimentaires

2, avenue de la Forêt de Haye 54505 VANDOEUVRE CEDEX

(\*\*) IFBM

Avenue du Bois de la Champelle

54500 VANDOEUVRE

### **Abstract**

Steeping is the most important operation during malting process. Unfortunately, there is a lack of knowledge to appreciate the optimal steeping scheme. The objectives of this study are to measure the evolution of a lot of variables during an industrial steeping in order to correlate steeping phenomena to water and oxygen up-take and endosperm hydration and to conceive a laboratory scale steeping vessel to test different steeping diagrams on the laboratory unit and to evaluate the effect of steeping management on the malt quality. The first results lead to a better knowledge of the principal mechanisms of air and water absorption and the impact of steeping on final malt quality.

### **Introduction**

In the production process of brewing malt, the first step consists of the steeping. Steeping conditions (Axcell *et al*, 1983, Chapon, 1960) and duration of germination have been identified as crucial quality factors of malted grains. The main objective of the malting process is the synthesis and activation of hydrolytic enzymes, which occur mainly during the germination period and the first hours of the kilning phase. The energy for these biochemical process is probably provided by the respiratory activity of the grain. Partially during malting but mainly during brewing the barley starch is converted into fermentable sugars by the action of these enzymes. Process conditions determine the metabolic activity of the grain and the

progress of germination. As a consequence, the final malt qualities are correlated with the process conditions during malting.

The rapid hydration of the barley grain that occurs during steeping, in conjunction with the leakage of nutrients into the steep, results in the rapid proliferation of bacteria, yeasts and mycelial fungi (Kelly and Briggs ; 1992a , 1992b ; Van Campenhout et al, 1999)

Barley grain carries a numerous, variable, and complex microbial population that mainly consists of bacteria, yeasts, and filamentous fungi (Noots et al; 1999). The extent and the activity of this microflora are determined by the altering state of the grain and the environmental conditions in the malt production chain.

A sufficient absorption of water and oxygen by barley and hydration of endosperm leads to a malt having good brewing qualities (Powell et al, 1993).

So, on a pilot steeping plant, conceived from an interpolation of an industrial unit, the objectives of this study are to test two steeping diagrams in order to :

- evaluate the effect of steeping management on the malt quality,
- to model the rate of oxygen consumption to estimate the anoxic degree during the wet rests.

## **Materials and methods**

### **1. Malting**

The steeping step was conducted according to the first phase of an industrial malting process. Barley showing a normal germination vigour was used. Batch of 5 kg grain were immersed in 8L of sterile water for 8h. This operation was followed by an air rest of 16h and a second immersion phase of 5h in a removed batch of sterile water and this operation was followed by an second air rest of 10h. The temperature during steeping was maintained at 14°C in the first wet rest and 20 °C in the second wet rest.

For the present series, two experiments were used.

For the first experiment, pure air at 12 liters/h was introduced into the grain.

For the second experiment, the steeping was carried out without airing.

Each experiment was conducted two times.

After the steeping phase, the grain was allowed to germinate for 5 days in a micro-malting unit. The temperature is maintained at 16 °C.

## **2. Analytical methods**

The pH and the concentration of dissolved oxygen are measured during the first and the second wet rests.

During steeping and germination, samples of barley and of water were analysed .

The cells concentration on grain and in water were evaluated (bacteria, yeasts and moulds) by counting of cells under media Nutrient Agar 1,5 for bacteria and PDA (Potato Dextrose Agar) for yeasts and moulds .

The absorption of water by grain was evaluated by drying grains in infra-red weighing machine.

For the steeping index determination, grains from each variety were plunged into boiling water during 30 sec, using the method of Chapon (Chapon,1960).

The % of germinated grain was evaluated by counting the germinated grains on 100 barley grains.

The organic acids and ethanol were analysed by HPLC with an UV detection for ethanol and infrared detection for organic acids using the following conditions:

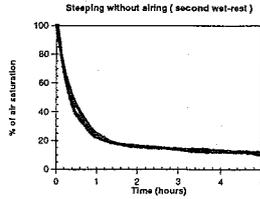
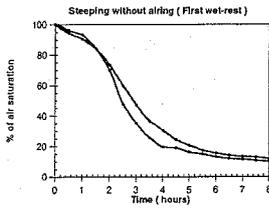
Eluent: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,04 N, Flow 0,9ml/mn, temperature 65 °C, column: polypore H 25 cm \* 7 mm, injection 10 µL, sensibility is 64 and time of analysis 14 mn .

The malt was tested by using two methods: Friability: (EBC 4-15 method) and Filtration performances (Tepreal method).

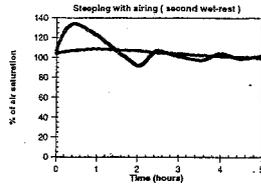
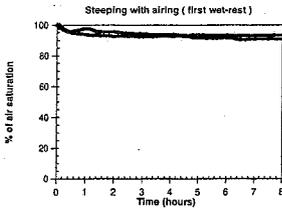
## **Results**

During each series of experiments, there were no significant modification of pH which was stabilised between 7 and 8 (data not shown).

Figures 1 and 2 describe the evolution of oxygen during the two types of tests.



Figures 1 : Evolution of percentage of dissolved oxygen during the experiments without ailing.



Figures 2 : Evolution of percentage of dissolved oxygen during the experiments with ailing.

Without ailing, the evolution of dissolved oxygen in water showed a rapid decrease less than 20% after 4-5 hours during the first wet rest and 1 hour during the second wet rest. With ailing, oxygen didn't vary significantly during the two wet rests.

Table 1 compares the evolution of microbial cells during the two processes between the beginning of the first wet rest (1WR begin), the end of the first wet rest (1WRend) and the end of the second wet rest (2WR end).

Table 1: Evolution of cells' concentrations on grain or in water (units forming colony per gram of grain or per ml of water) during different phases of steeping.

	Bacteria (ufc/gr or ml)		Yeasts (ufc/gr or ml)		Moulds (ufc/gr or ml)	
	on grain	in water	on grain	in water	on grain	in water
<b>Without airing</b>						
1 <sup>st</sup> .W.R.b	2,3.10 <sup>7</sup>	5,2.10 <sup>7</sup>	1,1.10 <sup>4</sup>	5,5.10 <sup>2</sup>	4.10 <sup>2</sup>	0
1 <sup>st</sup> .W.R.e	5.10 <sup>8</sup>	4,3.10 <sup>7</sup>	1,2.10 <sup>4</sup>	3,2.10 <sup>3</sup>	3.10 <sup>3</sup>	0
2 <sup>nd</sup> .W.R.e	2.10 <sup>8</sup>	3.10 <sup>6</sup>	1,5.10 <sup>5</sup>	2.10 <sup>3</sup>	0	0
<b>With airing</b>						
1st.W.R.b	1.10 <sup>7</sup>	1,4.10 <sup>7</sup>	8.10 <sup>3</sup>	8.10 <sup>4</sup>	1,6.10 <sup>3</sup>	2,3.10 <sup>4</sup>
1nd.W.R.e	1,8.10 <sup>7</sup>	1,66.10 <sup>9</sup>	1.10 <sup>4</sup>	1,2.10 <sup>4</sup>	5,8.10 <sup>2</sup>	2.10 <sup>3</sup>
2nd.W.R.e	2,6.10 <sup>10</sup>	5,8.10 <sup>10</sup>	4.10 <sup>6</sup>	4.10 <sup>6</sup>	2,4.10 <sup>3</sup>	2.10 <sup>3</sup>

**Without airing:**

Bacteria reached a maximum of 5.10<sup>7</sup> UFC/g of grain at the end of the first rest; in water the maximum concentration corresponds to the initial value (5,2.10<sup>7</sup> UFC/ml). For yeasts, the maximal value on grain was obtained at the end of the 2<sup>nd</sup> wet rest (1,5.10<sup>5</sup> UFC/g); in water the same value was observed at the end of the two wet rests (2-3.10<sup>3</sup> UFC/ml).

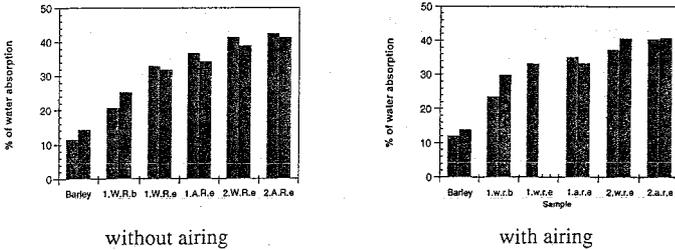
Moulds were present on the grain at a level of 3.10<sup>3</sup> UFC/g before completely disappearing. No moulds were observed in water.

**With airing:**

When steeping was aerated, a general growth was observed between the beginning of the 1<sup>st</sup> wet rest and the end of the 2<sup>nd</sup> wet rest (around 10<sup>7</sup>-10<sup>8</sup> to 10<sup>10</sup> for bacteria, 10<sup>3</sup>-10<sup>4</sup> to 10<sup>6</sup> for yeasts); for moulds data showed stabilised concentrations on grain and in water.

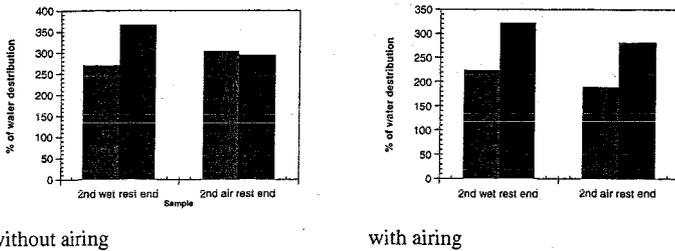
The measurements of organic acids (acetic, butyric and lactic) and ethanol didn't indicate any difference between the two types of process. These molecules were produced at a low level with ethanol at 0,2 g/l and organic acids at less than 0,1 g/l (data not shown).

Figures 3 show that the water absorption evolved from 11 -12 % to around 40% with similar kinetics during the two kinds of process.

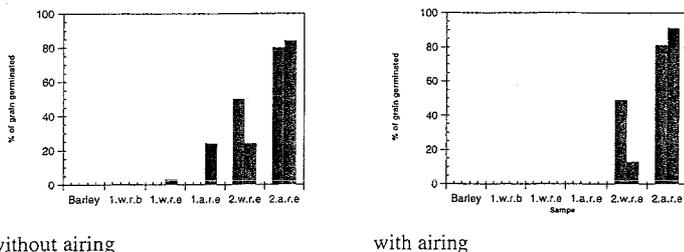


Figures 3: Evolution of grain moisture during the different phases of steeping for the two kind of process

The steeping indexes were decreasing between the end of the 2<sup>nd</sup> wet rest and the end of the 2<sup>nd</sup> air rest without significant differences between the two kinds of steeping (Figures 4).



Figures 4: Steeping indexes at the end of the 2<sup>nd</sup> wet rest and the end of the 2<sup>nd</sup> air rest for the two types of process.



Figures 5: Evolution of percentage of germinated grains during the different steps of steeping for the two processes.

The germinated grains appeared at the end of the 1<sup>st</sup> rest without airing and only during the 2<sup>nd</sup> wet rest when aerating; at least, the percentages of germinated grains at the end of the second air rest were similar in the two ways of processing (between 90 and 92%) (Figures 5).

The different malts produced gave close friabilities : 84% with airing and 88% without airing. The Tepral method was applied in order to value the performances of filtration of these malts Table 2 shows the results.

Table 2: Comparison of the parameters of Tepral method applied to the malts issued from the two ways of steeping.

	mass, g	time, mn	density, DMA	yield, %MS	Viscosity (cp)	slope b	slope c
Without airing	402	11,19	11,03	81,6	1,59	54	57
With airing	402	10,52	10,80	80,2	1,58	59	65

The times of filtration were good and quite similar (10,5 – 11,2 mn); the wori viscosities were the same (1,58 - 1,59 cp) and the yields were between 80,2% and 81,6%.

### Discussion

With a continuous aeration, the dissolved oxygen is stabilised around 85-90%. Pure aerobic conditions are favoured in this type of steeping process. This explains the general growth of

yeasts and bacteria all along the process. But, because of the constant values of dissolved oxygen concentrations, it's difficult to work these data. For the non aired process, oxygen is quickly decreasing indicating possible anaerobic zones around the grains during the wet rests. Because of these close to anoxic conditions the growths are slowed down. Nevertheless, when bacteria are decreasing, yeasts continue to grow or are stabilised: this indicates a better adaptation of yeasts to these anoxic conditions. In order to estimate the modification of microbial aerobic behaviour a modelling approach is proposed. The evolution of dissolved oxygen concentration with time can be simulated by a polynomial model ; the result is shown on Figure 6.

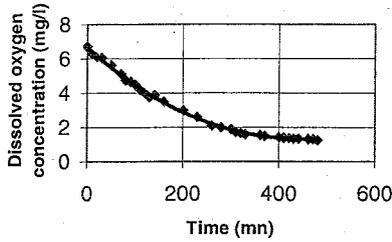


Figure 6: Evolution of dissolved oxygen concentration with time: diamonds represent the measured concentrations, the straight line represents the model.

In this case, the resulting equation representing the evolution of dissolved oxygen concentration (DOC) with time is:

$$\text{DOC} = -10^{-8} \cdot t^3 + 4 \cdot 10^{-5} \cdot t^2 - 0,026 \cdot t + 6,68$$

The rate of oxygen consumption  $r'''$  (mg of oxygen/l.mn) is given, at each time, approximately by the absolute value of the derivative of the previous equation. So,

$$r''' = 3 \cdot 10^{-8} \cdot t^2 - 8 \cdot 10^{-5} \cdot t + 0,026$$

By dividing this rate by the amount of microbial cells, one obtains the specific rate of oxygen consumption.

For each significant cellular type (yeasts and bacteria), the amount of cells is calculated by adding the cells present in water and on the grain. In order to work with the same reference, each concentration  $X_g$  or  $X_w$  is expressed by grain dry matter.

For the cells on the grains:

If  $x_g$  is the cell concentration on grain (UFC/g grain) and H, the grain moisture (g water/g grain),

$$X_G = \frac{x_g}{1-H}$$

For the cells in water,

If  $x_w$  is the cell concentration in water (UFC/ml water),  $\epsilon$  the porosity of the grain bed (ml water/(ml water+ml grains)),  $\rho$ , the volumetric mass of grain (g grain/ml grain):

$$X_w = \frac{x_w \cdot \epsilon}{(1-\epsilon) \cdot \rho \cdot (1-H)}$$

The total amount of cells expressed by grain dry matter,  $X_t$ , is:

$$X_t = X_g + X_w$$

And so the specific rate of oxygen consumption  $\sigma$ , can be calculated :

$$\sigma = \frac{r^{o_2}}{X_t}$$

The different values of  $\sigma$  are related in Table 3.

Table 3: Evolution of the specific rate of oxygen consumption.

				Bacteria (mg/L/mn/(ufc/gDM)	Yeasts (mg/L/mn/(ufc/gDM)
1st	Wet	Rest	Begin	$1,70 \cdot 10^{-10}$	$1,70 \cdot 10^{-6}$
1st	Wet	Rest	End	$7,60 \cdot 10^{-13}$	$2,60 \cdot 10^{-8}$
2nd	Wet	Rest	End	$1,80 \cdot 10^{-11}$	$2,50 \cdot 10^{-8}$

The analysis of the specific oxygen consumption rates shows a decrease of the respiratory activity between the beginning of the first wet rest and the end of the second wet rest.

The ratio of respiratory activity decrease reaches a maximum of around  $10^2$  for bacteria and yeasts at the end of the first wet rest.

The lack of oxygen in the medium adjusts the microbial behaviour to aero-anaerobic conditions of growth.

For all the other parameters (organic acids, ethanol, moisture, steeping index, malt quality), there are no significant differences between the two ways of processing. All these results show that totally non-oxygenated wet rests during steeping haven't any effect on macroscopic quality of malt.

During totally aerated wet rests, oxygen is essentially used for microbial cellular growth.

It seems that oxygen is not a limiting factor during the wet rests for the growth of embryo.

Two explanations are possible:

- the different air rests are sufficient to supply oxygen to the grain,
- low concentrations of oxygen during the wet rests are not contrary to a good malt development

The prospects of this study are:

- in similar conditions, to measure other malt quality properties like specific enzymatic activities (Chinyere *et al*, 1997; Sim and Berry, 1996) or Kirin test to assess the specific oxygen demand of the grain.
- to extrapolate our results to an industrial scale in order to optimize steeping with regard to oxygen transfer.

The authors thank the associations "Malteurs de France" and "Malteurs de Belgique" for financial and technical supports.

## References

1. Axcell, B, Jonkovsky, D and Morell, P; (1983). Steeping: the crucial factor in determining malt quality. *Brewers Digest*, August, (58): 20-23 .
2. Chinyere, I; Iwuoha and Aina, J.O.; (1997). Effects of steeping condition and germination time on the alpha amylase activity, phenolics content and malting loss of nigerian local red and hybrid short kaura sorghum malts. *Food Chemistry*; (58), 4: 289 - 295.
3. Kelly, L. and Briggs D.E. (1992a). The influence of the grain microflora on the germinative physiology of barley. *J. Inst. Brew.* September - October, (98): 395 - 400 .

4. Kelly, L. and Briggs D.E. (1992b). Barley maturity and the effects of steep aeration on malting. *J. Inst. Brew*; July - August, ( 98 ): 329 - 334 .
5. Powell, G.E., Chumbley, J. D. and Cole, N. W. (1993). The effect of oxygen and carbon dioxide levels on enzyme development in malting. *IOBC & SA* : 45 – 54.
6. Sim, G. B. and Berry, D. R. (1996). Malted barley enzyme activity under optimum and process conditions from the scotch malt whisky industry. *Enzyme and microbial technology*, (19): 26 - 31 .
7. Van Campenhout, L., Shen, H.-Y., Iserentant, D. and Verachtert, H. (1999). The gaz environment of germinating barley in various microbial states during malting. *Process Biochemistry*: october. (34): 929 - 937.

## II.2. Répétabilité de l'effet de l'aération sur la qualité de la trempé et du malt

L'étude préliminaire en malteries industrielles et l'étude sommaire en fermenteur ont montré qu'il n'y a pas un effet significatif de l'aération des trempes sur la qualité de la trempé et du malt. Il nous est apparu comme intéressant de faire une répétabilité de ces trempes avec des analyses plus fines de la qualité du malt et de la bière obtenue.

Le but de cette étude est de faire la comparaison entre des trempes aérées en continu et d'autres non aérées. Les trempes ont été réalisées avec une variété d'orge sensible à l'eau de type « Scarlett », caractérisée par une humidité de 12,5 %, d'une énergie germinative avec des valeurs de 94 % et de 95,6 % respectivement après trois jours et cinq jours, ce qui fait d'elle une variété de mauvaise qualité pour le maltage.

### II.2.1. Conditions expérimentales

Les trempes ont été réalisées avec un diagramme de trempé de deux sous eaux et deux sous airs (figure V-15). La température appliquée pour tous les essais est de 14°C pour le premier sous eau et 16°C pour le premier sous air, le deuxième sous eau et le deuxième sous air. Le mode d'aération des trempes est présenté sur le tableau V-5 et la durée de germination est fixée à 4 jours avec une température de 16°C. Chaque trempé a été répétée deux fois.

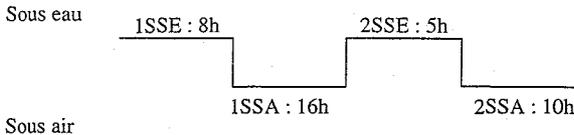


Figure V-15 : Diagramme de trempé.

Tableau V-5. Mode d'aération des trempes.

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
Premier sous eau	Non aéré		Non aéré		Aéré en continu	
Premier sous air	Aéré en continu		Non aéré		Aéré en continu	
Deuxième sous eau	Non aéré		Non aéré		Aéré en continu	
Deuxième sous air	Aéré en continu		Non aéré		Aéré en continu	

## II.2.2. Suivi du pH et du % d'oxygène dissous

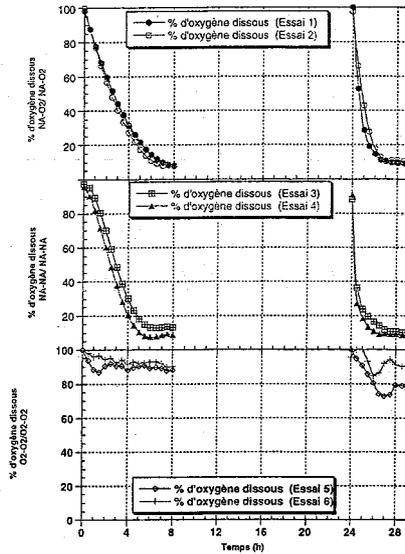


Figure V-16. Evolution du % d'oxygène dissous selon les différents modes d'aérations.

La figure V-16 montre la chute du % d'oxygène dissous au cours des trempes non aérées (Essais 1, 2, 3 et 4) pour atteindre une valeur de 10 % au bout de 5 heures du premier sous eau. Cette chute est plus rapide au cours du deuxième sous eau, ce qui est comparable avec la trempes non aérée suivie au niveau industriel (Metz). L'arrêt de l'aération des phases sous eau provoque une chute brutale du taux d'oxygène dans l'eau. Le grain se retrouve très rapidement en anaérobiose. Ces périodes d'anoxie du grain augmentent en durée, au fur et à mesure du déroulement du sous eau. Cette demande croissante en oxygène est révélatrice de la progression du métabolisme du grain et de la croissance rapide de la flore totale.

L'aération en continu des trempes (essais 5 et 6), assure une stabilisation de l'eau en oxygène voisine de 90 % au cours du premier sous eau et entre 80 % et 90 % pour le second sous eau.

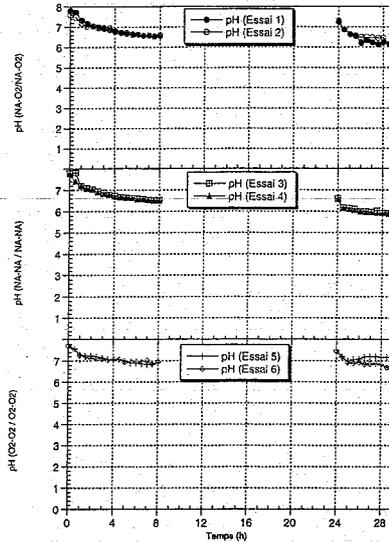


Figure V-17. Evolution du pH au cours des trempes.

La baisse du % d'oxygène dissous au cours des trempes non aérées est accompagnée d'une baisse du pH de 8 à 6,5 pour le premier sous eau (figure V-17).

Le pH baisse plus rapidement dans le cas où les phases sous air ne sont pas aérées (essais 3 et 4). L'aération continue de la trempé aboutit à une baisse plus modérée du pH, ce qui est comparable avec les observations retirées des trempes industrielles (Strasbourg et Lille).

### II.2.3. Effet de l'aération sur la qualité de la trempé

La qualité de la trempé est déterminée par le degré d'humidité atteinte en fin de trempé, le % des grains piqués et par l'évolution de l'indice de trempé (figures V-18, V-19 et V-20) et (tableau V-6).

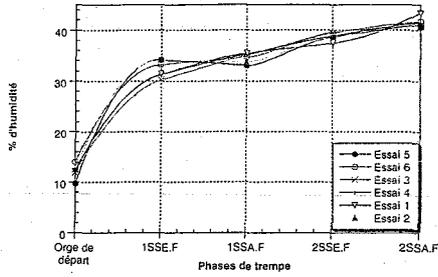


Figure V-18. Evolution du % d'humidité au cours des trempes.

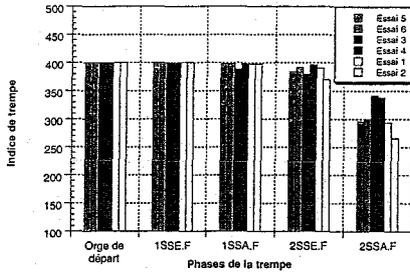


Figure V-19. Evolution de l'indice de trempage.

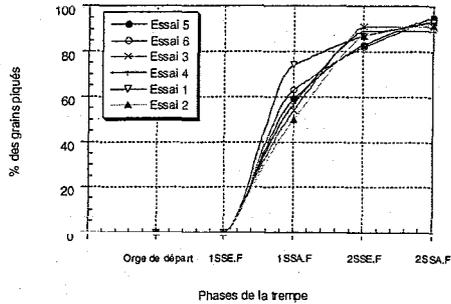


Figure V-20. Evolution du % des grains piqués au cours des trempes.

Tableau V-6. Evolution du % d'humidité, de l'indice de trempé et du % des grains piqués en fin des trempes.

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
Mode d'aération	NA-Air-NA-Air		NA-NA-NA-NA		Air- Air- Air- Air	
% d'humidité	43,4	40,6	41	41,5	41	41,7
Indice de trempé	294	266	342	338	296	300
% des grains piqués	93	92	91	89	95	94

NA. Trempe non aérée.

Quelque soit le mode d'aération appliqué, on arrive à une bonne humidité en fin de trempé (autour de 41 %) et un bon pourcentage des grains piqués (90 %). L'extraction du CO<sub>2</sub> pendant les phases sous air améliore l'indice de trempé (Essais 1,2 et 5,6).

#### II.2.4. Effet de l'aération sur la qualité du malt

Afin de disposer d'une base de comparaison analytique des malts, les tolérances minimales et maximales pour chaque paramètre de malt sont présentés dans le tableau V-7. Ces paramètres varient d'une variété à une autre et d'un procédé à un autre.

Les malts obtenus à partir des différents procédés de trempes ont fait l'objet de différentes analyses. Des analyses sur le malt, le moût et la bière ont été effectuées afin d'apprécier l'ampleur des transformations qui se sont produites au cours des différents maltages. Les résultats d'analyses des malts sont présentés dans le tableau V-8.

Tableau V-7. Les principaux niveaux de tolérances des paramètres de l'analyse des malts.

Paramètres	Valeur minimale	Valeur maximale
Humidité en % (méthode EBC 4-2)	3,5	5
Extrait fine mouture (% malt sec)	80	----
Différence fine-grosse mouture en (% malt sec)	1,5	2,5
pH du moût	5,7	6,0
Protéines totales % matière sèche	10,5	11,5
Protéines solubles % malt sec	3,8	5,0
Indice Kolbach	36	47
Pouvoir diastasique WK sur sec	200	250
$\alpha$ -amylase U.D.20°C (méthode du flux continu) sur malt sec	40	70
$\beta$ -glucanes en mg de moût (mg/l)	200	300
Viscosité en mPa.s	1,45	1,65
Azote aminé libre en mg/l	150	250
Atténuation limite en %	80	82
% de Friabilité	> 72	-----

Tableau V-8. Analyses qualitatives des malts associés aux essais de trempes de modes d'aérations variables (les chiffres en gras indiquent un dépassement des seuils de tolérances, NA indique une trempe Non Aérée).

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
Référence	26.F	27.F	24.F	25.F	22.F	28.F
Mode d'aération des trempes	NA-Air-NA-Air		NA-NA-NA-NA		Air-Air-Air-Air	
% d'humidité	5,7	4,5	4,6	<b>6,9</b>	4,4	4,5
Extrait fine mouture % sec	82,4	82,9	82,5	82,4	82,5	82,6
Extrait grosse mouture % sec	81	80,9	80,7	81	81	81,1
Différence fine-grosse mouture en %	1,4	2	1,8	1,4	1,5	1,5
pH du moût	5,8	5,9	5,9	5,9	5,9	5,9
Protéines totales % matière sèche	10,8	10,2	10,4	10,5	10,6	10,5
Protéines solubles % malt sec	4,3	4,1	4,3	4,3	4,1	4,1
Indice Kolbach	40	40	42	41	39	39
Pouvoir diastasique WK sur sec	<b>260</b>	250	<b>270</b>	<b>260</b>	<b>280</b>	<b>260</b>
$\alpha$ -amylase U.D.20°C (méthode du flux continu) sur malt sec	54	52	56	56	53	51
$\beta$ -glucanes en mg / l de moût	<b>457</b>	<b>809</b>	<b>600</b>	<b>281</b>	<b>545</b>	<b>520</b>
Viscosité en mPa.s	1,49	1,55	1,56	1,54	1,59	1,51
% de Friabilité	76,3	76,9	78,1	75,8	81	80
% des grains entiers (GE)	8,1	7,5	7,3	5,1	4,1	4,6
% des grains incomplètement désagrégés (GID)	10,3	9,9	6,8	6,6	7,1	7,2

Les analyses montrent que les malts fabriqués sont tous bien désagrégés. En effet les indices kolbach sont tous supérieurs à 35 et les friabilités toutes supérieures à 75 % ; les meilleures valeurs de friabilité sont obtenues durant les essais 5 et 6, en conditions totalement aérées.

Tous les malts aboutissent à un bon extrait fine mouture autour de 82 % ; de même pour l'extrait grosse mouture et la différence entre les deux extraits (différence fine-grosse mouture), l'aération n'a pas d'effet sur l'évolution de ces paramètres.

Aucun effet n'est constaté sur la viscosité, le pH du moût, les protéines totales et l'activité des  $\alpha$ -amylases. Aucune différence significative n'est remarquée au niveau du pouvoir diastasique même si les niveaux obtenus sont tous légèrement supérieurs aux valeurs maximales désirées.

Quant aux  $\beta$ -glucanes, leurs analyses montrent des valeurs toutes nettement supérieures aux normes ; ceci étant peut-être dû à la qualité initiale de l'orge utilisée.

Dans un premier temps, il est à noter que les analyses effectuées en conditions aérées (essais 5 et 6) sont plus répétables que celles obtenues sous les autres conditions. L'homogénéisation des grains par l'aération, comme cela a déjà été constaté en malterie industrielle, explique ce phénomène.

Ensuite, à des voies exceptions près, l'ensemble des malts obtenus sont de qualité convenable pour un usage brassicole.

## **II.2.5. Effet de l'aération sur la qualité du moût et de la fermentation**

La qualité de la bière est déterminée par la vitesse de filtration du moût de malt (filtration Tepral) et la fermentation Kirin.

### **II.2.5.1. Effet de l'aération sur la vitesse de filtration Tepral**

Cette mesure permet de déceler les malts pouvant causer des problèmes de filtration au brassage (tableau V-10). Les tolérances minimales et maximales pour chaque paramètre du test de filtration Tepral sont présentées dans le tableau V-9.

Tableau V-9. Principaux niveaux de tolérances des paramètres analytiques du test de filtration Tepral.

Paramètres	Valeurs moyennes
masse du moût (g)	> 350 g
temps total de filtration (mn)	< 20 mn
densité du moût (° Plato)	-----
filtration pente b (g/mn)	> 20 g / mn
filtration pente c (g/mn)	> 20 g / mn
pH	5,7 - 6
Azote aminé libre en mg/l	150- 250

Tableau V-10. Analyses de la filtration Tepral.

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
Référence	26.F	27.F	24.F	25.F	22.F	28.F
Mode d'aération des trempes	NA-Air-NA-Air		NA-NA-NA-NA		Air-Air-Air-Air	
Masse du moût (g)	395	397	390	396	391	398
Temps total de filtration (mn)	8'.40''	10'.30''	10'.45''	9'.25''	10'.17''	11'.16''
Densité du moût (°Plato)	10,89	10,95	10,79	10,67	11,13	10,97
Rendement en % m.s	79,7	79,6	77	79,3	79,7	80
Filtration pente b (g/mn)	70	56	50	60	55	55
Filtration pente c (g/mn)	98	55	63	81	64	47
Azote aminé libre (mg/l de moût)	143	192	189	183	164	177

Le tableau V-10 montre que tous les malts suivis ne causent pas de problèmes de filtration de la bière. Les malts obtenus à partir d'un procédé de trempé aéré en continu (essais 5 et 6) aboutissent à un bon rendement de brassage, mais provoquent une légère augmentation de la densité du moût.

Du tableau V-10, on peut conclure que l'aération de la trempé permet une désagrégation homogène du malt (essais répétables), mais elle aboutit à des faibles pentes de filtration (pentes b et c). L'aération des phases sous-eau ou l'extraction du CO<sub>2</sub> pendant les phases sous-air provoquent une baisse du taux de l'azote aminé libre.

### II.2.5.2. Effet de l'aération sur la fermentation Kirin

L'évolution et les vitesses spécifiques de croissance et de consommation des sucres par la levure de bière sont présentées sur les figures V-21, V-22, V-23 et V-24.

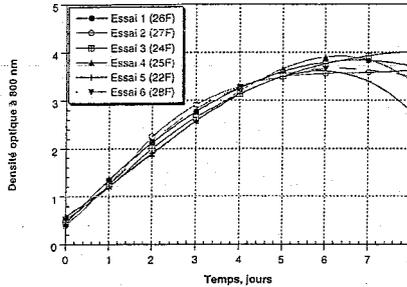


Figure V-21. Evolution de la densité optique au cours de la fermentation Kirin sur le moût des malts 1,2,3,4,5 et 6.

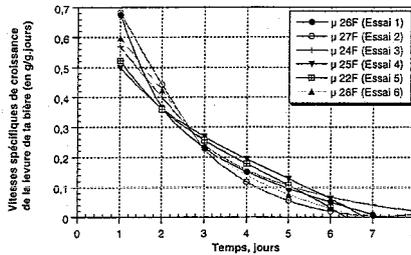


Figure V-22. Vitesses spécifiques de croissance de la levure de la bière ( $\text{g} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{Jours}^{-1}$ ).

Les figures V-21 et V-22 nous montrent qu'il y a aucune différence notable entre les comportements des levures dans les moûts obtenus à partir des malts produits par différents procédés d'aération de la trempé. À partir du 6<sup>ème</sup> jour de la fermentation, une fluctuation de la densité optique est observée. Cependant, la répétabilité des essais ne permet pas de lier cette fluctuation au mode d'aération utilisé pendant la trempé.

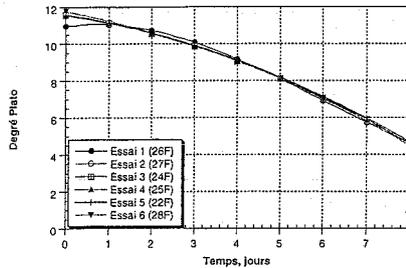


Figure V-23. Consommation des sucres de malt ( $^{\circ}$  Plato) au cours de la fermentation Kirin.

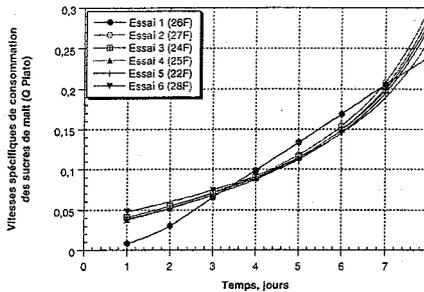


Figure V-24. Vitesses spécifiques de consommation des sucres de malt par la levure de bière en ( $\text{g.g.jour}^{-1}$ ).

Le tableau V-11 résume les paramètres cinétiques de la fermentation Kirin. On observe que quelque soit le type de malt utilisé, on arrive toujours à des fermentations identiques ; ce qui permet de dire que l'aération des trempes n'a pas d'effet sur le déroulement de la fermentation de la bière.

Tableau V-11. Principaux paramètres cinétiques de la fermentation Kirin.

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
Référence	26.F	27.F	24.F	25.F	22.F	28.F
Mode d'aération des trempes	NA-Air-NA-Air		NA-NA-NA-NA		Air-Air-Air-Air	
Densité optique en fin de la fermentation (800 nm)	3,71	3,64	4,07	3,34	2,8	3,47
°Plato en fin de la fermentation	4,64	4,58	4,85	4,78	4,83	4,98
$\mu_{max}$ (jour <sup>-1</sup> )	0,17	0,14	0,18	0,22	0,20	0,16
Atténuation limite apparente (ALA en %) après 3 jours	78,4	77,2	78,4	78,6	78,4	77,6

### II.2.6. Conclusion

Peu de différences significatives ont été constatées dans l'étude de l'influence de l'aération sur la qualité de l'orge germée du malt et de moût :

- L'indice de trempé semble améliorer lorsqu'on procède à une extraction du CO<sub>2</sub> en phase sous-air,
- Une augmentation de la friabilité est constatée entre un système non aéré à un système aéré sur l'orge testée.

Il est à noter l'impact positif de l'aération sur l'homogénéité du grain.

### II.3. Test avec de l'azote gazeux

Les études antérieures ont montré que l'aération des phases sous-eau de la trempé avait peu d'influence sur la qualité du malt. Afin de vérifier cette hypothèse, une série d'expérimentation a été réalisée en imposant un bullage à l'azote gazeux durant les phases sous-eau. Trois trempes ont été réalisées : l'extraction du CO<sub>2</sub> pendant les phases sous-air se fait dans les mêmes conditions que celles présentées au chapitre II.2. Les phases sous-eau sont soit aérées en continu, soit non aérées, soit traitées par bullage à l'azote (tableau V-12).

Les trempes ont été réalisées avec une nouvelle variété d'orge de type « Scarlett de Bourgogne », provenant de la malterie de Malteurop à Metz. Cette variété d'orge sensible à l'eau est caractérisée par une humidité de 12,5 % et d'une énergie germinative variant entre 94 % et 95,6 % après trois jours et cinq jours de germination.

Les trempes ont été effectuées selon un diagramme de trempes de deux sous eau et deux sous air. La température appliquée pour tous les essais est de 14°C pour le premier sous eau et 16°C pour le premier sous air, le deuxième sous eau et le deuxième sous air. La durée de germination est de 4 jours avec une température de 16°C.

Tableau V-12. Mode d'aération des trempes.

Essais	Essai 7	Essai 8	Essai 9
Référence	E161/01.12.F	E161/01.10.F	E161/01.08.F
Premier sous eau	Non aéré	Azote	Aéré en continu
Premier sous air	Aéré en continu	Aéré en continu	Aéré en continu
Deuxième sous eau	Non aéré	Azote	Aéré en continu
Deuxième sous air	Aéré en continu	Aéré en continu	Aéré en continu

La figure V-25 montre l'effet de l'apport de l'air et le bullage de l'azote sur l'agitation et l'homogénéité de la cuve de trempes.

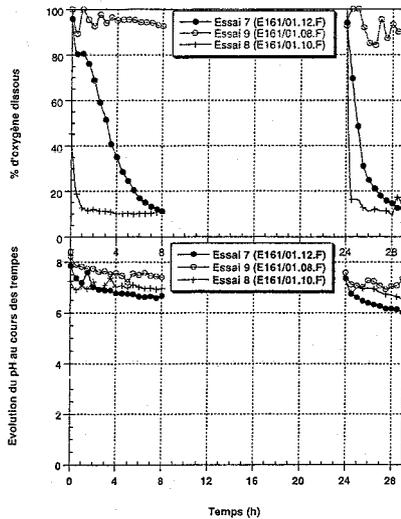


Figure V-25. Evolution du pH et % d'oxygène dissous au cours des trempes

Le pH baisse plus rapidement dans le cas des trempes non aérées. Le % d'oxygène dissous baisse rapidement dans les trempes non aérées jusqu'à des valeurs proches de 20 % au bout de 5 heures pour le premier sous eau et deux heures pour le deuxième sous eau. On peut considérer que ces valeurs avaient dû être proches de 0 %. Par contre dans les trempes aérées, l'eau de trempe reste toujours saturée en oxygène.

Les figures V-26, V-27 et V-28 présentent l'évolution du % d'humidité, de l'indice de trempe et du % des grains piqués au cours des trempes. Les valeurs de l'humidité, de l'indice de trempe et du % des grains piqués obtenus en fin de trempe, ainsi que les taux de friabilités atteints sont présentés dans le tableau V-13.

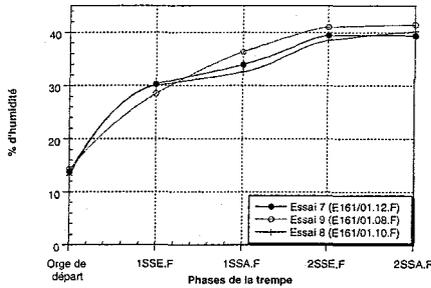


Figure V-26. Evolution du % d'humidité au cours des trempes.

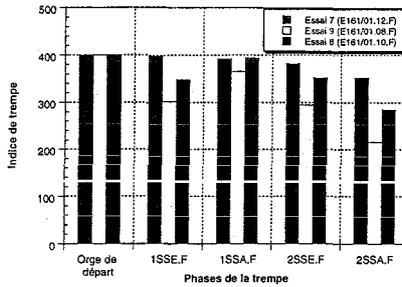


Figure V-27. Evolution de l'indice de trempe au cours des trempes.

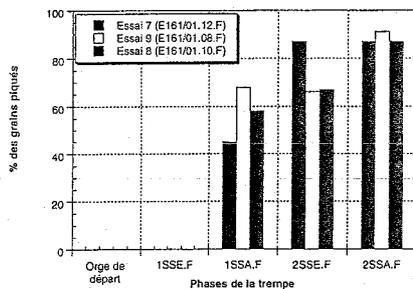


Figure V-28. Evolution du piquage des grains au cours des trempes.

Tableau V-13. Suivi des humidités, de l'indice de trempes, du % des grains piqués et des friabilités.

Essais	Essai 7	Essai 8	Essai 9
Référence	E161/01.12.F	E161/01.10.F	E161/01.08.F
Mode d'aération des trempes	Non aéré	Azote	Aéré en continu
% d'humidité en fin de trempes	39,4	40,2	41,4
Indice de trempes	352	284	216
% des grains piqués	87	87	91
% de Friabilité	67,6	67,8	70
% des grains entiers (GE)	4	7,5	11
Grains incomplètement désagrégés (GID)	13,7	14,7	12,8

L'aération des phases sous-eau de la trempes ne joue pas sur l'absorption de l'eau par le grain, même en absence totale d'oxygène (ajout de l'azote pendant les phases sous eaux), on arrive toujours au même % d'humidité en fin de trempes. L'aération des trempes favorise la diffusion de l'eau à l'intérieure de l'endosperme (Figure V-27), ce qui se traduit par un bon indice de trempes (autour de 200). Le % des grains piqués n'est pas influencé par le type d'aération. Le tableau V-13 montre que le % de friabilité est influencé par l'aération des phases sous-eau de la trempes.

Il s'avère que l'oxygène n'est a priori pas indispensable durant les phases sous-eau au démarrage de la germination du grain d'orge. Le grain trouverait uniquement durant les phases sous-air l'oxygène nécessaire à sa croissance.

### III. Mesure de la demande de l'orge en oxygène

Afin d'élargir les hypothèses précédentes, une expérimentation a été mise en œuvre consistant à mesurer la possible consommation d'oxygène du grain durant les phases sous-eau. Pour cela, il a été nécessaire de se débarrasser de l'ensemble de la microflore présente ; deux trempes sont réalisées en fermenteur de 20 litres. La première trempe (témoin) est effectuée sur une variété de type « Scarlett » et selon un diagramme de trempe de deux sous-eau et deux sous-air (8 h – 16 h – 5 h – 10 h). La deuxième trempe est effectuée dans les mêmes conditions mais avec un ajout de l'eau de Javel. 6 kg d'orge sont trempées avec 13 litres d'eau et les doses de l'eau de Javel utilisées sont :

- 100 ml d'eau de Javel utilisée en début de la trempe,
- 25 ml d'eau de Javel ajoutée toutes les trois heures de premier sous-eau,

Des essais préliminaires ont permis d'ajuster ces doses.

L'efficacité des doses de l'eau de Javel utilisées est déterminée par la quantité de la microflore éliminée au cours de la trempe (tableaux V-14 et V-15) et la qualité de la trempe réalisée « % d'humidité, indice de trempe et % des grains piqués » (figures V-29, V-30 et V-31). Des prélèvements ont été effectués sur l'orge de départ et à la fin de chaque phase de trempe.

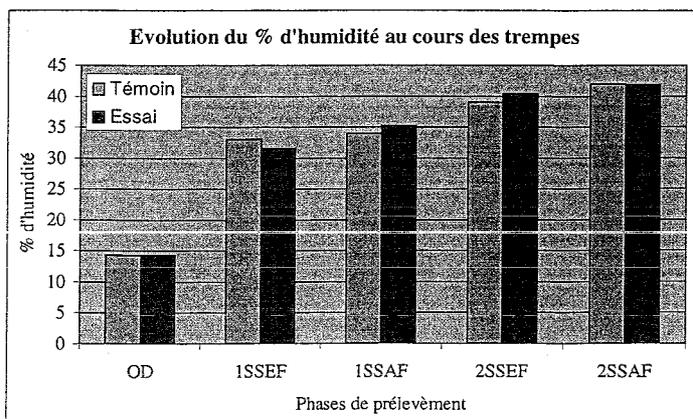


Figure V-29. Evolution de l'humidité au cours des trempes.

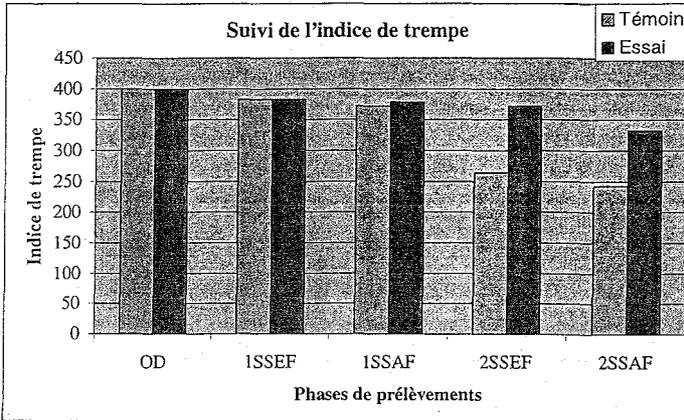


Figure V-30. Evolution de l'indice de trempe au cours des trempes.

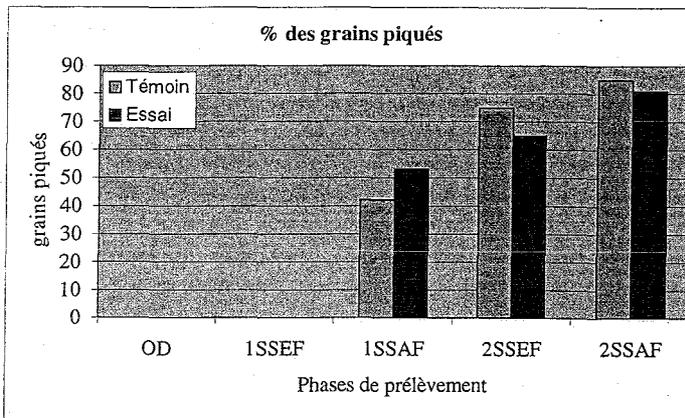


Figure V-31. Evolution du % des grains piqués au cours des trempes.

Tableau V-14. Quantification de la microflore au cours de la trempe (témoin).

Phases de prélèvement		Bactéries (ufc/g d'orge et ufc/ml d'eau)	Levures et moisissures (ufc/g d'orge et ufc/ml d'eau)
Orge de départ	-----	$1,3 \cdot 10^5$	$7,8 \cdot 10^3$
Fin du premier sous-eau	Eau	$2,1 \cdot 10^5$	$8,1 \cdot 10^3$
	Orge	$8,4 \cdot 10^5$	$2,4 \cdot 10^4$
Fin du premier sous-air	Orge	$5,3 \cdot 10^7$	$4,6 \cdot 10^5$
Fin du deuxième sous-eau	Eau	$1,5 \cdot 10^6$	$3,6 \cdot 10^4$
	Orge	$6,4 \cdot 10^7$	$1,2 \cdot 10^6$
Fin du deuxième sous-air	Orge	$1,4 \cdot 10^8$	$10^5$

Tableau V-15. Quantification de la microflore au cours de la trempe (essai).

Phases de prélèvement		Bactéries (ufc/g d'orge et ufc/ml d'eau)	Levures et moisissures (ufc/g d'orge et ufc/ml d'eau)
Fin du premier sous-eau	Eau	0	0
	Orge	$9,3 \cdot 10^3$	0
Fin du premier sous-air	Orge	$1,8 \cdot 10^4$	$1,3 \cdot 10^3$
Fin du deuxième sous-eau	Eau	0	0
	Orge	$7,4 \cdot 10^3$	$4 \cdot 10^2$
Fin du deuxième sous-air	Orge	$2,8 \cdot 10^3$	$1,2 \cdot 10^2$

Le traitement de l'eau de trempe avec de l'eau de Javel a permis d'éliminer toute la microflore (bactéries, levures et moisissures) présentes dans l'eau. Sur le grain d'orge, le traitement n'a permis d'éliminer qu'une partie de la microflore (on passe de  $10^8$  à  $10^4$  ufc/g d'orge pour les bactéries et de  $10^6$  à  $10^3$  ufc/g d'orge pour les levures et moisissures). Au delà de ces doses, la qualité d'orge mise en trempe est dégradée.

La mesure de l'oxygène dissous s'effectue toutes les 5 minutes (figures V-32, V-33, V-34 et V-35). La fluctuation de l'oxygène dissous observée au cours du premier sous-eau de l'essai est due aux ajouts de l'eau de Javel.

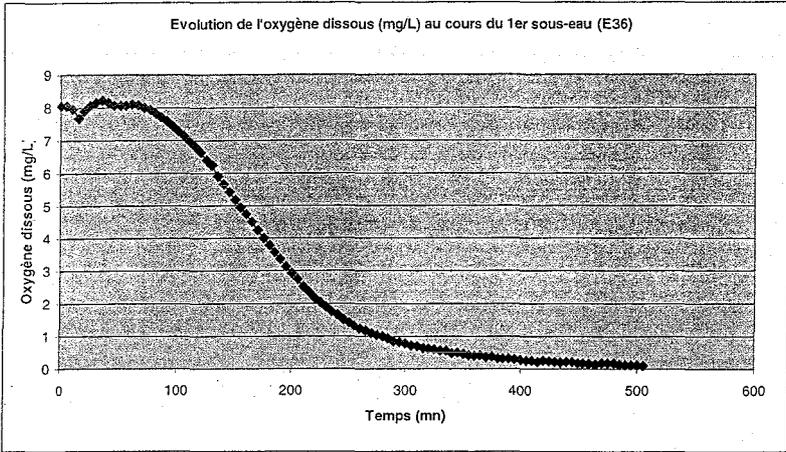


Figure V-32. Suivi de l'oxygène dissous en mg/l au cours du premier sous-eau de la trempé (témoin)

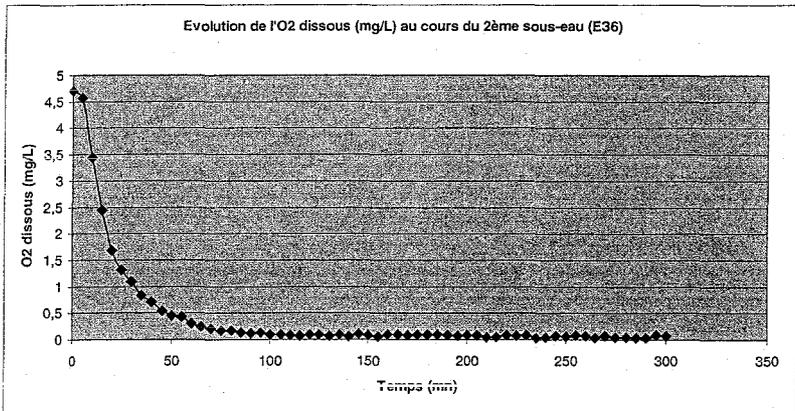


Figure V-33. Suivi de l'oxygène dissous en mg/l au cours du deuxième sous-eau de la trempé (témoin)

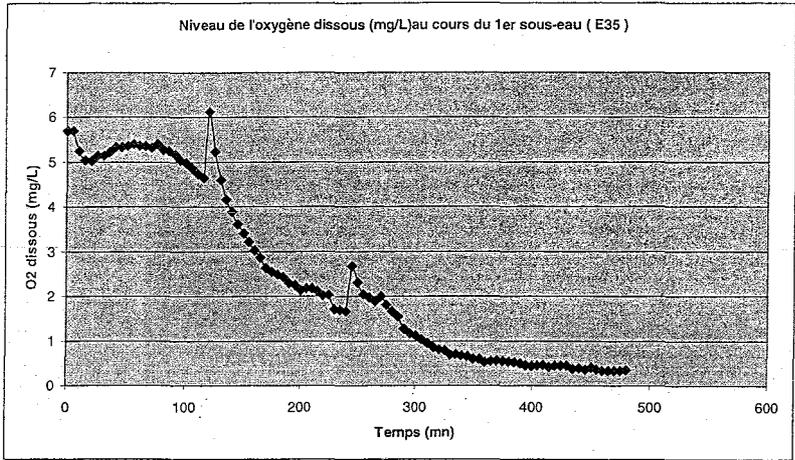


Figure V-34. Suivi de l'oxygène dissous en mg/l au cours du premier sous-eau de la trempé (essai)

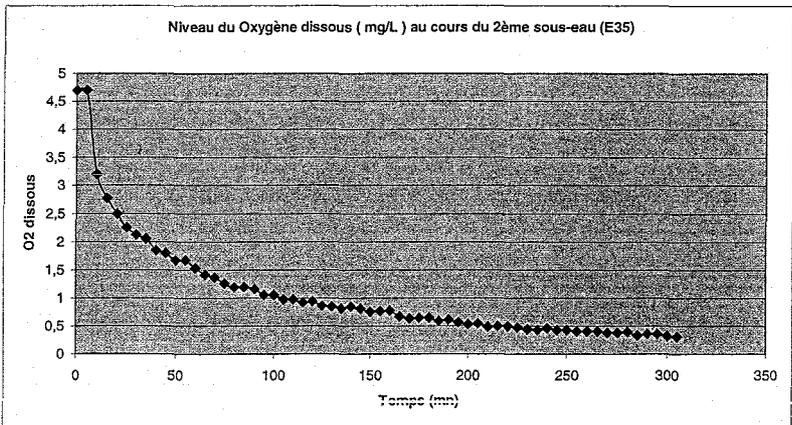


Figure V-35. Suivi de l'oxygène dissous en mg/l au cours du deuxième sous-eau de la trempé (essai)

Une approche simplifiée de la consommation d'oxygène consiste à mesurer la vitesse maximale de consommation durant les différentes phases sous-eau. Pour cela, la pente maximale des courbes obtenues est calculée. Ces valeurs sont données dans le tableau V-16.

Tableau V-16. Vitesses maximales de consommation d'oxygène (en  $\mu\text{g/l.mn}$ ).

Trempes	Premier sous-eau	Deuxième sous-eau
Témoin	45	80
Essai	20	20

Les essais montrent une vitesse de consommation de 2 à 4 fois inférieure à celle du témoin, indiquant la part prépondérante de la microflore dans la disponibilité de l'oxygène dissous. Cependant, du fait de la présence résiduelle de microorganisme sur les grains, il n'est pas possible d'indiquer le niveau exact de consommation d'oxygène par le grain grâce à ce type d'expérimentations.

#### IV. Conclusion

Le grain d'orge a besoin d'oxygène pour sa croissance et sa germination. L'ensembles des expérimentations menées dans le cadre de cette étude mettent en évidence que :

- peu ou pas d'oxygène est nécessaire durant les phases sous-eau des trempes pour assurer la germination du grain,
- l'oxygène durant les phases sous-eau n'a pas d'influence significative sur la qualité de l'orge germée, du malt et de moût.



Troisième partie

Chapitre 6

---

Optimisation de la trempe en

malterie



CHAPITRE 6

OPTIMISATION DE LA TREMPÉ EN MALTERIE

<b>I. Construction des plans d'expériences optimaux</b> .....	159
I.1. Description du système .....	159
I.1.1. Facteurs d'action étudiés .....	160
I.1.2. Réponses à optimiser .....	161
I.1.3. Contraintes expérimentales .....	162
I.2. Choix des critères de construction .....	163
<b>II. Effet des diagrammes de trempe sur la qualité de la trempe et du malt</b> .....	164
II.1. Conditions de l'expérimentation et domaine d'étude .....	164
II.2. Caractéristiques de la variété Scarlett .....	164
II.3. Effet de la durée de chaque phase de trempe sur la qualité de la trempe et du malt .....	165
II.3.1. Effet des phases élevées de sous-eau .....	165
II.3.2. Effet des phases élevées de sous-air .....	167
II.3.3. Effet combiné des phases sous-eau / sous-air .....	168
II.3.4. Effet des essais au centre du domaine expérimental (durées moyennes) .....	160
II.3.5. Répétabilité au centre du domaine expérimental .....	170
II.3.6. Effet de l'augmentation de la durée de l'une des phases sous-eau ou de la durée du premier sous-eau associée au premier sous-air sur la qualité de la trempe et du malt .....	171
II.4. Conclusion .....	178

<b>III. Modélisation et traitement des résultats</b> .....	<b>179</b>
III.1. Modèle polynomial du second degré .....	180
III.2. Analyse des résultats .....	181
III.3. Courbes de corrélations du modèle .....	183
<b>IV. Essais de modélisation avec un nouveau lot de Scarlett</b> .....	<b>186</b>
<b>V. Optimisation de la trempe</b> .....	<b>193</b>
V.1. Optimisation par critère .....	193
V.2. Optimisation par domaine .....	194
<b>VI. Validation expérimentale des conditions optimales</b> .....	<b>197</b>
VI.1. Validation avec le lot initial d'orge .....	198
VI.2. Validation avec le nouveau lot d'orge .....	200
VI.3. Evaluation de la qualité des malts .....	202
<b>VII. Conclusion</b> .....	<b>204</b>

### **FIGURES**

Figure VI-1. Diagramme de trempe et bornes du domaine d'étude .....	164
Figure VI-2. Cinétique et dynamique de piquage d'orge .....	166
Figure VI-3. Evolution de la température au cours de la trempe (en fermenteur) .....	173
Figure VI-4. Evolution du pH au cours de la trempe (en fermenteur) .....	173
Figure VI-5. Evolution du % d'oxygène dissous au cours de la trempe (en fermenteur) .....	174
Figure VI-6. Plage d'expériences disponibles pour la modélisation .....	183
Figure VI-7. Graphes des résidus modèle-mesures de l'humidité et de l'indice de trempe pour un nombre d'expériences de 32 .....	184
Figure VI-8. Graphes des résidus modèle-mesures du % des grains piqués et de friabilité pour un nombre d'expériences de 32 .....	185
Figure VI-9. Identification du modèle avec le nouveau lot d'orge (% d'humidité, indice de trempe et % des grains piqués) .....	188
Figure VI-10. Identification du modèle avec le nouveau lot d'orge (% de friabilité) .....	189
Figure VI-11. Intégration du nouveau lot dans la structure du modèle (% d'humidité) .....	189

Figure VI-12. Intégration du nouveau lot dans la structure du modèle (Indice de trempe, % des grains piqués et % de friabilité) .....	190
Figure VI-13. Essais de modélisation avec un modèle de troisième degré (modèle pour l'humidité) .....	191
Figure VI-14. Essais de modélisation avec un modèle de troisième degré (modèle pour l'indice de trempe, % des grains piqués et % de friabilité) .....	192
Figure VI-15. Représentation de la zone optimale pour le critère de friabilité (valeurs réelles) .....	195
Figure VI-16. Représentation de la zone optimale pour le critère de friabilité (valeurs entières) .....	196
Figure VI-17. Représentation graphique des diagrammes de trempe testés (*) .....	197

### TABLEAUX

Tableau VI.1. Principaux facteurs de la recherche et ces limites .....	161
Tableau VI.2. Principaux critères à optimiser .....	162
Tableau VI.3. Principaux niveaux de tolérances des paramètres de l'analyse des malts .....	162
Tableau VI-4. Effet des phases élevées de sous-eau sur la qualité de la trempe .....	165
Tableau VI-5. Effet des phases élevées de sous-air sur la qualité de la trempe .....	168
Tableau VI-6. Effet combiné des phases sous-eau et sous-air .....	169
Tableau VI-7. Effet des essais au centre du domaine expérimental .....	170
Tableau VI-8. Effet des essais au centre du domaine expérimental (suite) .....	170
Tableau VI-9. Essais de répétabilité au centre du domaine expérimental .....	171
Tableau VI-10. Effet des phases élevées sur la qualité de la trempe et du malt .....	172
Tableau VI-11. Effet de l'aération sur la qualité de la trempe et le piquage de l'orge .....	174
Tableau VI-12. Effet des différents diagrammes de trempe sur la qualité du malt .....	175
Tableau VI 13. Test de filtration Teparal .....	176
Tableau VI-14. Effet des phases élevées sur la qualité de la trempe .....	177
Tableau VI-15. Effet des différents diagrammes de trempe sur la qualité du malt .....	178
Tableau VI-16. Principales réponses à optimiser .....	180
Tableau VI-17. Principales expériences éliminées pour permettre le recentrage du domaine expérimental .....	181

---

Tableau VI-18. Principales expériences qui ne respectent pas les bornes du domaine expérimental.....	182
Tableau VI-19. Principales expériences inadaptées pour la modélisation.....	182
Tableau VI-20. Calcul des paramètres des modèles pour les quatre critères.....	186
Tableau VI-21. Caractéristiques des deux lots de Scarlett.....	186
Tableau VI-22. Caractérisation des essais réalisés avec le nouveau lot de Scarlett.....	187
Tableau VI-23. Optimisation par critère et validation expérimentale.....	193
Tableau VI-24. Caractérisation des expériences optimales testées.....	198
Tableau VI-25. Caractérisation des expériences optimales testées (suite).....	199
Tableau VI-26. Caractérisation des expériences optimales testées (suite).....	199
Tableau VI-27. Caractérisation des essais optimaux du deuxième lot d'orge.....	200
Tableau VI-28. Caractérisation des essais optimaux du deuxième lot d'orge (suites).....	201
Tableau VI-29. Caractérisation des essais optimaux du deuxième lot d'orge (suite).....	201
Tableau VI-30. Qualité des malts issus des expériences optimales.....	202
Tableau VI-31. Tests de filtration Tepral sur les malts issus des expériences optimales.....	203

## TROISIÈME PARTIE

### CHAPITRE 6

#### OPTIMISATION DE LA TREMPE EN MALTERIE

Le principe du procédé de maltage est essentiellement basé sur un cumul de connaissances empiriques. Il a peu évolué depuis les années 60, si ce n'est dans la maîtrise de consommation d'énergie et dans des améliorations d'ordre mécanique (forme des cuves). En effet, une prédiction fine des caractéristiques qualitatives des malts n'est pas encore possible. Une meilleure connaissance pour l'amélioration du procédé de maltage passe par la maîtrise et l'identification des paramètres clés de la trempe en prenant en compte l'ensemble des critères qualitatifs du produit fini.

Le procédé de maltage, apparemment très simple, est en fait très complexe, car au cours de son déroulement, un grand nombre de réactions biochimiques et physico-chimiques se produisent en même temps. Ces réactions induisent des influences antagonistes ou synergiques sur la qualité du malt. Par exemple, des conditions de température et d'humidité entraînant une bonne modification de l'amidon peuvent provoquer une protéolyse excessive. De même, il existe des phénomènes d'auto-compensation entre les différents paramètres de maltage. Actuellement, ce système ne peut être étudié que selon un modèle de type « boîte noire » où les paramètres d'entrée sont connus, ainsi que ceux de sortie, mais, dans lequel, nous ne connaissons pas tous les mécanismes internes régissant ces modifications.

L'emploi de techniques d'optimisation s'avère alors indispensable à notre étude, autant sur l'aspect pratique de réalisation des expériences qu'au niveau de l'efficacité à déterminer les conditions optimales de fonctionnement du procédé.

#### **I. Construction des plans d'expériences optimaux**

##### **I.1. Description du système**

L'objectif final consiste à déterminer les conditions optimales de la trempe qui conduisent à une meilleure qualité du malt fini. Afin de pouvoir optimiser ces critères, un modèle

mathématique leur est attribué à chacun. Différents types de modèles existent ; le choix dépend de la quantité de connaissances disponibles et de la nature des phénomènes étudiés. Compte tenu du peu de connaissances disponibles sur le procédé en début d'optimisation et afin de conserver une structure de modèle assez simple, des modèles polynomiaux du second degré ont été choisis. Ces modèles permettent de représenter convenablement les phénomènes avec un nombre de paramètres relativement modeste. Dans notre cas, pour 3 facteurs étudiés (durée du premier sous-eau, du premier sous-air, et du deuxième sous-eau), un modèle polynomial complet de degré deux comprend 10 paramètres. A ce stade, différentes approches méthodologiques sont potentiellement utilisables et ne dépendent que des objectifs à atteindre et des contraintes d'étude techniques, budgétaires, et temporelles inhérentes au système. Contrairement à la méthode traditionnelle coûteuse en expérimentation où l'on fait varier chaque paramètre étudié en fixant le niveau de tous les autres facteurs, une stratégie de recherche conduite au niveau de la définition du problème, ainsi que dans la phase d'expérimentation, permet un gain significatif en temps et en nombre d'expériences.

### 1.1.1. Facteurs d'action étudiés

La trempé représente l'étape la plus importante du procédé de maltage, sa maîtrise et sa conduite détermine les étapes ultérieures. Plusieurs paramètres peuvent agir sur le procédé de trempage tels que :

- L'influence et l'effet de l'aération des trempes (a fait l'objet de l'étude du chapitre précédent),
- L'influence de la variété d'orge mise en trempé,
- L'influence de la température de trempé, (étudiée par M. Fliss en 1996),
- L'influence de l'ajout de gibbérellines, (étudiée par M. Fliss en 1996),
- L'influence de l'ajout de *Geotrichum candidum* en fin de trempé et début de germination (étudié par Boivin. P et Malanda. M, 1997),
- L'influence positive et négative de la microflore pendant le maltage (étudié par Nicolas. M.C et Boivin P., 1990), et,
- L'influence du diagramme de trempé.

L'étude décrite ici s'intéresse à l'effet du diagramme de trempé sur la qualité d'orge en fin de trempé, en fin de germination et sur le malt fini. Toutes les opérations qui succèdent la trempé sont fixées à des valeurs précises et considérées comme constantes.

Le diagramme de tremp présente un grand intérêt pour atteindre un degré de tremp convenable en fin de tremp (% d'humidité) et une bonne qualité de malt. Il joue sur le développement du sac enzymatique dans l'orge et est responsable des principales modifications rencontrées au cours du procédé de maltage. La température de tremp joue un rôle important sur la qualité de la tremp et la modification du malt. Ce paramètre ne sera pas développé dans cette étude, il sera donc fixé à 16°C sur tous les essais réalisés. La variété d'orge joue à son tour un rôle important sur la qualité du malt. La majorité des expériences sera réalisée avec la même variété et le même lot d'orge. D'autres essais sont réalisés avec la même variété d'orge (Scarlett) mais de lot différent. La germination est une étape importante, sa conduite détermine la qualité du malt obtenu. Elle représente une continuité et une amplification des réactions initiée pendant la phase de trempage. Dans cette étude la germination est effectuée pour tous les essais sur 5 jours et avec une température de 16°C. Les malts verts sont touraillés avec des paliers de températures croissants de 50 °C, 65 °C et 75 °C.

Le choix des facteurs et de leurs niveaux, du domaine expérimental et de ces limites ainsi que de la contrainte fait appel aux connaissances des malteurs de France. Ainsi, quatre facteurs technologiques sont postulés (tableau VI-1):

Tableau VI.1. Principaux facteurs de la recherche et ces limites.

Facteurs technologiques ( $X_i$ )	Limites (heures)	Valeur codée de $X_i$
Contrainte	La somme des phases = 35	$\sum_{i=1}^3 X_i \leq 35$
La durée du premier sous-eau	4 - 12	$X_1$
La durée du premier sous-air	4 - 30	$X_2$
La durée du deuxième sous-eau	1 - 27	$X_3$
La durée du deuxième sous-air	0 - 26	$X_4 = 35 - \sum_{i=1}^3 X_i$

### I.1.2. Réponses à optimiser

Les réponses à optimiser sont directement liées aux objectifs initiaux de l'étude (tableau VI.2).

Tableau VI.2. Principaux critères à optimiser.

Critères	Objectifs
% d'humidité en fin de trempé	41-42 %
Indice de trempé	à minimiser
% des grains piqués	à maximiser
% de friabilité	80-85 %

Pour chacune des réponses, un modèle de type « boîte noire » leur est attribuée. En plus de ces 4 réponses, l'efficacité du diagramme de trempé est jugée par les analyses effectuées sur les malts (tableau VI.3).

Tableau VI-3. Les principaux niveaux de tolérances des paramètres de l'analyse des malts.

Paramètres	Valeur minimale	Valeur maximale
Humidité en % (méthode EBC 4-2)	3,5	5
Extrait fine mouture (% malt sec)	80	---
Différence fine-grosse mouture en (% malt sec)	1,5	2,5
pH du moût	5,7	6,0
Protéines totales % matière sèche	10,5	11,5
Protéines solubles % malt sec	3,8	5,0
Indice Kolbach	36	47
Pouvoir diastasique WK sur sec	200	250
$\alpha$ -amylase U.D.20°C (méthode du flux continu) sur malt sec	40	70
$\beta$ -glucanes en mg de moût (mg/l)	200	300
Viscosité en mPa.s	1,45	1,65
Azote aminé libre en mg/l	150	250
Atténuation limite en %	80	82
Couleur EBC	2,5	4,5

### I.1.3. Contraintes expérimentales

La démarche de la planification est liée à une volonté d'optimiser le fonctionnement des différents outils disponibles et d'améliorer les connaissances du malteur sur les facteurs ayant

une réelle influence sur son procédé. Dans toute étude de système plus ou moins complexe, des contraintes, inhérentes au procédé, sont à prendre en compte. L'oubli de certaines d'entre elles peut être la cause de l'inefficacité de la démarche expérimentale. Dans tout problème d'optimisation, il existe au moins deux contraintes par variable qualitative.

Les contraintes de domaine, en effet, les coefficients estimés permettent de faire des interpolations, c'est-à-dire de prévoir la réponse à l'intérieur de l'intervalle de variation, les extrapolations sont par contre plus hasardeuses. Il y aura donc au minimum les contraintes liées aux bornes du domaine :  $F_{i \text{ Min}} \leq F_i \leq F_{i \text{ Max}}$ , pour toute variable qualitative  $F_i$  (cf. tableau VI.1).

Les contraintes réduisent l'espace de recherche mais ne facilitent pas toujours la résolution du problème. Une des erreurs les plus courantes est de prendre en compte, lors de la planification, des parties du domaine expérimental au sein duquel les expériences ne sont techniquement pas réalisables. Une autre erreur consiste à négliger une partie du domaine expérimental sans connaissance préalable où l'optimum recherché risque de se trouver dans cette partie du domaine. Dans notre cas, la contrainte consiste à respecter la somme des phases de trempe qui doit être inférieure ou égale à 35 heures.

## **I.2. Choix des critères de construction**

Les critères peuvent être classés en deux groupes distincts :

- Ceux qui contribuent à améliorer la précision sur l'identification des paramètres du modèle (D-optimalité), et,
- Ceux qui contribuent à améliorer la précision sur les prédictions du modèle (L-optimalité).

La planification optimale d'une expérience nécessite de définir un critère d'optimalité tout en prenant en compte l'ensemble des contraintes limitant les expériences réalisables. Ce critère d'optimalité doit être choisi par rapport aux variables accessibles à l'expérimentateur. Le résultat d'optimisation définit un ensemble de données correspondant aux conditions de l'expérience optimale à réaliser. La plupart des critères utilisent la matrice d'information de Fisher. Parmi la diversité de choix des plans d'expériences, nous avons donc opté pour un plan D-optimal.

La D-optimalité est le critère le plus couramment utilisé pour la construction des plans optimaux. Il permet la minimisation de la variance généralisée sur l'estimation des paramètres. Au niveau mathématique, cela se traduit par la minimisation du déterminant de la matrice d'information de Fisher, ce qui revient à minimiser le domaine de confiance. Le plan D-optimal maximise, pour un modèle polynomial spécifié et un nombre d'expériences imposé, le déterminant de la matrice inverse de la matrice variance-covariance, ce qui revient à minimiser le volume de l'ellipsoïde de confiance en minimisant le produit de ces axes principaux (Magnin *et al*, 1995). Le volume de l'ellipsoïde représente la région de confiance maximale pour l'estimation du maximum de vraisemblance des paramètres inconnus lorsque la matrice de covariance des erreurs est inconnue.

## II. Effet des diagrammes de trempes sur la qualité de la trempes et du malt

### II.1. Conditions de l'expérimentation et domaine d'étude

Le diagramme de trempes utilisé comporte deux phases de sous-eau et deux phases de sous-air, la durée de chaque phase est limitée à des valeurs minimales et maximales (Figure VI-1).

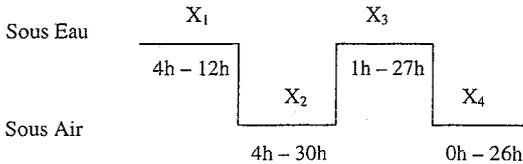


Figure VI-1. Diagramme de trempes et bornes du domaine d'étude.

### II.2. Caractéristiques de la variété Scarlett

L'orge utilisée pour les différents essais est de la variété Scarlett. Cette orge a été choisie car c'est une variété connue, largement utilisée en malterie, elle représente une qualité d'orge et par conséquent de malt moyenne et régulière sur laquelle peut être observée l'influence des différents changements de procédé. Cette variété a été récoltée lors de la campagne 2002 et provient de la malterie du groupe Malteurop (Metz). La variété d'orge utilisée est caractérisée par une humidité de 13,2 %, d'une énergie germinative respectivement après 3 jours et 5 jours de 96,8 % et 98,4 %. Cette variété peu sensible à l'eau est composée de 11,4 % de protéines totales et 4,71 % de  $\beta$ -glucanes.

### II.3. Effet de la durée de chaque phase de trempe sur la qualité de la trempe et du malt

Comme dans toute démarche scientifique, il est nécessaire de réaliser un certain nombre d'expériences afin d'établir des corrélations entre les variables indépendantes (facteurs) et les variables dépendantes (réponses). Tous les essais ont été effectués sur la micro-malterie de l'IFBM. Une première série d'essais a été réalisée avec des valeurs extrêmes de chaque facteur (expériences imposées). Les autres séries d'expériences sont réalisées selon la méthodologie des plans d'expériences (expériences calculées).

#### II.3.1. Effet des phases élevées de sous-eau

Au début de la recherche, des expériences ont été choisies et réalisées avec des phases sous eau très longues. Le premier sous eau s'étend pour certains essais jusqu'à 30 heures et le second jusqu'à 27 heures pour d'autres essais. Les échantillons prélevés en fin de trempe, sur le malt vert et malt sec ont fait l'objet de différentes analyses (tableau VI-4).

Tableau VI-4. Effet des phases élevées de sous-eau sur la qualité de la trempe.

	1 <sup>er</sup> sous-eau élevé		2 <sup>ème</sup> sous-eau élevé	
	Essai : 32F	Essai : 41F	Essai : 31F	Essai : 51F
1 <sup>er</sup> sous-eau	<b>30</b>	<b>30</b>	4	5
1 <sup>er</sup> sous-air	4	4	4	4
2 <sup>ème</sup> sous-eau	1	1	<b>27</b>	<b>26</b>
2 <sup>ème</sup> sous-air	0	0	0	0
Humidité en fin de trempe en %	41,6	41,9	42,7	44,5
% des grains piqués	<b>35</b>	<b>81</b>	<b>55</b>	<b>88</b>
Indice de trempe	282	284	280	234
Humidité en fin de germination %	41,5	41,6	41,5	40,6
Friabilité en %	79,9	79,3	82	84,5
Rendement en %	77	80	76,5	76,5

Le tableau VI-4 montre que l'augmentation de la durée de l'une des phases sous-eau (le premier ou le second), aboutit à de très bonnes humidités en fin de trempe et germination et de très bons indices de trempe (autour de 280). L'orge de départ caractérisée par une humidité de 13,2 % absorbe rapidement de l'eau au début de la trempe puis de plus en plus lentement.

Le fait d'augmenter la durée des phases sous eau permet une augmentation du temps de contact de l'orge avec de l'eau, ce qui favorise l'absorption maximale de l'eau par l'orge (caractérisée par l'humidité) et la diffusion intense de l'eau à l'intérieur du grain (indice de trempé). Cette absorption maximale d'eau aboutit à des bonnes modifications physiques du malt (% de friabilité) et de bons rendements.

Par contre, des variations remarquables de piquage d'orge en fin de trempé sont observées au sein même des essais répétés (essais 32 et 41F). Cette mauvaise propriété biologique de l'orge peut être due à des variations de dynamique de piquage d'orge ou à des limitations d'oxygène pendant les phases élevées de sous-eau. Afin de déterminer la cinétique et la dynamique de piquage d'orge lors des phases élevées de sous-eau, deux essais ont été réalisés sur deux lots différents de la même variété Scarlet. Le diagramme de trempé utilisé est de 30 heures pour le premier sous-eau, 4 heures pour le premier sous-air et une heure pour le deuxième sous eau. Les températures de la trempé et germination ont été fixées à 16°C. Un suivi du % des grains piqués a été réalisé en fin du premier sous-air, toutes les 15 minutes au cours du deuxième sous-eau et après 5 heures et 24 heures de germination (Figure VI-2).

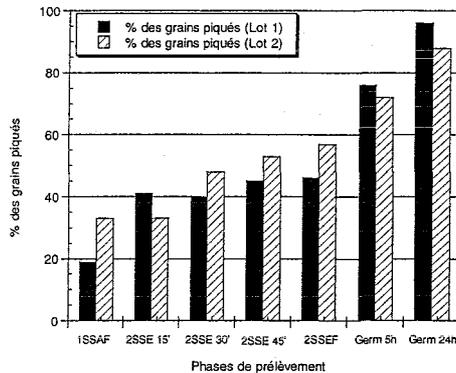


Figure VI-2 : Cinétique et dynamique de piquage d'orge

(1SSAF : fin du premier sous-air, 2SSE 15' : après 15 minutes de deuxième sous-eau  
 2SSE 30' : après 30 minutes de deuxième sous-eau, 2SSE 45' : après 45 minutes de deuxième sous-eau  
 2SSEF : fin du deuxième sous-eau, Germ 5h : après 5 heures de germination  
 Germ 24h : après 24 heures de germination)

La figure VI-2 montre de faibles pourcentages de piquage en fin de tremp (58 %) sur les deux lots d'orge testés avec le diagramme de forte durée de premier sous-eau. Ce retard de piquage d'orge est rattrapé au cours d'un jour de germination. L'augmentation de la durée des phases sous-eau entraîne une bonne propriété physique de l'orge et du malt et un retard de piquage d'orge.

L'absorption d'eau se fait par le germe et la vitesse d'absorption est plus rapide que la vitesse de diffusion d'eau. Au bout de 30 heures de sous-eau, le germe se trouve rapidement gonflé d'eau, ce qui limite le piquage d'orge. Pour que le grain se pique, il faut qu'il régule son humidité à des valeurs précises en se débarrassant du reste d'eau par diffusion à l'intérieur de l'endosperme. Après un jour de germination, l'excès d'eau contenu dans le germe est totalement diffusé dans l'endosperme, libérant ainsi le piquage d'orge et indiquant le début de la désagrégation physique de l'endosperme. La mesure du % de grains piqués sur les deux essais 32 et 41F n'est pas effectuée en même temps, ce qui explique la différence significative obtenue.

### **II.3.2. Effet des phases élevées de sous-air**

Des expériences ont été réalisées avec des durées élevées de sous-air (tableau VI-5). Les températures de la tremp et de la germination sont toujours fixées à 16°C et la durée de germination est de 5 jours.

L'augmentation de la durée des phases sous-air est associée à une réduction de la durée des phases sous-eau, ce qui réduit le temps de contact de l'orge avec de l'eau et donc une baisse de l'humidité, de l'indice de tremp ainsi que la friabilité. L'augmentation de la durée des phases sous-air donne des résultats opposés à ceux obtenus par l'augmentation de l'une des phases sous-eau. L'essai 30F montre que le piquage de l'orge ne reflète pas la qualité de la tremp et de malt, puisqu'on obtient 92 % de grains piqués, alors que la friabilité ne dépasse pas les 57 %.

La première phase sous-air joue un rôle clé et très important sur la qualité de la tremp et du malt. Si on compare les deux essais 52F et 29F, on remarque que pour les mêmes durées de sous-eau (premier et second), on obtient une friabilité plus importante 67,8 % en augmentant la première durée de sous-air.

Tableau VI-5. Effet des phases élevées de sous-air sur la qualité de la trempe.

Réf.	Durée du 1 <sup>er</sup> sous-air élevé		Durée du 2 <sup>ème</sup> sous-air élevé	
	Essai : 30F	Essai : 52F	Essai : 29F	Essai : 42F
1 <sup>er</sup> sous-eau	4	4	4	4
1 <sup>er</sup> sous-air	30	26	4	4
2 <sup>ème</sup> sous-eau	1	1	1	1
2 <sup>ème</sup> sous-air	0	4	26	26
Humidité en fin de trempe en %	37,3	38,7	32,8	32,9
% des grains piqués	<u>92</u>	88	56	69
Indice de trempe	354	348	374	386
Humidité en fin de germination %	35,5	37,6	34,2	34,7
Friabilité en %	<u>56,5</u>	67,8	39,2	39,3
Rendement en %	81	77,8	84,1	84

### II.3.3. Effet combiné des phases sous-eau / sous-air

Le tableau VI-6 montre qu'une durée raisonnable de premier sous-eau (12 heures) suivie d'une durée élevée de premier sous-air permet d'atteindre une bonne qualité de trempe et de malt. Si on compare les deux essais 37F et 48F, on observe que pour les mêmes durées de sous-eaux (12 heures pour le premier sous-eau et 4 heures pour le deuxième sous-eau), le fait d'augmenter la durée du premier sous-air de 12 h à 19 h permet :

- D'améliorer l'humidité en fin de germination,
- D'améliorer nettement la friabilité de 66 % à 83,4 %,
- D'améliorer l'indice de trempe, et,
- De ne pas influencer l'humidité en fin de trempe et le % des grains piqués.

De même pour les essais 50F, 84F et 49F, pour les mêmes phases sous-eau (12 heures pour le premier et 1 heure pour le second), on améliore la friabilité et l'indice de trempe lorsque la durée de premier sous-air passe de 4h à 22h.

Des durées moyennes de trempe (essai 38F) aboutissent à des bonnes humidités en fin de trempe et de bon pourcentage de grains piqués, mais de faibles indices de trempe et de friabilités.

Tableau VI-6. Effet combiné des phases sous-eau et sous-air.

Durées	moyennes	1 <sup>er</sup> sous-air élevé		1 <sup>er</sup> sous-air élevé		
		38F	37F	48F	50F	84F
1 <sup>er</sup> sous-eau	4	12	12	12	12	12
1 <sup>er</sup> sous-air	7	12	19	22	8	4
2 <sup>ème</sup> sous-eau	12	4	4	1	1	1
2 <sup>ème</sup> sous-air	12	7	0	0	14	18
humidité en fin de trempe en %	<b>40,7</b>	41,9	40,7	42,6	40,1	<b>38,5</b>
% des grains piqués	<b>98</b>	93	95	91	89	93
Indice de trempe	328	<b>340</b>	<b>326</b>	<b>270</b>	324	<b>368</b>
Humidité en fin de germination %	36,3	<b>38,9</b>	<b>42,9</b>	39,9	37,2	37,6
Friabilité en %	60,4	<b>66,1</b>	<b>83,4</b>	<b>80,9</b>	59,3	<b>61,5</b>
Rendement en %	76,1	76	74	77,4	77	78,1

### II.3.4 Effet des essais au centre du domaine expérimental (durées moyennes)

La démarche concernant la détermination du meilleur modèle de prédiction des valeurs analytiques du malt en fonction des facteurs du procédé testés, consiste à réaliser des essais au centre du domaine d'expérimentation et de comparer s'il y a adéquation entre les résultats d'analyse de ces essais au centre et les valeurs prévues par les modèles établis. Des essais ont été réalisés dans ce but au centre du domaine expérimental, avec des durées moyennes de chaque phase de trempe. Les essais ont été effectués avec une température de 16°C pour la trempe et la germination et une durée totale de 35 h pour la trempe et 5 jours pour la germination (tableaux VI-7 et VI-8).

Les essais au centre avec des durées moyennes de phases de trempe permettent d'avoir des bonnes humidités et de bon piquage des grains, mais, de faibles friabilités et de mauvais indices de trempe.

Tableau VI-7. Effet des essais au centre du domaine expérimental.

Réf.	82F	102F	59F	54F	39F	43F
1 <sup>er</sup> sous-eau	11	10	8	8	8	8
1 <sup>er</sup> sous-air	4	10	6	14	8	15
2 <sup>ème</sup> sous-eau	10	8	9	6	4	4
2 <sup>ème</sup> sous-air	10	7	12	7	15	8
humidité en fin de trempé en %	40,9	40,3	40,2	42,3	37,5	39,2
% des grains piqués	90	95	89	91	85	97
Indice de trempé	342	316	344	318	354	324
Humidité en fin de germination %	39,3	39,6	39	38,9	38,2	38,6
Friabilité en %	64,5	68,5	69,2	67,3	65,7	64,4
Rendement en %	76	71,8	80,5	79	76,5	81

Tableau VI-8. Effet des essais au centre du domaine expérimental (suite).

Réf.	56F	57F	53F	40F	38F	55F
1 <sup>er</sup> sous-eau	7	7	7	4	4	8
1 <sup>er</sup> sous-air	15	12	10	15	7	13
2 <sup>ème</sup> sous-eau	7	5	7	8	12	3
2 <sup>ème</sup> sous-air	6	11	11	8	12	11
humidité en fin de trempé en %	40,7	39,8	39,4	39,1	40,7	40,5
% des grains piqués	92	96	92	97	98	90
Indice de trempé	330	346	364	336	328	328
Humidité en fin de germination %	38,2	36,8	36,8	38	36,3	37,5
Friabilité en %	70,8	65,2	63,2	62,2	60,4	62,4
Rendement en %	75,5	78	79,4	76,6	76,1	79,5

### II.3.5 Répétabilité au centre du domaine expérimental

Des essais de répétabilités ont été réalisés au centre du domaine expérimental avec un diagramme de trempé de 7 h pour le premier sous-eau, 12 h pour le premier sous-air, 5 h pour le deuxième sous- eau et 11 h pour le deuxième sous-air. La température de la trempé et de la germination est toujours fixée à 16°C. Tous les essais ont été réalisés avec le même lot de Scarlett et la durée de germination est toujours fixée à 5 jours (tableau VI-9).

Tableau VI-9. Essais de répétabilité au centre du domaine expérimental.

Réf.	57F	60F	61F
1 <sup>er</sup> sous-eau	7	7	7
1 <sup>er</sup> sous-air	12	12	12
2 <sup>ème</sup> sous-eau	5	5	5
2 <sup>ème</sup> sous-air	11	11	11
humidité en fin de tremp en %	39,8	39,4	40,2
% des grains piqués	96	93	93
Indice de tremp	346	336	340
Humidité en fin de germination %	36,8	38,5	38,1
Friabilité en %	65,2	64,3	65,3
Rendement en %	78	81	79,6

Les essais montrent une très bonne répétabilité au centre du domaine. A ce point du domaine expérimental (centre), le % de friabilité et la désagrégation du malt sont très faibles, ce qui explique la bonne répétabilité obtenue. Au moment où la désagrégation du malt est importante, les modifications physiques et biochimiques du malt s'accroissent et le moindre changement peut influencer les résultats. De faibles variations des facteurs d'étude dans la phase de désagrégation intense se traduisent par des variations importantes des réponses considérées.

### II.3.6. Effet de l'augmentation de la durée de l'une des phases sous-eau ou de la durée du premier sous-eau associée au premier sous-air sur la qualité de la tremp et du malt.

Les essais qui permettent d'avoir une bonne qualité de tremp sont ceux qui ont :

- soit, une première phase de tremp (premier sous-eau) élevée,
- soit, une troisième phase de tremp (deuxième sous-eau) élevée, et,
- soit, un premier sous-eau élevé suivi d'un long sous-air.

Afin de quantifier la qualité de la tremp et des malts issus de ces trois types de tremp, des essais ont été réalisés. (tableau VI-10).

Tableau VI-10. Effet des phases élevées sur la qualité de la trempe et du malt.

Réf.	31F	32F	48F
1 <sup>er</sup> sous-eau	4	30	12
1 <sup>er</sup> sous-air	4	4	19
2 <sup>ème</sup> sous-eau	27	1	4
2 <sup>ème</sup> sous-air	0	0	0
humidité en fin de trempe en %	42,7	41,6	40,7
% des grains piqués	55	35	95
Indice de trempe	280	282	326
Humidité en fin de germination %	41,5	41,5	42,9
Friabilité en %	82	79,9	83,4
Rendement en %	76,5	77	74

Le tableau VI-10 montre les diagrammes de trempes susceptibles d'aboutir à une bonne friabilité de malt. Les % de friabilité et d'humidité sont satisfaisantes dans ces trois cas. L'indice de trempe est meilleur dans le cas où les phases sous-eau seraient très longues et moins bon en cas de sous-air élevé, de même pour les rendements en malt. Le % des grains piqués est élevé en cas de sous-air élevé et variable même très faible en cas de sous-eau élevés.

Les trempes avec de longues phases de sous-eau aboutissent à de très bonnes qualités de l'orge et du malt. Dans ces conditions, des risques de limitation en oxygène dissous et donc de qualité du malt sont envisageables, surtout dans le cas des trempes industrielles où la quantité d'orge mise en jeu est élevée. A ce niveau, il est important de vérifier l'impact de la limitation en oxygène dissous pendant les phases élevées de sous-eau. Pour cela, un essai a été testé avec un diagramme de 30 heures de premier sous-eau, 4 heures de premier sous-air et 1 heure de deuxième sous-eau. La trempe a été effectuée en fermenteur de 20 L et sans aération. Les températures de trempe et de germination sont de l'ordre de 16°C. La durée de germination est de 5 jours. Les figures VI-3, VI-4 et VI-5 montrent les cinétiques d'évolution de la température, du pH et du pourcentage d'oxygène dissous au cours de la trempe effectuée en fermenteur de 20 L. La comparaison entre la trempe réalisée en fermenteur et celle réalisée en micro-malterie est présentée sur le tableau VI-11.

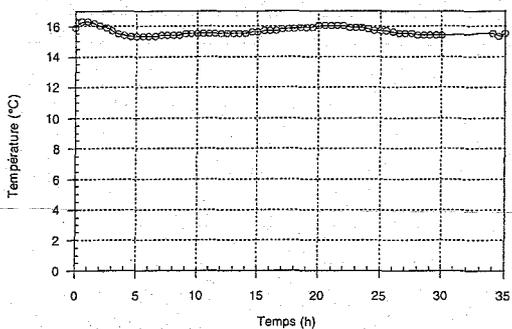


Figure VI-3 : Evolution de la température au cours de la tremp (en fermenteur)

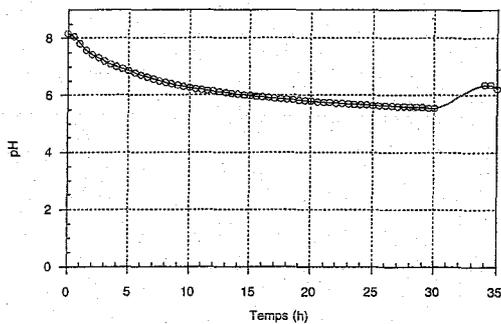


Figure VI-4 : Evolution du pH au cours de la tremp (en fermenteur)

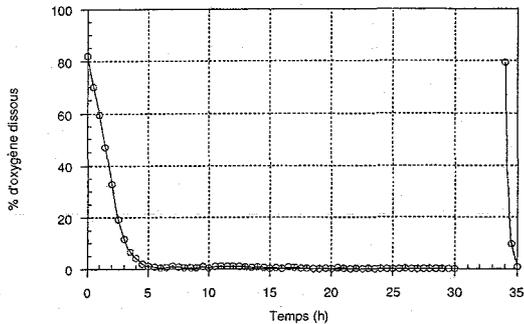


Figure VI-5 : Evolution du % d'oxygène dissous au cours de la trempage (en fermenteur)

Tableau VI-11. Effet de l'aération sur la qualité de la trempage et le piquage de l'orge.

Matériel	Micromalterie	Fermenteur
<i>Réf.</i>	32F	62F
1 <sup>er</sup> sous-eau	30	30
1 <sup>er</sup> sous-air	4	4
2 <sup>ème</sup> sous-eau	1	1
2 <sup>ème</sup> sous-air	0	0
humidité en fin de trempage en %	41,6	41,9
% des grains piqués	35	34
Indice de trempage	282	294
Humidité en fin de germination %	41,5	41,2
Friabilité en %	79,9	76,6

Même dans les conditions de limitation en oxygène (essai 62F), on arrive toujours à la même qualité de trempage (en terme d'humidité, indice de trempage, % des grains piqués et friabilité).

Les trois diagrammes de trempage testés aboutissent à une bonne qualité de trempage et une bonne friabilité. Afin de vérifier l'impact de ces diagrammes de trempages sur la qualité finale du malt, des analyses complémentaires ont été effectuées (tableaux VI-12 et VI-13).

Tableau VI-12. Effet des différents diagrammes de trempe sur la qualité du malt.

Diagrammes de trempe	X <sub>1</sub>	4	30	12	Limites
	X <sub>2</sub>	4	4	19	
	X <sub>3</sub>	27	1	4	
Malts	31F	32F	48F	---	
% d'humidité (méthode EBC 4-2)	4,3	4,3	4,4	3,5 - 5	
Extrait fine mouture % malt sec	82,5	82,7	82,8	> 80	
Protéines totales en % de matière sèche	10,9	10,9	10,7	10,6 - 11,5	
Protéines solubles % malt sec	4,5	4,6	4,8	3,8 - 5,0	
Indice kolbach	41	42	45	36 - 47	
Pouvoir diastasique WK sur sec	300	320	340	200 - 250	
$\alpha$ -amylase U.D.20°C (méthode de flux continu) sur malt sec	63	65	83	40 - 70	
$\beta$ -glucanes en mg/L de moût	280	262	176	200 - 300	
Viscosité en mPa.s	1,5	1,49	1,45	1,45 - 1,65	
Atténuation limite %	82,3	82,8	83,8	80 - 82	

Les résultats d'analyse des malts présentés sur le tableau VI-12 permettent de soulever les points suivants :

- Les trois trempes appliquées aboutissent à des malts de bonnes humidités,
- De très bons extraits solubles ou extraits fine mouture sont signalés sur tous les malts analysés,
- Généralement l'extrait fine mouture est corrélé avec les protéines solubles du malt (Hudson, 1986). Les bonnes valeurs obtenues de l'extrait fine mouture des malts concordent avec les bonnes valeurs observées du protéines solubles. Les bonnes valeurs de protéines solubles obtenues indiquent la bonne modification protéolytique des trois malts analysés. La modification protéolytique est plus importante dans le cas des malts obtenus à partir de trempes soumis à des diagrammes de type 48F.
- Le niveau de protéines totales est dans les normes des valeurs recherchées.
- Les valeurs de l'indice kolbach obtenues sont très bonnes et reflètent des malts de bonnes qualités.
- Les trois malts analysés montrent qu'ils ont subi de très bonnes modifications amylolytiques. Ces modifications sont indiquées par le taux de pouvoir diastasique élevé et la forte activité  $\alpha$ -amylasique.

- Tous les malts analysés présentent des bons taux de  $\beta$ -glucanes indiquant une bonne désagrégation des parois cellulaires de l'endosperme. L'essai 48F présente un très bon taux de  $\beta$ -glucanes par rapport aux autres malts.
- Tous les malts analysés donnent des bonnes viscosités et de très bons pourcentages d'atténuation limite.

Les trois diagrammes de trempé testés aboutissent à des malts de bonnes qualités. Cette qualité est liée d'une part à la bonne variété d'orge utilisée et d'autre part, aux particularités des diagrammes de trempé testés. Cependant, en unité industrielle, les trempes avec de longues phases sous-eau ne sont pas appliquées du fait que la quantité élevée d'orge mise en trempé n'aura pas le temps de sécher (durées de sous-air très faibles) et peut poser des problèmes pendant la germination (augmentation de l'humidité, désagrégation plus poussée du malt et développement microbien). Le diagramme de type 48F est souvent utilisé en malteries industrielles.

Afin de vérifier l'aptitude de ces malts à la filtration de la bière, des tests de filtration Tepral ont été effectués dans ce but (tableau VI-13).

Tableau VI-13. Test de filtration Tepral.

	X <sub>1</sub>	4	30	12	
Diagrammes de trempé	X <sub>2</sub>	4	4	19	Limites
	X <sub>3</sub>	27	1	4	
Malts		31F	32F	48F	----
masse du moût (g)		400	399	402	> 350 g
temps total de filtration (mn)		14 mn 36	12 mn 54	9 mn 7	< 20 mn
densité du moût (° Plato)		10,9	11	10,8	-----
humidité en %		4,3	4,3	4,4	4 - 5 %
filtration pente b (g/mn)		42	44,8	70,7	> 20 g / mn
filtration pente c (g/mn)		31,5	43,4	94,5	> 20 g / mn
pH		5,9	5,9	5,8	5,7 - 6

Les trois malts analysés présentent une bonne qualité pour la filtration de la bière. Cette qualité est identifiée par le court temps de filtration écoulé, les fortes masses de moûts

obtenues et les grandes pentes de filtration (b et c) tracées. Les malts issus des trempes de 12 heures de premier sous-eau suivi de 19 heures de premier sous-air sont très aptes à favoriser une bonne filtration de la bière.

Pour vérifier et confirmer les bonnes qualités de malts obtenus à partir de ces diagrammes de trempes, d'autres essais ont été répétés et les malts issus de ces trempes ont fait l'objet de nombreuses analyses complémentaires aux premières analyses effectuées (tableaux VI-14 et VI-15).

Les mêmes conclusions relevées précédemment sont notées ici. On obtient des bonnes humidités en fin de tremp et germination et des bons indices de tremp et % de friabilités sont signalés sur les trempes suivies. Des bons pourcentages de grains piqués sont relevés dans le cas de l'essai 50F et variables sur les autres essais. Toutes ces trempes donnent des bons rendements de malts et précisément celles obtenus par des longues durées de premier sous-eau (essai 41F).

Tableau VI-14. Effet des phases élevées sur la qualité de la tremp.

Réf.	41F	35F	51F	50F
1 <sup>er</sup> sous-eau	30	4	5	12
1 <sup>er</sup> sous-air	4	4	4	22
2 <sup>ème</sup> sous-eau	1	27	26	1
2 <sup>ème</sup> sous-air	0	0	0	0
humidité en fin de tremp en %	41,9	41,1	44,5	42,6
% des grains piqués	81	53	88	91
Indice de tremp	284	308	234	270
humidité en fin de germination %	41,6	40,7	40,6	39,9
Friabilité en %	79,3	82,9	84,5	80,9
Rendement en %	80	70,7	76,4	77,3

Pour mesurer l'ampleur de modifications, les malts sont analysés selon les méthodes de référence (tableau VI-15).

Tableau VI-15. Effet des différents diagrammes de trempage sur la qualité du malt.

Diagrammes de trempage	X <sub>1</sub>	30	4	5	12	Limites
	X <sub>2</sub>	4	4	4	22	
	X <sub>3</sub>	1	27	26	1	
Malts		41F	35F	51F	50F	----
% d'humidité (méthode EBC 4-2)		4,4	4,1	4,2	4,2	3,5 - 5
Extrait fine mouture % malt sec		82	81,8	82,3	81,6	> 80
Couleur EBC		2,8	2,8	2,9	2,9	2,5 - 4,5
Protéines totales en % de matière sèche		10,8	10,7	10,8	11	10,6 - 11,5
Protéines solubles % malt sec		4,5	4,5	4,7	4,5	3,8 - 5,0
Indice kolbach		42	42	44	41	36 - 47
$\beta$ -glucanes en mg/L de moût		411	323	256	417	200 - 300
Azote aminé libre en mg/L		160	164	175	164	150 - 250

L'analyse effectuée sur les malts permet de soulever les points suivants :

- De bonnes humidités obtenues sur tous les malts analysés,
- Une très bonne désagrégation protéolytique est obtenue sur tous les malts analysés. Cette désagrégation est quantifiée par les taux élevés d'extrait fine mouture et de protéines solubles.
- Les malts analysés présentent la même couleur (pâle),
- Des taux d'indice kolbach intéressants sont obtenus sur tous les malts, indiquant la bonne modification chimique de ces malts,
- Des taux de  $\beta$ -glucanes variables sont obtenus,
- Les taux d'azote aminé libre obtenus sur tous les malts restent dans la moyenne des valeurs recherchées.

#### II.4. Conclusion

Les résultats obtenus montrent que pour des mêmes durées totales de trempage (35 heures), le ratio (durée des phases sous-eau / durée des phases sous-air) joue un rôle clé sur les principales modifications du malt. Le grain d'orge absorbe rapidement l'eau au début de la trempage par le germe, puis de plus en plus lentement. Cette eau absorbée par le germe diffuse très lentement dans le grain (diffusion caractérisée par l'indice de trempage).

Dans le cas des trempes caractérisées par une longue phase sous-eau, le germe d'orge absorbe l'eau en continu et la diffusion de l'eau se fait en même temps que l'absorption. Ceci explique les bonnes humidités atteintes, les bons indices de tremp obtenus et donc une production et migration intense des enzymes, ce qui aboutit à des bonnes modifications des malts. Le germe gorgé d'eau doit réguler son humidité à des valeurs précises avant de commencer à germer. Ceci explique le faible % des grains piqués atteint en fin de tremp et son augmentation pendant le premier jour de germination. Au cours de ce premier jour de germination, le germe se débarrasse de l'excès d'eau par la diffusion de ce dernier à l'intérieur du grain.

Les trempes caractérisées par une longue phase sous-air donnent des résultats opposés par rapport aux trempes caractérisées par des longues phases sous-eau.

Dans le cas des trempes caractérisées par un long sous-eau suivi d'un long sous-air, la longue durée du premier sous-eau permet d'atteindre des % d'humidités élevées, ce qui favorise la production intense des enzymes de l'orge. La longue durée de sous-air favorise la diffusion de l'eau dans le grain et donc la migration des enzymes à l'intérieur des grains ce qui caractérise les bonnes modifications observées des malts.

Au centre du domaine expérimental, les durées moyennes de sous-eau permettent d'atteindre des bonnes humidités en fin de tremp et des bons % des grains piqués, mais les durées moyennes de sous-air limitent la diffusion de l'eau et donc des indices de tremp élevés et de faibles friabilités.

### **III. Modélisation et traitement des résultats**

L'acquisition des informations sur la tremp et le malt permet la modélisation et l'optimisation de la tremp. Dans notre démarche, il est important de lier l'influence des facteurs à la qualité du malt. En effet, si les modèles construits s'avèrent fiables, il sera alors possible de déterminer les conditions à appliquer au procédé de tremp pour satisfaire les objectifs fixés. Quatre réponses sont définies pour être modélisées (tableau VI-16):

Tableau VI-16. Principales réponses à optimiser.

Critères	Objectifs
% d'humidité en fin de trempé	41 %
Indice de trempé	à minimiser
% des grains piqués	à maximiser
% de friabilité du malt	85 %

Des analyses plus fines sur le malt fini permettent de juger de façon définitive la qualité de la trempé et de choisir parmi les conditions optimales, celles qui répondent au mieux à la qualité du malt recherché.

Un modèle de type boîte noire est choisi, pour représenter chacune des quatre réponses étudiées. Les modèles sont de type polynomial puisque les polynômes permettent de reproduire avec précision n'importe quel ensemble de données à partir du moment où le degré retenu est suffisamment élevé. Ainsi, s'il est naturel de commencer par un modèle du premier degré pour chaque variable indépendamment, les limites d'une telle démarche apparaissent rapidement du fait que les phénomènes étudiés sont rarement linéaires. Nous choisissons alors des modèles polynomiaux complets de deuxième degré. La non-linéarité des phénomènes étudiés pourra alors être pris en compte. Bien que le nombre de paramètres augmente rapidement les modèles de ce type restent cependant applicables pour un problème à trois facteurs (10 paramètres).

### III.1. Modèle polynomial du second degré

Le modèle polynomial doit pouvoir fournir de bonnes estimations des réponses étudiées aux points expérimentaux définis lors de la planification expérimentale, avant d'effectuer des prévisions dans des régions du domaine expérimental non exploitées. La forme générale de ces modèles est la suivante :

$$y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_4X_1X_2 + a_5X_1X_3 + a_6X_2X_3 + a_7X_1^2 + a_8X_2^2 + a_9X_3^2$$

- où  $y$  est la valeur du critère calculée pour chaque expérience,  
 $a_0, \dots, a_9$  sont les paramètres du polynôme à déterminer,  
 $X_1, X_2$  et  $X_3$  représentent respectivement les trois facteurs, durée du premier sous eau, durée du premier sous air et durée du deuxième sous eau.

Les paramètres intervenant dans le calcul du modèle devront être les plus proches possibles des valeurs rencontrées au cours des expérimentations. La construction du modèle et les tests de confrontations avec les points expérimentaux sont réalisés numériquement à l'aide d'un logiciel de traitements mathématiques des données (MATLAB). Le plan d'expérience utilisé est un plan D-optimal soumis à des contraintes.

### III.2. Analyse des résultats

Pour permettre un recentrage du domaine expérimental dans la zone d'intérêt, certaines expériences (les extrêmes) sont éliminées et ne sont plus intégrées dans la structure du modèle car :

□ Soit, elles présentent un intérêt limité pour la modélisation (expériences aux bornes du domaine d'étude).

Le % d'humidité qui présente un intérêt pour une bonne qualité de malt doit être supérieur à 37 %. Pour cela les expériences 29 F, 33 F, 42 F et 34 F seront rejetées (tableau VI-17).

Le niveau de friabilité qui aboutit à un malt de qualité doit être supérieur à 60 % et les expériences qui ne répondent pas à cette valeur (29 F, 33 F, 42 F, 30 F et 34 F) seront rejetées. Pour les mêmes raisons, l'expérience 31 F doit être éliminée car le % des grains piqués doit être supérieur à 60 %.

Tableau VI-17. Principales expériences éliminées pour permettre le recentrage du domaine expérimental.

Réf.	X <sub>1</sub> Durée du 1SSE	X <sub>2</sub> Durée du 1SSA	X <sub>3</sub> Durée du 2SSE	X <sub>4</sub> Durée du 2SSA	% d'humidité en fin de tremp	Indice de Trempe	% des grains piqués	% de friabilité
29 F	4	4	1	26	32,8	374	56	39,2
33 F	4	4	1	26	34,9	388	77	34,8
42 F	4	4	1	26	32,9	386	69	39,3
30 F	4	30	1	0	37,3	354	92	56,5
34 F	4	30	1	0	35,2	388	92	53,7
31 F	4	4	27	0	42,7	280	55	82

□ Soit, elles ne respectent pas les contraintes (tableau VI-18) et les bornes du domaine (car la première durée de sous eau ne doit pas dépasser 12 heures).

Tableau VI-18. Principales expériences qui ne respectent pas les bornes du domaine expérimental.

Réf.	X <sub>1</sub> Durée du 1SSE	X <sub>2</sub> Durée du 1SSA	X <sub>3</sub> Durée du 2SSE	X <sub>4</sub> Durée du 2SSA	% d'humidité en fin de trempé	Indice de Trempe	% des grains piqués	% de friabilité
32 F	30	4	1	0	41,6	282	35	79,9
41 F	30	4	1	0	41,9	284	81	79,3
63 F	30	4	1	0	41,5	298	46	73,5
36 F	30	5	0	0	41,5	290	66	76,3

□ Soit les résultats sont inadaptés à la modélisation.

Pour les mêmes essais (25 F et 51 F), on a une grande différence au niveau de l'indice de trempé (308 et 234) et du % des grains piqués (53 et 88 %). Pour cela les deux expériences sont rejetées (tableau VI-19). De même pour les essais répétées 32 F et 41 F, on a une variation du % des grains piqués (35 et 81).

Tableau VI-19. Principales expériences inadaptées pour la modélisation.

Réf.	X <sub>1</sub> Durée du 1SSE	X <sub>2</sub> Durée du 1SSA	X <sub>3</sub> Durée du 2SSE	X <sub>4</sub> Durée du 2SSA	% d'humidité en fin de trempé	Indice de Trempe	% des grains piqués	% de friabilité
35 F	4	4	27	0	41,1	308	53	82,9
51 F	5	4	26	0	44,5	234	88	84,5
32 F	30	4	1	0	41,6	282	35	79,9
41 F	30	4	1	0	41,9	284	81	79,3

Après l'analyse manuelle des expériences, le nombre d'essais disponibles pour l'identification du modèle passe de 44 à 32 expériences.

La dispersion des expériences retenues pour la modélisation est présentée sur la figure VI-6.

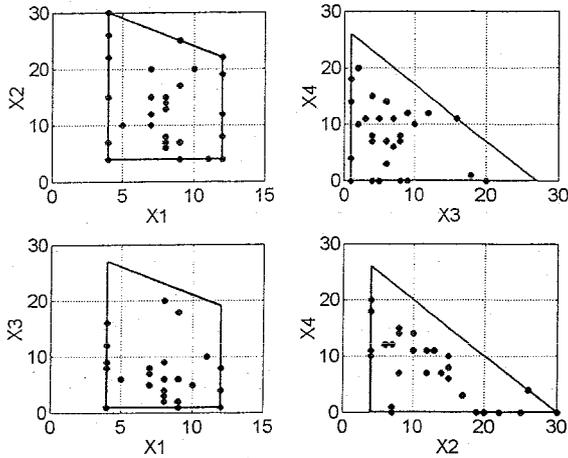


Figure VI-6. Plage d'expériences disponibles pour la modélisation.

L'influence des paramètres sur une réponse est structurée par l'intermédiaire d'un modèle polynomial faisant intervenir les effets des paramètres, leurs effets quadratiques respectifs et les effets des interactions. Ce modèle pourra alors être confronté aux expériences réalisées. La validation du modèle polynomial de second degré est réalisée à partir de six expériences supplémentaires dans les conditions prétendument optimales.

### III.3. Courbes de corrélations du modèle

Les courbes de corrélations sont présentées pour chaque critère modélisé (% d'humidité en fin de tremp, indice de tremp, % des grains piqués et % de friabilité) (figures VI-7 et VI-8).

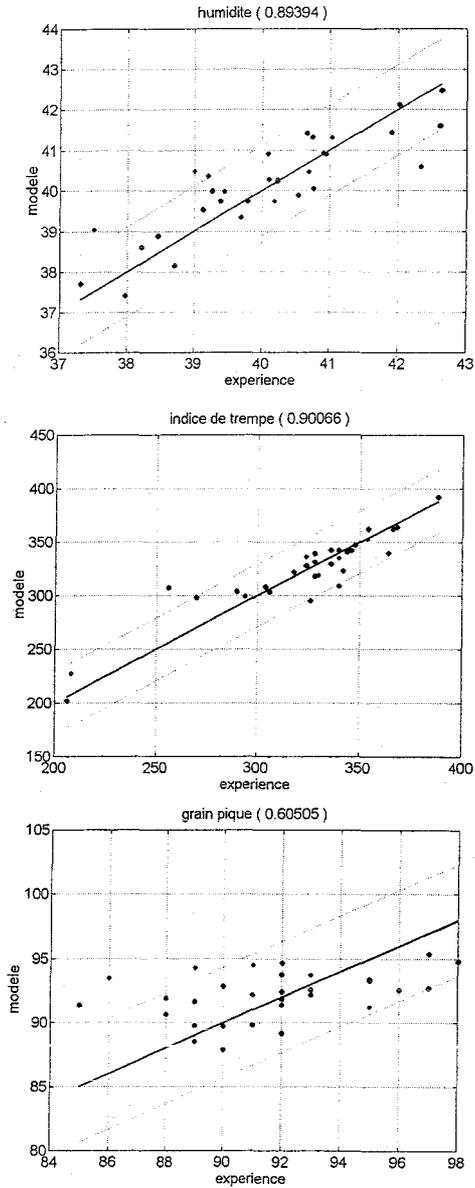


Figure VI-7. Graphes des résidus modèle-mesures de l'humidité, de l'indice de trempé et du % des grains piqués pour un nombre d'expériences de 32.

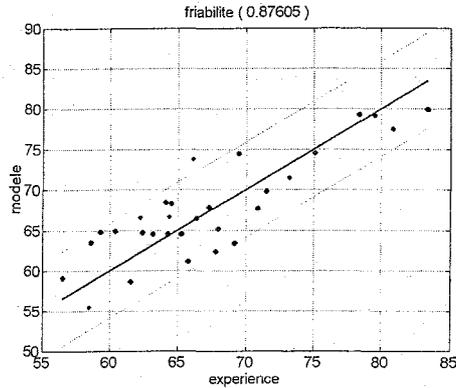


Figure VI-8. Graphes des résidus modèle-mesures du % friabilité pour un nombre d'expériences de 32.

Six expériences sont prises pour valider le modèle. Les deux traits pointillés montrent l'intervalle de confiance et de variation des valeurs d'humidités, d'indice de tremp, du % des grains piqués et du % de friabilité pour un seuil de 5%. Pour l'humidité, on remarque que la majorité des points expérimentaux ont une valeur d'humidité correctement prédites par le modèle et la répartition des points est correcte. Le coefficient de corrélation entre les humidités prédites par le modèle et les humidités mesurées est de 0,89. Cette valeur est acceptable dans notre domaine de recherche. Une bonne corrélation est notée entre les valeurs de l'indice de tremp prédites par le modèle et les valeurs mesurées expérimentalement. Le coefficient de corrélation est de l'ordre de 0,9 (valeur correcte et acceptable). Le piquage des grains est un critère difficile à modéliser, à maîtriser ou à prédire et ne reflète pas la qualité du malt recherché. Pour cela, on n'obtient pas une corrélation correcte et le coefficient de corrélation est très faible (0,6). Pour la friabilité, une bonne corrélation est remarquée entre le modèle et l'expérience. Le coefficient de corrélation est de l'ordre de 0,87 entre les valeurs prédites et les valeurs mesurées. La friabilité est un critère très important et sa maîtrise et son estimation assurent la bonne qualité du malt.

Les valeurs calculées des paramètres des modèles sont données dans le tableau VI-20.

Tableau VI-20. Calcul des paramètres des modèles pour les quatre critères.

Coefficient R	% d'humidité (0,89)	Indice de trempé (0,90)	% des grains piqués (0,60)	% de friabilité (0,88)
a <sub>0</sub>	27.672	583.051	57.106	76.856
a <sub>1</sub>	0.709	-12.030	3.431	-2.750
a <sub>2</sub>	0.766	-16.930	2.158	-1.379
a <sub>3</sub>	0.840	-8.867	2.736	-1.288
a <sub>4</sub>	-0.016	0.427	-0.081	0.167
a <sub>5</sub>	-0.037	0.521	-0.199	0.141
a <sub>6</sub>	-0.021	0.236	-0.063	0.066
a <sub>7</sub>	0.002	-0.277	-0.089	0.088
a <sub>8</sub>	-0.015	0.311	-0.037	0.008
a <sub>9</sub>	-0.006	-0.314	-0.030	0.031

#### IV. Essais de modélisation avec un nouveau lot de Scarlett

Jusqu'à présent, tous les essais sont réalisés avec le même lot d'orge et le modèle utilisé a bien prédit les réponses suivies. Afin de vérifier l'impact du diagramme de trempé sur autres lots d'orge et de voir si le modèle arrive à prédire les critères de ce lot, des essais sont réalisés avec ce nouveau lot. Les caractéristiques des deux lots d'orge sont présentées sur le tableau VI-21.

Tableau VI-21. Caractéristiques des deux lots de Scarlett.

Lots d'orge	Lot initial	Lot 2
Référence	E161/03.A	E161/04.A
% d'humidité	13,2	13,3
Energie germinative après 3 jours	96,8 %	97 %
Energie germinative après 5 jours	98,4 %	98 %
Sensibilité à l'eau	Orge peu sensible à l'eau	Orge peu sensible à l'eau
Taux de protéines totales en %	11,4	11,9
Taux de $\beta$ -glucanes en %	4,71	5,11

Les caractéristiques des expériences réalisées avec le nouveau lot sont présentées sur le tableau VI-22. Les figures VI-9 et VI-10 montrent une phase de modélisation avec le lot initial d'orge et une phase de validation avec le nouveau lot.

Tableau VI-22. Caractérisation des essais réalisés avec le nouveau lot de Scarlett.

Réf.	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	% d'humidité en fin de trempe	Indice de Trempe	% des grains piqués	% de friabilité
	Durée du 1SSE	Durée du 1SSA	Durée du 2SSE	Durée du 2SSA				
64 F	30	4	1	0	42,4	274	57	75,1
67 F	10	20	5	0	41,9	274	97	62,3
70 F	7	20	8	0	41	324	92	68,5
74 F	4	22	9	0	37,8	290	91	68,4
77 F	9	25	1	0	39,3	308	91	66,1
80 F	5	10	6	14	38,8	366	91	53,8
81 F	4	4	16	11	40	330	88	70,4
83 F	11	4	10	10	40,8	294	93	66
86 F	9	17	6	3	39,9	396	97	73
87 F	12	8	1	14	37,5	376	88	60,2
89 F	8	15	2	10	38,7	326	99	67,3
92 F	9	4	2	20	37,1	386	90	63,7

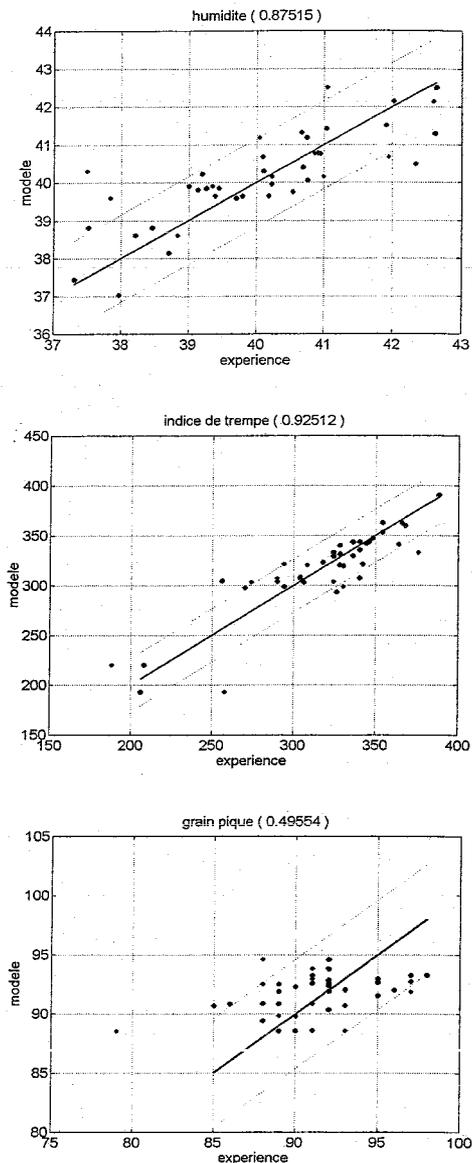


Figure VI-9. Identification du modèle avec le nouveau lot d'orge.  
(% d'humidité, indice de trempé et % des grains piqués)

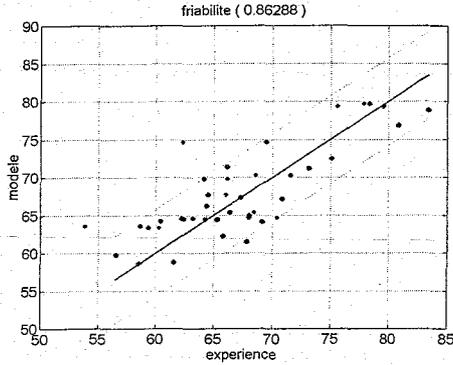


Figure VI-10. Identification du modèle avec le nouveau lot d'orge.  
(% de friabilité)

Les figures VI-9 et VI-10 montrent que le modèle polynomial de second degré utilisé arrive à prédire correctement les critères du nouveau lot, sachant qu'il y a toujours certains points qui se trouvent en dehors du domaine de confiance. Les figures VI-11 et VI-12 montrent la phase de modélisation du deux lots d'orge pris comme un seul ensemble.

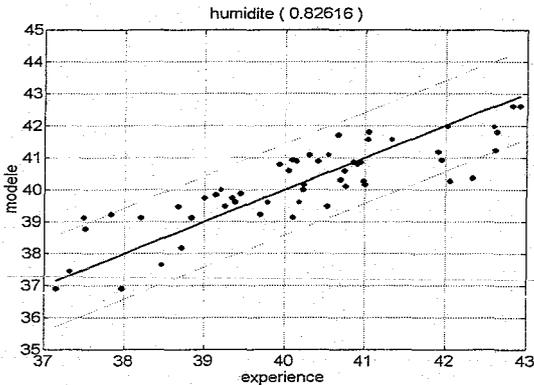


Figure VI-11. Intégration du nouveau lot dans la structure du modèle.  
(% d'humidité).

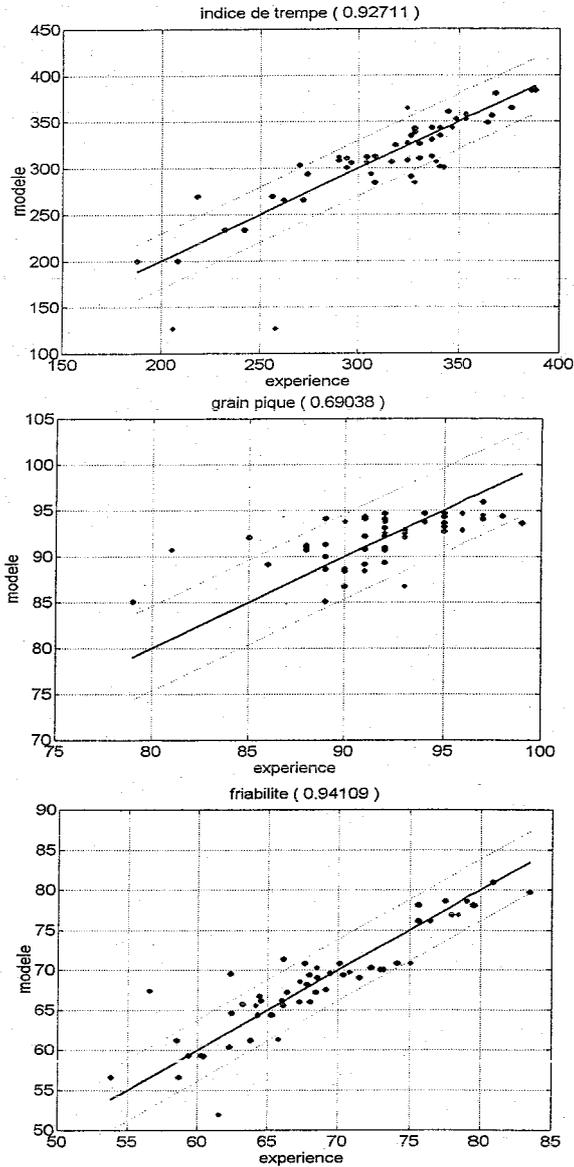


Figure VI-14. Essais de modélisation avec un modèle de troisième degré.  
(modèle pour l'indice de trempé, % des grains piqués et % de friabilité).

Le modèle de deuxième degré avec le lot initial d'orge sera retenu pour la phase d'optimisation.

## V. Optimisation de la trempé

L'objectif principal de la recherche étant l'optimisation de la réponse (friabilité) permettant de trouver une configuration optimale des facteurs à partir du modèle ajusté. L'optimisation est, en effet, une des finalités du plan d'expériences. L'optimisation du diagramme de trempé a été limitée à l'optimisation d'un seul critère (le % de friabilité). Le % de friabilité est le seul critère bien modélisé et il reflète bien la qualité du malt recherchée.

### V.1. Optimisation par critère

Au début de l'étude, l'optimisation a été effectuée sur l'ensemble des critères modélisés (% d'humidité, indice de trempé, % des grains piqués et % de friabilité), critère par critère pour atteindre les objectifs initiaux fixés au départ (tableau VI-23).

Tableau VI-23. Optimisation par critère et validation expérimentale.

	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	Humidité	I. Trempé	G. Piqués	Friabilité
<b>Humidité</b>	7	16	12	<b>41</b>	279,47	91,89	74,69
41 %	8,17	14,15	9,66	<b>41</b>	296,93	91,81	72,71
Exp. 100F	7	15	13	<b>40,41</b>	262	92	76,38
<b>I. Trempé</b>							
<b>I. Trempé</b>	4	4	27	44,96	<b>87,51</b>	99,33	75,21
à minimiser	4,02	4,35	26,92	44,92	<b>87,06</b>	99,17	75,6
Exp. 31F	4	4	27	42,7	<b>280</b>	55	82
<b>G. Piqués</b>							
<b>G. Piqués</b>	4	4	27	44,96	87,51	<b>99,33</b>	75,21
à maximiser	3,99	4,02	26,52	44,83	98,17	<b>99,32</b>	74,63
Exp. 31F	4	4	27	42,7	280	<b>55</b>	82
<b>Friabilité</b>							
<b>Friabilité</b>	12	10	14	41,81	246,68	83,24	<b>85,03</b>
85 %	11,90	8,25	15,71	41,89	235,01	82,31	<b>84,99</b>
84 %	11	10	15	41,77	243,62	84,5	<b>83,91</b>
Exp. 96F	12	11	12	42,91	242	94	<b>77,42</b>

Cette phase d'optimisation a été effectuée pour optimiser chaque critère modélisé de la trempe, ainsi,

- Pour atteindre un % d'humidité de 41 %, le diagramme optimal trouvé correspond à des durées de 7 heures pour le premier sous-eau, 16 heures pour le premier sous-air et 12 heures pour le deuxième sous-eau. Une validation expérimentale avec l'essai 100F a permis d'atteindre une humidité de 40,4 %. Cette valeur est très proche de ce que le modèle a prédit.
- Pour l'indice de trempe, le diagramme optimal ne permet pas de minimiser cet indice (proche de 100). La validation avec l'essai (31F) permet d'atteindre un indice de trempe de 280.
- Le diagramme optimal testé pour le piquage des grains n'a pas permis d'avoir la valeur recherchée et cela est probablement dû à la dynamique de piquage d'orge (développée au début de ce chapitre).
- Pour la friabilité, les diagrammes optimaux ont pour but d'atteindre des taux de friabilité de 84 et 85 %. La validation avec l'essai 96F aboutit à des taux de friabilités inférieurs à ce que a prédit par le modèle (77,4 %).

Pour cela, une nouvelle phase d'optimisation a été effectuée pour la friabilité (optimisation par domaine). Le but dans ce cas est de trouver un ensemble de diagrammes optimaux qui permettent l'obtention des valeurs de friabilités dans l'intervalle de 80 à 85 %.

## V.2. Optimisation par domaine

Dans cette phase d'optimisation, l'ensemble des diagrammes qui permettent d'atteindre un % de friabilité entre 80 et 85 % présentent une zone optimale (figures VI-15 et VI-16).

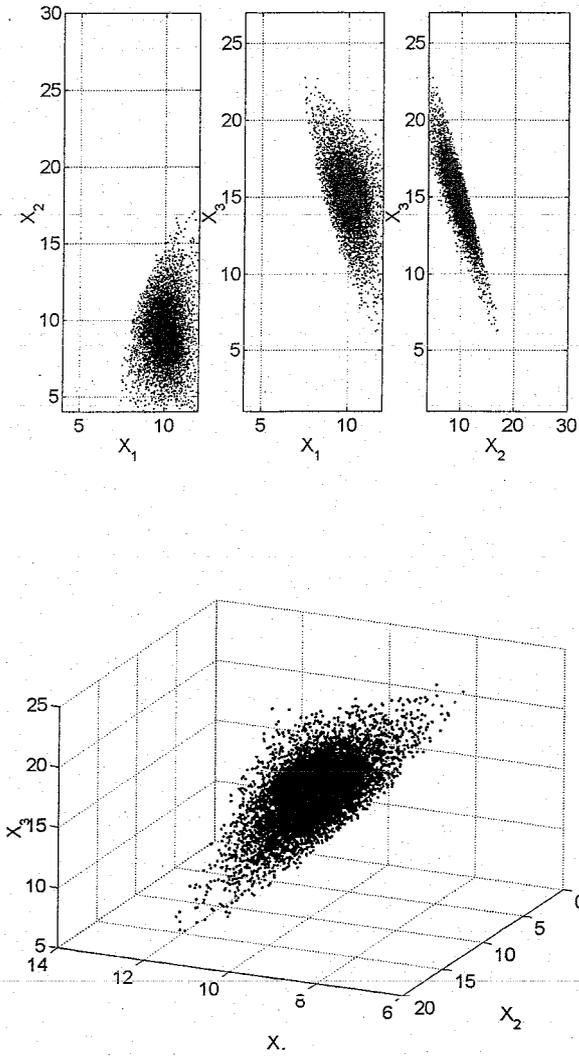


Figure VI-15. Représentation de la zone optimale pour le critère de friabilité.  
(valeurs réelles).

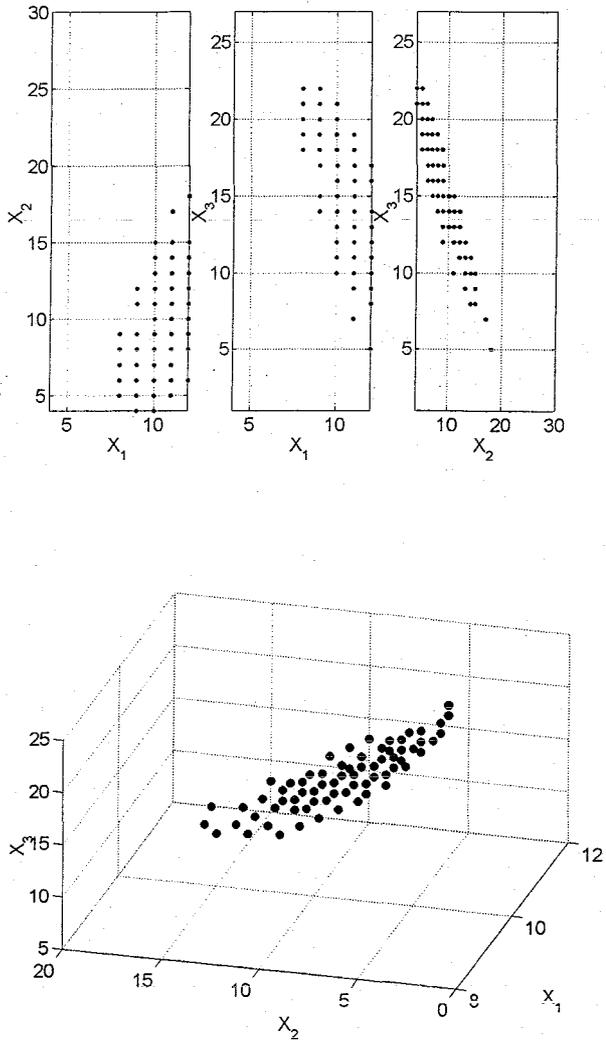


Figure VI-16. Représentation de la zone optimale pour le critère de friabilité.  
(valeurs entières)

La représentation de la zone optimale dans l'espace des facteurs par des valeurs entières (figure VI-16) permet de retrouver les conditions optimales de trempe en termes de durées. On constate que les durées optimales qui conduisent à une friabilité de  $85 \pm 5\%$  sont très diverses. Cette zone présente un certain nombre d'expériences optimales (diagrammes) et sont présentées en annexe. Les diagrammes de trempes optimaux choisis sont ceux qui présentent des durées entières.

## VI. Validation expérimentale des conditions optimales

Certains diagrammes de trempe sont testés expérimentalement afin de vérifier la validité de la zone optimale. Les diagrammes testés sont choisis de façon à entourer complètement la zone optimale et ils sont représentés par une \* sur la figure VI-17.

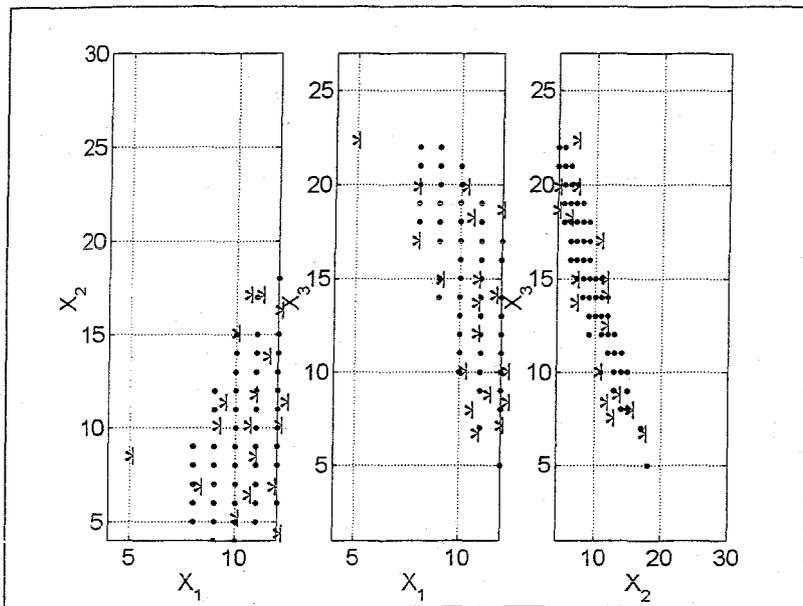


Figure VI-17. Représentation graphique des diagrammes de trempe testés (\*).

### VI.1. Validation avec le lot initial d'orge

Les diagrammes de trempe optimaux testés et la valeur des critères correspondants obtenus sont présentés sur les tableaux VI-24 et VI-25 et VI-26.



Tableau VI-25. Caractérisation des expériences optimales testées (suite).

Essais		120F	124F	130F	134F	136F	138F
Premier sous-eau	X <sub>1</sub>	11	13	12	12	16	14
Premier sous-air	X <sub>2</sub>	10	14	8	17	11	7
Deuxième sous-eau	X <sub>3</sub>	14	8	15	6	8	14
Deuxième sous-air	X <sub>4</sub>	0	0	0	0	0	0
% d'humidité en fin de trempé		41,1	40,8	41,4	40,5	43	41,4
Indice de Trempe		326	264	270	306	304	302
% des grains piqués		81	93	89	96	89	88
% d'humidité en fin de germination		42,7	42,6	42,6	40,2	41,9	40,7
Indice de Plumule		92	93	80	84	92	85
<b>% de friabilité</b>		<b>77,4</b>	<b>81,7</b>	<b>78,6</b>	<b>78,3</b>	<b>79,5</b>	<b>79</b>
GE (grains entiers)		2,5	1,4	3,4	3,9	4,6	3,1
GID (grains incomplètement désagrégés)		6,3	4,5	6,3	6,2	5,6	5,5
Rendement en %		75,5	75,2	75,2	75,1	75,3	75,6

Tableau VI-26. Caractérisation des expériences optimales testées (suite).

Essais		122F	140F	128F	126F	132F
Premier sous-eau	X <sub>1</sub>	5	11	9	15	11
Premier sous-air	X <sub>2</sub>	8	6	11	10	17
Deuxième sous-eau	X <sub>3</sub>	22	18	15	10	7
Deuxième sous-air	X <sub>4</sub>	0	0	0	0	0
% d'humidité en fin de trempé		41,6	41,3	41,7	41,4	40,4
Indice de Trempe		284	266	274	280	288
% des grains piqués		83	78	92	86	97
% d'humidité en fin de germination		43,8	40,6	41,6	44,1	41,5
Indice de Plumule		94	86	96	91	81
<b>% de friabilité</b>		<b>82,3</b>	<b>80,6</b>	<b>81,1</b>	<b>82,7</b>	<b>81,3</b>
GE (grains entiers)		1,8	3,2	2,7	2,9	2,4
GID (grains incomplètement désagrégés)		4,2	4,8	4,7	4	5,2
Rendement en %		75	76,2	75,5	75,1	76,8

Les conditions optimales de la trempé (diagrammes) sont identifiées de façon à atteindre un % de friabilité dans l'intervalle de  $85 \pm 5$ . Tous les diagrammes de trempes testés présentent un % de friabilité proche de 80 %. L'intérêt de telle démarche réside dans le fait qu'on arrive à atteindre des bonnes friabilités avec une grande diversité de diagrammes de trempes, alors que, jusqu'à présent peu de diagrammes sont connus pour atteindre cette qualité.

Le % de friabilité (utilisé pour l'optimisation) n'est qu'un seul paramètre parmi plusieurs dans l'identification de la qualité du malt. La mesure du % d'humidité en fin de trempé et germination, le suivi de l'indice de trempé et du % de rendement sur tous les essais valide la bonne qualité des trempes réalisées et des malts obtenus (identifier par les friabilités et les rendements).

## VI.2. Validation avec le nouveau lot d'orge

Les mêmes diagrammes de trempé optimaux testés sur le premier lot d'orge sont vérifiés sur le nouveau lot (tableaux VI-27, VI-28 et VI-29). La référence des essais du nouveau lot est identique à celle du premier lot en ajoutant 1000 (par exemple 96F pour le premier lot et 1096 pour le second).

Tableau VI-27. Caractérisation des essais optimaux du deuxième lot d'orge.

Essais		1096F	1104F	1112F	1114F	1116F	1118F
Premier sous-eau	X <sub>1</sub>	9	12	12	10	10	8
Premier sous-air	X <sub>2</sub>	7	11	4	15	5	10
Deuxième sous-eau	X <sub>3</sub>	18	12	19	10	20	17
Deuxième sous-air	X <sub>4</sub>	1	0	0	0	0	0
% d'humidité en fin de trempé		42,6	42,8	41,6	42,6	41,6	42
Indice de Trempé		188	232	306	342	326	310
% des grains piqués		79	95	42	83	67	89
% d'humidité en fin de germination		41,1	40	42,7	41,8	40,5	41,7
Indice de Plumule		61	71	91	90	77	88
<b>% de friabilité</b>		<b>75,6</b>	<b>79,1</b>	<b>74,6</b>	<b>71,6</b>	<b>69,7</b>	<b>70,8</b>
GE (grains entiers)		5,1	2,9	5,7	5,8	8,4	9
GID (grains incomplètement désagrégés)		9,1	6,5	8,2	11,1	12,7	11
Rendement en %		72,9	70,8	71,2	77,3	76,6	76,4

Tableau VI-28. Caractérisation des essais optimaux du deuxième lot d'orge (suites).

Essais		1120F	1124F	1126F	1128F	1130F	1132F
Premier sous-eau	X <sub>1</sub>	11	13	15	9	12	11
Premier sous-air	X <sub>2</sub>	10	14	10	11	8	17
Deuxième sous-eau	X <sub>3</sub>	14	8	10	15	15	7
Deuxième sous-air	X <sub>4</sub>	0	0	0	0	0	0
% d'humidité en fin de tremp		41	40,5	40,9	40,7	40,9	39,7
Indice de Trempe		342	290	290	282	296	304
% des grains piqués		84	91	78	91	86	86
% d'humidité en fin de germination		42,2	41,3	41,4	40,7	41,7	40,9
Indice de Plumule		85	87	79	83	85	88
<b>% de friabilité</b>		<b>74,2</b>	<b>80,9</b>	<b>76,8</b>	<b>74,8</b>	<b>74,3</b>	<b>77,4</b>
GE (grains entiers)		7,3	3,5	4,5	6,9	8,9	5,8
GID (grains incomplètement désagrégés)		9,9	5,4	8,1	10,2	10,2	7,8
Rendement en %		75,7	74,4	75,3	75,4	75,4	75,2

Tableau VI-29. Caractérisation des essais optimaux du deuxième lot d'orge (suite).

Essais		1122F	1140F	1134F	1136F	1138F
Premier sous-eau	X <sub>1</sub>	5	11	12	16	14
Premier sous-air	X <sub>2</sub>	8	6	17	11	7
Deuxième sous-eau	X <sub>3</sub>	22	18	6	8	14
Deuxième sous-air	X <sub>4</sub>	0	0	0	0	0
% d'humidité en fin de tremp		41,1	42,4	39,8	40,7	40,8
Indice de Trempe		294	274	330	254	266
% des grains piqués		82	64	92	89	82
% d'humidité en fin de germination		42	43,3	40,6	40,5	39,8
Indice de Plumule		89	93	79	91	83
<b>% de friabilité</b>		<b>80,7</b>	<b>76,8</b>	<b>77,1</b>	<b>77,7</b>	<b>76,1</b>
GE (grains entiers)		3,6	5,4	6,7	4,4	6,5
GID (grains incomplètement désagrégés)		5,8	8,2	8,1	6,6	8,7
Rendement en %		76,4	75	75,8	74,9	74,8

Quel que soit le diagramme de trempé testé, on arrive à un degré de trempé (% d'humidité) intéressant. Un bon pourcentage de grains piqués est noté sur tous les essais. Des indices de trempé très variables sont obtenus et de très bons indices de plumules sont obtenus avec tous les diagrammes de trempé utilisés. Le % de friabilité dépend de la composition d'orge et sont intéressants sur la majorité des essais testés.

Tous les essais optimaux testés présentent une bonne qualité d'orge en fin de trempé et germination et un % de friabilité assez faible par rapport au premier lot. Les rendements obtenus sont similaires aux rendements du premier lot d'orge.

### VI.3. Evaluation de la qualité des malts

Les malts sélectionnés pour les analyses sont (122F, 126F, 128F, 132F et 140F) pour le lot initial d'orge et (1122F) pour le deuxième lot d'orge (tableaux VI-30 et VI-31).

Tableau VI-30. Qualité des malts issus des expériences optimales.

Lots d'orge		Lot 2	Lot initial					Limites moyennes
Essais		1122F	122F	140F	128F	126F	132F	
Premier sous-eau	X <sub>1</sub>	5	5	11	9	15	11	
Premier sous-air	X <sub>2</sub>	8	8	6	11	10	17	
Deuxième sous-eau	X <sub>3</sub>	22	22	18	15	10	7	
Deuxième sous-air	X <sub>4</sub>	0	0	0	0	0	0	
% d'humidité		4,4	4,3	4,5	4,9	5,5	4,7	3,5-5
Extrait fine mouture % malt sec		81,9	82,3	82,1	82,1	82,2	82	> 80
Couleur EBC		2,7	3,8	3,8	4,1	4,1	4,2	2,5-4,2
Protéines totales (% de matière sèche)		11,5	11	10,8	10,7	10,9	10,7	10,5-11,5
Protéines solubles % malt sec		4,6	4,8	4,7	4,9	5,1	5,1	3,8-5,0
Indice Kolbach		40	44	44	46	46	47	36-47
β-glucanes en mg/L de moût		200	228	240	188	182	214	200-300
Azote aminé libre en mg/L		167	159	185	191	196	196	150-250
Pouvoir diastasique WK sur sec		310	290	280	290	300	290	200-250
Atténuation limite en %		80,7	82,9	82,8	82,9	82,8	83,1	80-82

Désagrégation Calcofluor en %	99	90	93	91	93	91	85-95
en % homogénéité	90	73	77	72	68	74	70-95
$\alpha$ -amylase U.D.20°C (méthode du flux continu) sur malt sec	77	79	77	85	89	87	40-70
Viscosité en mPa.s	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,45-1,65

Tableau VI-31. Tests de filtration Tepral sur les malts issus des expériences optimales.

Lots d'orge	Lot 2	Lot initial					Limites moyennes
Essais	1122F	122F	140F	128F	126F	132F	
X <sub>1</sub>	5	5	11	9	15	11	
X <sub>2</sub>	8	8	6	11	10	17	
X <sub>3</sub>	22	22	18	15	10	7	
X <sub>4</sub>	0	0	0	0	0	0	
Masse totale de moût filtré (g)	401	398	400	396	391	395	> 350
Durée totale de filtration (mn)	10,23	14,11	11,45	11,37	15,14	14,12	< 20
Temps pour filtrer 350 g (mn)	9,28	12,39	10,33	10,37	14,04	12,46	-----
Filtration pente b (g/mn)	59	45	53	50	29	41	> 20
Filtration pente c (g/mn)	67	40	57	61	43	42	> 20

Les malts issus des différents diagrammes de tremp optimisés ont été analysés par les méthodes de référence. Les résultats sont présentés dans les tableaux VI-30 et VI-31.

Quelque soit le diagramme de tremp appliqué, on arrive à une bonne humidité et un bon extrait fine mouture du malt. L'extrait fine mouture dépend généralement de la variété d'orge utilisée (Piendl, 1976). La couleur du malt est influencée par la variété d'orge et les conditions de procédé appliquées. Les diagrammes de tremp testés ont permis d'atteindre des malts qui présentent des couleurs acceptables et dans les normes. Ces conditions optimales de la tremp permettent également d'atteindre des taux élevés de protéines solubles, de bons indices kolbach et des taux de  $\beta$ -glucanes raisonnables.

Les taux d'azote aminés libres et de % d'atténuation limite sont très élevées quel que soit le diagramme utilisé. Les modifications amylolytiques estimées par le pouvoir diastasique et l'activité  $\alpha$ -amylasique et biochimiques sont très intéressantes sur tous les malts obtenus.

Bonnes viscosités et bonnes vitesses et pentes de filtrations sont obtenus sur tous les malts analysés.

Les résultats d'analyses qualitatives des malts permettent d'observer une très bonne qualité du malt et des désagréments protéolytiques, amylolytiques et biochimiques très intéressantes et cela quel que soit le diagramme optimal utilisé.

L'analyse des malts effectuée sur les deux essais 122F (lot initial) et 1122F (même essai réalisé sur le deuxième lot) permet de déceler l'effet de la composition d'orge sur la modification du malt. En fait, l'effet principal du nouveau lot d'orge utilisé se résume principalement sur la couleur du malt, sur le taux de protéines totales et donc sur l'indice kolbach, sur le Calcofluor et sur la filtration Tepral.

## VII. Conclusion

Le présent travail a été conduit dans le but de montrer l'intérêt d'un outil d'optimisation dans la détermination des conditions de trempage. L'analyse des résultats a permis d'évaluer l'influence du critère à optimiser (% de friabilité) sur la qualité du malt. Ainsi, on a pu montrer que pour atteindre une friabilité de  $80 \pm 5$  % conduisant à une multitude de solutions donnant pourtant de bons résultats et de bonne qualité de malt. La sélection des expériences par l'utilisation d'un outil d'optimisation s'avère conforme aux attentes et permet une certaine souplesse d'usage, tant au niveau de la prise en compte des contraintes imposées par le procédé, que de l'évolution ultérieure des objectifs. La validation expérimentale des conditions optimales trouvées a pu montrer la réussite de l'optimisation du procédé de maltage et la validité des conditions optimales trouvées. L'usage de tels outils dans le domaine de la malterie est très important dans l'acquisition des informations sur le procédé avec le moindre coût et temps possibles.

*CONCLUSION*

*PERSPECTIVES*

---



## **Conclusion**

L'objectif général de nos travaux était d'apporter une contribution à l'amélioration des connaissances fondamentales qualitatives dans le domaine de la malterie. En nous basant sur des connaissances biochimiques, microbiologiques et statistiques nous avons principalement approfondi l'étape considérée comme la plus importante à l'heure actuelle au cours du procédé de maltage (la trempé). Il s'agit d'une part, d'identifier les effets principaux intervenant lors de cette opération (aération et diagrammes de trempé) et d'autre part, de quantifier la répercussion de ces effets sur la qualité finale du malt. Ces deux points principaux, développés dans notre travail de recherche contribuent à l'amélioration du procédé pour aboutir à des malts de bonnes qualités.

Dans une première phase, des paramètres de la trempé et des mesures de la qualité d'orge ont été suivis en ligne. Pour cela, trois malteries industrielles ont fait l'objet de cette étude afin d'obtenir une cartographie physico-chimique et hydrodynamique de la trempé. Ces malteries sont choisies pour leurs diversités de mode d'aération appliqué au cours de la trempé. Le suivi de la trempé industrielle permet de faire un état des lieux et d'avoir une idée sur le comportement de la trempé selon les différentes formes d'aération et son impact sur la vitesse de germination de l'orge et le développement microbien. Ces mesures ont permis d'identifier l'impact de l'aération des cuves de trempés industrielles sur la qualité d'orge obtenue en fin de trempé.

Les résultats qui découlent de ces trois malteries et selon les différents modes d'aérations ont abouti à de bonnes qualités d'orge en fin de trempé. Cependant, la diversité des diagrammes de trempés utilisés et des variétés d'orges appliquées implique un approfondissement de ces recherches. Pour cela, et pour mieux comprendre l'impact exact de l'aération sur la qualité finale du malt, une reproduction uniforme des trois types de trempé est nécessaire afin de bien maîtriser les conditions opératoires.

Dans cette partie d'étude, nous avons soumis les trempés sous les mêmes conditions opératoires (au sens de variété, température, durées de trempé, durée et température de germination ainsi que le diagramme thermique de touraillage). Les différents modes d'aérations appliqués aboutissent à une bonne qualité de malt sauf quelques fluctuations minimales sur le taux de friabilité. Cette étude a consisté à mettre en évidence l'influence de la

trempe sur les principales modifications du malt. Elle a permis de définir les principaux effets de la limitation en oxygène sur la qualité de la trempe et du malt en industrie et fermenteur. Un résultat important de cette étude réside dans le fait que les besoins de l'orge en oxygène sont minimes et l'absorption de l'oxygène se fait en particulier pendant les phases sous-air.

Dans une seconde phase, l'optimisation de la trempe (diagrammes de trempe) a été réalisée à l'aide d'un modèle. Un outil de planification expérimentale a permis de faciliter la collecte des informations nécessaires à la modélisation et l'optimisation des performances du procédé (% de friabilité). Cette démarche basée sur les techniques d'optimisation permet de construire des plans d'expériences optimaux au sens de la D-optimalité, tout en intégrant les contraintes physiques de l'étude. Cette étape de planification a conduit à la sélection des essais à réaliser et à la construction des modèles. Le modèle retenu, un polynôme du second degré, a permis une traduction et une représentation correcte de l'effet du diagramme de trempe sur la friabilité du malt. Le modèle a été utilisé dans un algorithme génétique et a conduit à l'obtention des diagrammes de trempe optimaux très divers.

La définition des conditions optimales de diagrammes de trempe a été menée à terme de façon à satisfaire les objectifs fixés. Les optimas définis sont très divers et se basent généralement sur la maîtrise des trois premières phases de trempe.

La validation expérimentale des conditions optimales définies a permis d'obtenir des pourcentages de friabilités autour de 80 %. Ceci est conforme avec les objectifs fixés au départ, indiquant ainsi la validité de notre démarche appliquée et la réussite de la phase de modélisation et d'optimisation. Les analyses les plus fines effectuées sur les malts obtenus par les trempes réalisées avec les diagrammes optimaux montrent une très bonne qualité finale de malt indiquant ainsi l'efficacité de ces optimas.

Les tests de validation avec un deuxième lot d'orge de qualité sensiblement différente ont également permis l'obtention des malts de très bonnes qualités.

\*\*\*\*\*

## **Perspectives**

L'ensemble de ces résultats permet d'envisager une connaissance plus fine des conditions et de la conduite de la trempé, ainsi qu'une maîtrise du procédé de malterie. Cependant, certains points restent à comprendre et à optimiser.

### **Mesure de la demande de l'orge en oxygène pendant les phases sous-air**

Au cours de la première partie d'étude, on a montré que l'aération n'a pas d'influence significative sur la qualité du malt. Une détermination des besoins réels de l'orge en oxygène pendant les phases sous-air semble être importante et complémentaire de cette étude.

### **Maîtrise de la microflore**

Les conditions de maltage sont plutôt favorables au développement des micro-organismes présents naturellement sur l'orge et dans l'environnement de la malterie. Le développement de la microflore, qui n'est pas actuellement contrôlée au cours du maltage, a un impact considérable sur la qualité physico-chimique et sanitaire du malt. L'utilisation des souches de *Geotrichum candidum* suggéré en malterie, améliore la qualité sanitaire et biophysique du malt (Boivin et Malanda en 1993 et 1996) et (Haikara et al en 1993). Ce procédé n'est pas optimisé, dû à la variation de la qualité sanitaire de l'orge et nécessite une étude approfondie.

### **Recyclage des eaux de trempé**

La microflore et les enveloppes des grains d'orge peuvent libérer des molécules actives (généralement des composées phénoliques). Ces molécules sont des inhibiteurs de la germination de l'orge et rendent la réutilisation des eaux de trempes difficile. Une étude sur les possibilités de recyclage de ces eaux permettrait d'envisager un gain important en terme de coût de fabrication.

La deuxième partie de notre travail ouvre plusieurs perspectives. En effet, la planification des expériences est un des moyens privilégiés pour améliorer la collecte d'information, quelque soit les contraintes de l'étude et la durée de l'expérimentation. Cet outil a prouvé sa validité et il permet une réduction considérable du nombre d'expériences. Dans l'état actuel de l'étude, les perspectives d'actions au niveau d'une telle démarche sont les suivantes :

### **Validation industrielle**

Tout d'abord, tous les essais de planification et de validation expérimentale ont été réalisés en micromalterie. Des essais de confirmation des conditions optimales sont à réaliser au niveau de l'atelier pilote pour s'assurer de leur validité. Des contraintes d'ordre physique liées aux conditions industrielles, à l'hydrodynamique et à la géométrie des cuves de trempes industrielles peuvent influencer les résultats de recherche et peuvent être considérées comme des facteurs bruits non maîtrisés dont il faut en tenir compte.

### **Modélisation de l'influence de la qualité de l'orge sur le malt**

Tous les essais sont réalisés avec la même variété d'orge (Scarlett). Au niveau industriel et selon la saison de récolte, plusieurs variétés peuvent être utilisées. La maîtrise de la trempé selon le degré de variation lié à la qualité et la variété d'orge utilisée apporte sans doute des connaissances plus approfondies et une maîtrise plus large de la trempé et de la qualité du malt. La maîtrise de la trempé effectuée avec une variété d'orge qualifiée de très mauvaise qualité pour le maltage permet d'estimer et de maîtriser les pertes de qualité du malt obtenu.

### **Modélisation de l'effet de la température**

Au niveau industriel, le contrôle de la température est délicat. Les valeurs de la température peuvent s'étaler de 14°C à 20°C. Une maîtrise de la trempé à différentes températures peut être considérée comme outil essentiel aux mains des malteurs.

Ce travail a permis de mettre en évidence l'importance de la trempé sur le procédé de maltage et sur la désagrégation du malt. Nous avons pu déterminer les conditions optimales de la trempé permettant d'atteindre des malts de très bonnes qualités. Nous avons pu montrer que l'impact de l'aération des phases sous-eau de la trempé est minime et ne joue pas un grand rôle sur la qualité finale du malt. Les connaissances acquises jusqu'à présent sur le procédé de maltage sont encore limitées et nécessitent un approfondissement. Ceci permettra dans un travail ultérieur de mieux comprendre les variations et les phénomènes mis en jeu et le recours aux modèles de connaissances dans ce cas permet de suivre ces phénomènes.

## *RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES*



Abramson, D., R. Hulasare, N.D.G. White, D.S. Jayas et R.R. Marquardt (1999), Mycotoxin formation in hullless barley during granary storage at 15 and 19 % moisture content, *Journal of stored products research* 35, pp 197-305.

Allosio-Ouarnier, N. (1999), Caractérisation de la transformation de l'orge en malt par des méthodes de spectroscopie vibrationnelle, Thèse I.N.P.L., spécialité : Biotechnologies et Industries Alimentaires, Nancy.

Analytica EBC (1987), European Brewery Convention, Ed. Revue de la Brasserie et des Boissons, Zurich, Suisse, 4<sup>ème</sup> édition.

Atanda, O.A. et B.J. Miflin (1970), Factors affecting the production of alpha amylase in barley grains, *J. Inst. Brew*; 76, pp 51-55.

Axcell, B., D. Jankovsky et P. Morrall (1983), Steeping : The crucial factor in determining malt quality, *Brewers Digest*, 58 (8), pp 20-23.

Bamforth, C.W. et D.E. Quain (1989), Enzymes in brewing and distilling, *Cereal science and technology*.

Bathgate, G.N., J. Marínez-Frias et J.R. Stark (1978), Factors controlling the fermentable extract in distilling malt, *J. Inst. Brew*; 84, pp 22-29

Bathgate, G.N. (1989), *Cereal in Scotch whisky production*, Cereal Science and Technology, éd. Aberdeen University Press, pp 243-278.

Baxter, E.D., S.G. Reeves et C.W. Bamforth (1980a), The effect of increased steeping temperatures on enzyme development in malt, *J. Inst. Brew*; 86, pp 162-165.

Beattie, S., P.B. Schwarz, R. Horsley, J. Barr, et H.H. Casper (1998), The effect of grain storage conditions on the viability of *Fusarium* and deoxynivalenol production in infested malting barley, *Journal of Food Protection*, Vol. 61, N° 1, pp 103-106.

Benoist, D. et Y. Tourbier et S. Germain-Tourbier (1994), Plans d'expériences : construction et analyse.

Bertholdsson, N.O. (1999), Characterization of malting barley cultivars with more or less stable grain protein content under varying environmental conditions, *European Journal of Agronomy*, 10, pp 1-8.

Bicking, F. (1994), Définition et mise au point d'un nouvel algorithme de type génétique : application à la conduite d'un bioprocédé semi-continu, Thèse I.N.P.L., spécialité : Génie des Procédés, Nancy.

Bios (2002), Malting barley in France- Trends and current situation, *Communication*, n°5.

Boivin, P. et M. Malanda (1993), Influence de l'ensemencement de micro-organismes au maltage sur le développement de la flore et la qualité du malt, *Proc. EBC Congress, Oslo*, pp 95-102.

Boivin, P. (2000), Relationship between barley varieties and beer flavour, *Innovation in the barley-malt-beer chain*, International congress at Nancy France.

Boivin, P. et M. Malanda (1997), Improvement of malt quality and safety by adding starter culture during the malting process, *Technical Quaterly*, Vol.34, n°2, pp 358-363.

Bol, J., W.J. Klopper, H.A. Vermeire, et M.E. Mostshagen (1985), Relation between the microflora of barley and malt quality, *European Brewery Convention (Proceedings of the 20th congress Helsinki)*, pp 643-650.

Rooyen, C., I.M.T. Dicks, I. Meijering et A. Ackermann (2002), Isolation, identification and changes in the composition of lactic acid bacteria during the malting of two different barley cultivars, *International Journal of Food Microbiology*, 76, pp 63-73.

Bourne, D.T. et R.E. Wheeler (1985), Physiological and biochemical indication of vigour in barley and their relationship to malt modification, *European Brewery Convention (Proceedings of the 20th congress Helsinki)*, pp 627-634.

Briggs, D.E. (1998), *Malts and malting*, Blackie Academic & professional, 7986 pages.

Brisson, S. et J.M. Oustrain 1998, Barley, malt and beer quality, *Bios Boissons conditionnement*, n° 275, pp 98-99.

Brookes, P.A., D.A. Lovett et I.C. Mac William (1976), The steeping of barley. A review of the metabolic consequences of water uptake and their practical implications, *J. Inst. Brew*; 82, pp 14-26.

Cantrell, I.C., R.G. Anderson et P.A. Martin (1981), Grain-environment interaction in production steeping, *Proc. EBC Congress*, pp 39-46.

Carreck, N.L. et D.G. Christian (1997), A study of grain dormancy and viability in spring barley, *European Journal of Agronomy* 6, pp 155-161.

Chambers, A.R. et A.D.B. Lambie (1960), Carbon dioxide and oxygen tensions in steep water, *J. Inst. Brew*; 66, pp 159-162.

Chandra, G.S., M.O., Proudlove et E.D. Baxter (1999), The structure of barley endosperm-An important determinant of malt modification, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, vol.79, pp 37-46.

Chapon, L. (1960), Structure du grain d'orge : Aptitude à la trempe et friabilité du malt, Conférence faite au colloque de la malterie à Maule.

Chinyere, I., Iwuoha et J.O. Aina (1997), Effects of steeping condition and germination time on the alpha amylase activity- phenolics content and malting loss of nigerian local red and hybrid short kaura sorghum malts, *Food Chemistry*; (58), 4: 289 - 295.

Dalshstrom, R.V., B.J. Morton et M.R. Sfat (1963), Respiration of barley during steep and germination, *Proc. Am. Soc. Brew. Chem*; pp 64-69.

Debourg, A. (1998), *Cours de techniques brassicoles pour la formation approfondie*.

De Clerck, J. (1980), Cours de brasserie, Vol. I, 2<sup>ème</sup> édition, éd. E. de Clerck, Belgique.

Enari, T.M. (1981), The relationship between malt and beer, Proc. EBC congress, Copenhagen, pp 69-80.

Fliss, M. (1996), Contribution à la maîtrise et à l'optimisation du procédé de maltage : conditions de procédé, qualité fonctionnelles et organoleptiques du malt, Thèse I.N.P.L., spécialité : Génie des Procédés, Nancy.

Forget, F.R., F. Guillard, M. Hugues, J.M. Thiry, P. Boivin et J. Nicolas (1995), Inhibition of horse bean and germinated barley lipoxygenases by some phenolic compounds, Journal of Food Science, V 60, n° 6, pp 1325-1329.

Fukui, T. (1971), Effects of metallic ions in steeping water on malt properties, Bulletin of Brewing Sci; Tokyo, 17, pp 17-22.

Gauchi, J.P. (1997), Plans d'expériences optimaux pour modèles linéaires, Plans d'expériences : applications à l'entreprise, Editions technip.

Gibbons, G.C. (1983), The effects of oxygen, nitrogen and carbon dioxide steeping regimes on endosperm modification and embryo growth of germinating barley seeds, Carlsberg Res. Commun; 48, pp 35-56.

Gjertsen, P. et F. Myken (1973), Malting and brewing experiments with Ochratoxin A and Citrinin, European Brewery Convention (Proceedings of the 14th congress Salzburg), pp 373-380.

Gómez, C., A. Navarro, P. Manzanares, A. Horta et J.V. Carbonell (1997). Physical and structural properties of barley (1-3), (1-4)- $\beta$ -D-glucan. Part II. Viscosity, chain stiffness and macromolecular dimensions, Carbohydrate Polymers, 32, pp 17-22.

Gómez, C., A. Navarro, C. Garnier, A. Horta et J.V. Carbonell (1997), Physical and structural properties of barley (1-3), (1-4)- $\beta$ -D-glucan. Part III. Formation of aggregates analysed through its viscoelastic and flow behaviour, Carbohydrate Polymers, 34, pp 141-148.

Goupy, J. (1989), La méthode des plans d'expériences : optimisation du choix des essais & de l'interprétation des résultats.

Haikara, A., H. Uljas et A. Suurnäkki (1993), Lactic starter cultures in malting - a novel solution to gushing problems, Proc. EBC Congress, Oslo, pp 163-172.

Han, J.Y. (2000), Structural characteristics of arabinoxylan in barley, malt and beer, Food chemistry, 70, pp 131-138.

Hill, G.A., D.G. Macdonald et X. Lang, (1997),  $\alpha$ -amylase inhibition and inactivation in barley malt during cold starch hydrolysis, Biotechnology Letters, Vol 19, pp 1139-1141.

Holland, J.H (1986), Adaptation in Natural and Artificial System, Ann Arbor, University of Michigan Press.

Home, S. et M. Linko, (1981), Six – row spring barleys for malting and brewing, European Brewery Convention (Proceedings of the 18th congress Copenhagen), pp 55-60.

Hough, J.S. (1985), The biotechnology of malting and brewing, Cambridge studies in biotechnology 1.

Hudson, O.P. (1986b), Inter-relationship in malt analysis and malting parameters, Proc. Conv. Inst. Brew. (Austr. and New Zealand Sect.), pp 109-114.

Hull, S.R., P. Eugene, C. Cox et R. Montgomery (1996), Composition of corn steep water during experimental steeping, J. Agric. Food Chem, 44, pp 3521-3527.

Karakus, M. (1975), Etude biochimique et technologique des réactions de brunissement au maltage, Thèse de l'Université de Nancy I.

Kauert, G. (1955), Respiration of barley in steeping, Fermentatio, pp 229-235.

Kaukovirta, A.R., P.K. Kotiranta, A.M. Aurola, P.O. Reinikainen, J.E. Olkku et S.V. Laakso (1998), Influence of water processing on the composition, behavior, and oxidizability of barley and malt lipids, *J. Agric. Food Chem*, 46, pp 1556-1562.

Kelly, L. et D.F. Briggs (1992a), Barley maturity and the effects of steep aeration on malting, *J. Inst. Brew*; 98 (4), pp 329-334.

Kelly, L. et D.E. Briggs (1992b), The influence of the grain microflora on the germinative physiology of barley. *J. Inst. Brew*, vol. 98, pp 395-400.

Kettunen, A., J.J. Hämäläinen, K. Stenholm et K. Pietilä (1996), A model for the prediction of  $\beta$ -glucanase activity and  $\beta$ -glucan concentration during mashing, *Journal of Food Engineering*, 29, pp 185-200.

Kimura, A. et J.F. Robyt (1995), Reaction of enzymes with starch granules: kinetics and products of the reaction with glucoamylase, *Carbohydrate Research*, 277, pp 87-107.

Kristensen, M., F. Lok, V. Planchot, Ib. Svendsen, R. Leah et B. Svensson (1999), Isolation and characterisation of the gene encoding the starch debranching enzyme limit dextrinase from germinating barley, *Biochimica et Biophysica Acta*, 1431, pp 538-546.

Lewis, M.J. et T.W. Young (1995), *Brewing*.

Mac Gregor, A.W. (1991), The effect of barley structure and composition on malt quality, *Proc. EBC Congress*, pp 37-50.

Macherd, A.M. (1979), The physiology of malting, *Brewing Sc*, édité par J.R.A. Pollock, *Academic Press, London*, pp 145-231.

Macleod, A. (1979), The physiology of malting, *Food Science and Technology a Series of Monographs*, pp 145-232.

Maghribi, S.T. (1985), Recherche sur les moisissures toxigènes des orges de brasserie et des malts, Thèse en sciences, Université de Nancy I.

Magnin, J.P., P. Ozil, J.C. Poignet et D. Vincent (1995), Optimisation et modélisation d'un procédé d'alvéolation par biocorrosion, *Récent progrès en génie des procédés*, n° 36, V. 9, pp 35-40.

Manfred Moll (2000), *Le maltage. Stage pour brasseurs amateurs ou artisans*

Mathieu, D. et R. Phan-Tan-Luu (1997), *Approche méthodologique des mélanges, Plans d'expériences : applications à l'entreprise*, Editions technip.

Maule, A.P. (1986), Aerated conical and flat bottomed steeping system in theory and practice, *Proc. Aviemore Conf. Malt Brew. Distill.*, 2, pp 251-254.

Mc Leod, A.M. et G.H. Palmer (1967), Gibberellin from barley embryos, *Nature*, 216, pp 1342-1343.

Moore, J., C.W. Bamforth, P.A. Kroon, B. Bartolomé et G. Williamson (1996), Ferulic acid esterase catalyse the solubilization of  $\beta$ -glucans and pentosans from the starchy endosperm cell walls of barley, *Biotechnology Letters*, vol. 18, N° 12, pp 1423-1426.

Morgan, A.G., A.A. Gilland et D.B. Smith (1983), Some barley grain and green malt properties and their influence on malt hot water extract. II. Protein, proteinase and moisture, *J. Inst. Brew.*; 89, pp 292-298.

Munck, L., G. Gibbons et S. Astrup (1981), Chemical and structural changes during malting, *Proc. EBC Congress, Copenhagen*, pp 11-30.

Muniglia, L. (2001), *Élaboration d'une stratégie expérimentale multicritère appliqué à la conception optimale d'un bioprocédé continu de production d'arômes laitiers*, Thèse I.N.P.L. Spécialité : Procédés Biotechnologiques et Alimentaires, Nancy.

Narziss, L. (1969), The effect of germination factors on the completion of the malting process and the quality of malt, *Proc. EBC Congress, Interlaken*, pp 77-97.

Narziss, L. et G. Friedrich (1970a), Influence of air rests during steeping on malt enzyme activity, *Brauwelt*, pp 229-234.

Narziss, L. et G. Friedrich (1970b), Influence of falling temperature malting and resteeeping on enzyme activity, *Brauwiss*; 23, pp 265-271.

Nicolas, M.C et P. Boivin (1990), Influence positive et négative de la microflore sur le maltage, Coordinateur Brasseurs-Malteurs-IFBM, Programme d'étude.

Northam, P.C. (1985), Commercial viability of low moisture malting, Proc. EBC Congress, Helsinki, pp 635-642.

Palmer, G.H. et A.E. Harvery (1977), The influence of endosperm structure on the behaviour of barleys in the sedimentation test, *J. Inst. Brew.*, 83, pp 295-299.

Palmer, G.H. (1979), The industrial use of gibberellic acid and its scientific basis, A review, *J. Inst. Brew.*, 80, pp 13-30.

Palmer, G.H. (1989), Cereals in malting and brewing, *Cereal Science and Technology*, éd. Aberdeen University Press, pp 61-242.

Palmer, G.H. (1994), Standardisation of homogeneity, Monograph XXIII, E.B.C.- symposium malting technology Adernach- Germany, November.

Parker, D.K. et M.O. Proudlove (1993), The relationship between the ATP content of barley and viability, *J. Inst. Brew. Vol. 99*, pp 327-330.

Pérez, O.E, M. Haros et C. Suarez (2001), Corn steeping : influence of time and lactic acid on isolation and thermal properties of starch, *Journal of food Engineering*, 48, pp 251-256.

Piendl, A. (1976), Barley variety and malting technology as influencing factors on the properties of malt – An evaluation by means of the analysis of variance, *MBAA, Techn. Quarterly*, 13 (2), pp 131-141.

Powell, G.E., J.D. Chambley et N.W. Cole (1993), The effect of oxygen and carbon dioxide levels on enzyme development in malting, Proc. Conv. Inst. Brw. (Cent. And South African Sect), Somerset West, 4, pp 45-54.

Process (1998), Mycotoxines- Il faut systématiser les contrôles, n° 1134.

Robbins, G.S., J. Chesters et A.D. Dickson (1963), Quantitative changes in free amino acids during malting of two barley varieties, Proc. Am. Soc. Brew. Chem., pp 141-148.

Robertson, J.A, G. Majsak-Newman et S.G. Ring (1997), Release of mixed linkage (1-3), (1-4)  $\beta$ -D-glucans from barley by protease activity and effects on ileal effluent, International Journal of Biological Macromolecules. 21, pp 57-60.

Sado, G. et M.C. Sado (1989), Les plans d'expériences- de l'expérimentation à l'assurance qualité, Afnor, 3<sup>e</sup> tirage.

Schimmerling, P., J.-C. Sisson et A. Zaïdi (1998), Pratique des plans d'expériences, Lavoisier, Techniques & documentation.

Scriban, R. et D. Dupont (1973), Le problème de la couleur du malt et du moût, Proc. EBC Congress, Salzburg, pp 57-74.

Seward, B.J. (1991), Malt quality. Feature Articles, lecture présentée à l'institut de brasserie de Cambridge, pp : 275-278.

Simpson, D.J. (2001), Proteolytic degradation of cereal prolamins, the problem with praline, Plant science 161, pp 825-838.

Sim, G.B. et D.R. Berry (1996), Malted barley enzyme activity under optimum and process conditions from the scotch malt whisky industry, Enzyme and microbial technology. (19): 26-31.

Tang, H., K. Watanabe et T. Mitsunaga (2002), Structure and functionality of large, medium and small granule starches in normal and waxy barley endosperms, *Carbohydrate polymers*, 49, pp 217-224.

Teresa, M., L. Diaz, et Flannigan (1997), Production of patulin and cytochalasin E by *Aspergillus clavatus* during malting of barley and wheat, *International Journal of Food Microbiology*, 35, pp 129-136.

Vancraenenbroeck, R. et A. Devreux (1985), Pouvoir moussant des protéines du malt, *European Brewery Convention (Proceedings of the 20th congress Helsinki)*, pp 499-506.

Van Campenhout, L., H.Y. Shen, D. Iserentant et Verchert (1999), The gaz environment of germinating barley in various microbial states during malting, *Process biochemistry*, 34, pp 929-937.

Van Aarle, P.G.M., M.M.J. De Barse, G.A. Veldink et J.F.G. Vliegthart (1991), Purification of a lipoxygenase from ungerminated barley characterization and product formation, *Febs Letters*, vol. 280, n°1, pp 159-162.

Verbeek-wyndaele, R. (1973), Origine et influence biochimique des phytohormones sur la germination et l'étude de l'état physiologique de l'orge, *European Brewery Convention (Proceedings of the 14th congress Salzburg)*, pp 75-98.

Wainwright, T., Y.H. Consultancy et Reigate (1996), Problems with barley and malt, *Feature articles. Victoria Falls symposium*, pp 173-185.

Waller, H. (1967), Respiratory quotient of germinating barley, *Brauwissenschaft*, pp 41-47.

Yoshida, T., K. Yamada, S. Fujino et J. Koumegawa (1979), Effect of pressure on physiological aspects of germinating barleys and quality of malts, *J. Am. Soc. Brew. Chem.*, 78, pp 77-83.

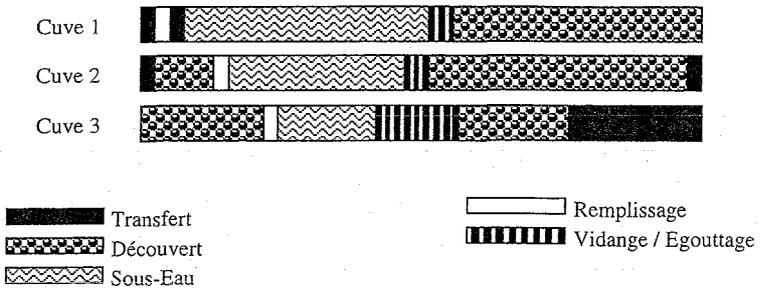
## ***ANNEXES***

---

---



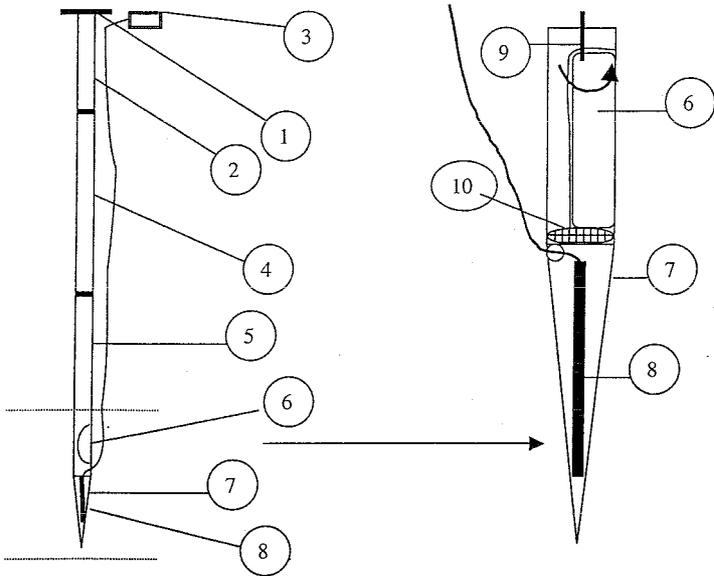
Annexe I. Diagramme de trempe de la malterie de Metz



Durées des phases de la trempe de la malterie de Metz

	1 <sup>er</sup> découvert	Sous eau	Egouttage	2 <sup>ème</sup> découvert	Transfert
Cuve 1	0 mn	360 mn	0 mn	340 mn	20 mn
Cuve 2	50 mn	300 mn	0 mn	350 mn	20 mn
Cuve 3	120 mn	150 mn	40 mn	150 mn	260 mn

Annexe II. Canne de prélèvements et de mesures dans les cuves industrielles.



- (1) poignée d'ouverture et de fermeture de la canne
- (2) système de manipulation de la canne (hauteur de 1 m)
- (3) oxymètre (mesure de la température et du % d'oxygène dissous)
- (4) canne de rechange pour les mesures en profondeurs (2m d'hauteur)
- (5) canne de prélèvement
- (6) chambre de prélèvement d'orge et de passage d'eau (contrôlée par (1) et (2))
- (7) chambre de récupération d'eau
- (8) sonde d'oxygène
- (9) tige de manipulation de la chambre de prélèvement d'orge
- (10) grille (elle permet le passage de l'eau et retient l'orge dans la chambre)

Annexe III. Caractérisation des expériences utilisées pour l'identification du modèle et valeurs des critères correspondants.

	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>				
	Durée du	Durée du	Durée du	Durée du	% d'humidité	Indice de	% des grains	% de
Réf.	1SSE	1SSA	2SSE	2SSA	en fin de tremp	Tremp	piqués	friabilité
37 F	12	12	4	7	41,9	340	93	66,08
38 F	4	7	12	12	40,75	328	98	60,4
39 F	8	8	4	15	37,51	354	85	65,74
40 F	4	15	8	8	39,14	336	97	62,24
43 F	8	15	4	8	39,2	324	97	64,38
48 F	12	19	4	0	40,66	326	95	83,42
49 F	12	4	1	18	38,46	368	93	61,52
50 F	12	22	1	0	42,61	270	91	80,86
52 F	4	26	1	4	38,71	348	88	67,8
53 F	7	10	7	11	39,45	364	92	63,18
54 F	8	14	6	7	42,34	318	91	67,3
55 F	8	13	3	11	40,53	328	90	62,4
56 F	7	15	7	6	40,69	330	92	70,84
59 F	8	6	9	12	40,22	344	89	69,14
66 F	10	20	5	0	40,09	306	89	69,44
69 F	7	20	8	0	40,23	290	92	71,5
72 F	4	4	16	11	40,74	294	92	67,96
73 F	4	22	9	0	39,7	304	92	66,36
76 F	9	25	1	0	39	328	95	64,12
79 F	5	10	6	14	38,21	366	86	58,62
82 F	11	4	10	10	40,94	342	90	64,52
84 F	12	8	1	14	40,1	324	89	59,34
85 F	9	17	6	3	40,9	304	92	73,14
88 F	8	15	2	10	39,26	340	95	68,08
90 F	8	7	20	0	42,63	206	90	78,36
91 F	9	4	2	20	37,97	388	91	58,48
94 F	12	8	8	7	41,03	256	88	75,06
96 F	9	7	18	1	42,02	208	89	79,52
98 F	5	15	10	5	42,05	308	92	70,12
57 F	7	12	5	11	39,79	346	96	65,22
60 F	7	12	5	11	39,39	336	93	64,26
61 F	7	12	5	11	40,18	340	93	65,28

Annexe IV : Conditions optimales des diagrammes de trempé.

Diagrammes	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	Diagrammes	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>
1	12	8	14	1	36	12	6	16	1
2	12	11	12	0	37	8	8	19	0
3	8	5	22	0	38	10	15	10	0
4	11	5	19	0	39	10	7	18	0
5	10	4	21	0	40	12	6	17	0
6	11	17	7	0	41	11	6	16	2
7	11	5	18	1	42	11	7	15	2
8	11	6	17	1	43	11	11	13	0
9	12	13	9	1	44	10	8	17	0
10	11	6	18	0	45	10	7	17	1
11	11	15	9	0	46	8	9	18	0
12	12	18	5	0	47	9	8	18	0
13	12	12	11	0	48	10	6	18	1
14	9	5	21	0	49	9	11	15	0
15	12	14	8	1	50	9	6	20	0
16	12	15	8	0	51	10	8	16	1
17	11	13	10	1	52	11	12	12	0
18	9	4	22	0	53	11	8	15	1
19	11	13	11	0	54	10	11	13	1
20	10	13	12	0	55	9	9	17	0
21	10	14	11	0	56	12	10	13	0
22	10	5	20	0	57	11	10	14	0
23	11	12	11	1	58	9	12	14	0
24	8	6	21	0	59	11	11	12	1
25	12	9	12	2	60	10	12	13	0
26	10	6	19	0	61	11	9	15	0
27	8	7	20	0	62	10	10	15	0
28	12	11	10	2	63	10	9	16	0
29	11	14	10	0	64	10	11	14	0
30	11	7	16	1	65	10	9	15	1

31	9	5	20	1	66	11	10	13	1
32	11	7	17	0	67	11	9	14	1
33	12	9	13	1	68	10	10	14	1
34	9	7	19	0	69	11	8	16	0
35	9	6	19	1	-	-	-	-	-

Annexe V. Calcul de la D-optimalité.

La D-optimalité des plans est calculée par le logiciel et obtenue de façon itérative afin de minimiser le temps de calcul. La figure suivante présente la méthode programmée de calcul du déterminant de la matrice d'information de Fisher qui permet d'estimer la valeur du plan d'expériences selon le critère de la D-optimalité. La valeur de chaque individu de la population est déterminée par appel à cet algorithme. La D-optimalité doit être maximisée. Le calcul direct du déterminant de la matrice d'expérience X est assez lourd. Pour simplifier, on orthogonalise la matrice X sous forme d'un produit de deux matrices U et T, de sorte que :

$$X = U.T$$

avec X, la matrice d'expériences,

U, une matrice orthogonale telle que  $U^T U = I$  (matrice identité), et,

T, une matrice triangulaire.

On cherche le déterminant de  $X^T X$ . Selon la décomposition précédente, on peut écrire :

$$X^T X = T^T U^T U T = T^T T$$

d'où  $\text{déterminant}(X^T X) = (\text{déterminant}(T))^2$

Il suffit donc de déterminer la matrice T. Cette matrice étant triangulaire, son déterminant est calculé simplement comme le produit des termes de sa diagonale. Le tableau suivant rassemble les notations utilisées dans le calcul du déterminant.

Tableau. Notations utilisées pour le calcul de la D-optimalité.

Variable	Signification
n	Dimension de la matrice d'expérience X
$m_i$	Vecteur colonne de la matrice orthogonale U. Les vecteurs $m_i$ sont donc orthogonaux entre eux, i.e. $m_i^T m_j = 0$ pour $i \neq j$ et $m_i^T m_i = 1$ , $i \in \{1, 2, \dots, n\}$ .
$a_{ij}$	Termes non nuis de la matrice T pour $i \neq j$
$a_{ii}$	Termes diagonaux de la matrice T.
$v_i$	Vecteur colonne i de la matrice X.
$w_j$	Vecteur intermédiaire de calcul.

Annexe VI. Calcul du déterminant de la matrice d'information de Fisher.

$$X = U.T$$

$$\Rightarrow \forall i \in \{1, 2, \dots, n\}, v_i = \sum_{k=1}^i (a_{ki} . m_k)$$

$$\Rightarrow \sum_{i=1}^i a_{ij} . m_k^T . m_i = m_k^T . v_j$$

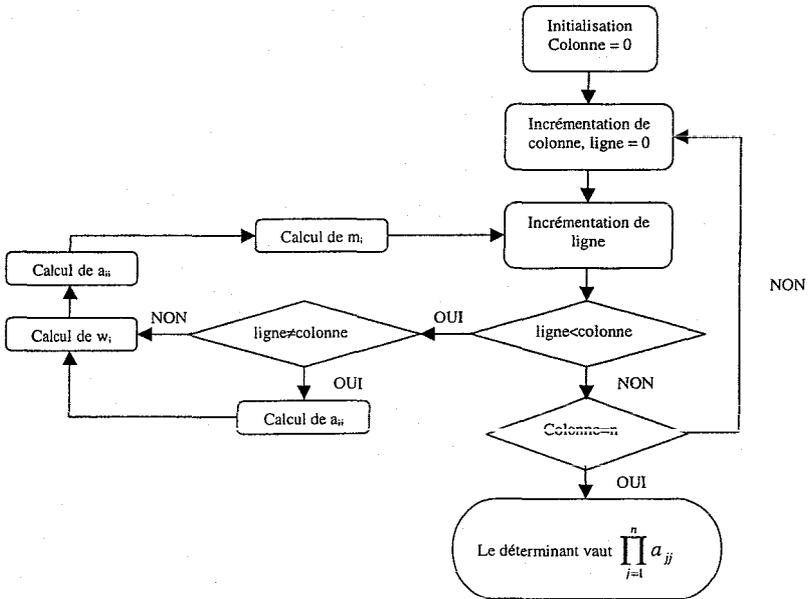
$$\Rightarrow \forall i \in \{1, 2, \dots, j-1\}, a_{ij} = m_i^T . v_j,$$

$$\Rightarrow w_j = v_j - \sum_{i=1}^{j-1} a_{ij} . m_j = a_{ij} . m_j$$

$$\Rightarrow a_{ij} = \sqrt{w_j^T . w_j} \text{ et } m_j = \frac{w_j}{a_{ij}}$$

or déterminant( $X^T X$ ) = (déterminant(T))<sup>2</sup>

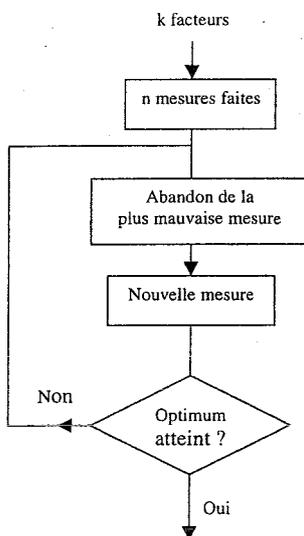
$$\Rightarrow \text{déterminant}(X^T X) = \left( \prod_{j=1}^n a_{jj} \right)^2$$



Organigramme de calcul du déterminant de la matrice d'information de Fisher.

## Annexe VII. Principe du simplexe.

Le principe de la méthode consiste à réaliser à l'étape initiale un ensemble d'expériences correspondant à une répartition de points équidistants dans l'espace des facteurs étudiés (triangle équilatéral pour deux facteurs, tétraèdre pour trois facteurs). L'une d'entre elles est plus mauvaise que les autres : elle est écartée et remplacée par une nouvelle mesure qui aura des chances d'être meilleure que les autres (Figure) et qui se trouve être le symétrique du point éliminé par rapport au barycentre des autres. Puis on recommence avec le nouveau tétraèdre ainsi obtenu. Des opérations de contraction dilatation permettent d'améliorer encore les performances de cet algorithme très simple à mettre en œuvre.



Organigramme de principe du simplexe

Annexe VIII Comparaison des paramètres des modèles estimés pour les quatre critères ((1) lot initial – (2) les deux lots ensembles).

Coefficient	Lots	% d'humidité	Indice de trempé	Grains piqués	% de friabilité
R	(1)	(0.89)	(0.90)	(0.60)	(0.88)
	(2)	(0.83)	(0.91)	(0.51)	(0.83)
a <sub>0</sub>	(1)	27.672	583.051	57.106	76.856
	(2)	31.981	461.502	83.502	53.527
a <sub>1</sub>	(1)	0.709	-12.030	3.431	-2.750
	(2)	0.048	-1.004	-0.248	-0.299
a <sub>2</sub>	(1)	0.766	-16.930	2.158	-1.379
	(2)	0.542	-8.298	1.011	0.196
a <sub>3</sub>	(1)	0.840	-8.867	2.736	-1.288
	(2)	0.680	0.268	0.812	0.176
a <sub>4</sub>	(1)	-0.016	0.427	-0.081	0.167
	(2)	0.000	-0.039	-0.003	0.059
a <sub>5</sub>	(1)	-0.037	0.521	-0.199	0.141
	(2)	-0.005	-0.522	-0.050	0.044
a <sub>6</sub>	(1)	-0.021	0.236	-0.063	0.066
	(2)	-0.020	0.101	-0.012	0.002
a <sub>7</sub>	(1)	0.002	-0.277	-0.089	0.088
	(2)	0.017	-0.254	0.0392	0.038
a <sub>8</sub>	(1)	-0.015	0.311	-0.037	0.008
	(2)	-0.012	0.161	-0.026	-0.001
a <sub>9</sub>	(1)	-0.006	-0.314	-0.030	0.031
	(2)	-0.012	-0.344	-0.020	0.026

(80%). When the optimised condition of steeping is validated in the laboratory scale, the malt obtained performed the objective quality.

**Mots clés :** trempage, maltage, aération, diagramme de trempage, plan d'expériences, D-optimalité, modélisation, algorithmes génétiques diploïdes, optimisation.

**AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE  
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL  
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

o o o

VU LES RAPPORTS ÉTABLIS PAR :

**Monsieur Christophe DAGOT, Maître de Conférences, ENSIL, Limoges**

**Monsieur Nicolas ROCHE, Professeur, IUT, Aix Marseille**

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Monsieur HARIRI Ahmed**

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,  
une thèse intitulée :

« Étude et modélisation de la trempé en malterie »

NANCY BRABOIS  
2, AVENUE DE LA  
FORET-DE-HAYE  
BOITE POSTALE :  
F 54501  
VANOEUVRE CEDEX

en vue de l'obtention du titre de :

**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

**Spécialité : « Procédés Biotechnologiques et Alimentaires »**

Fait à Vandœuvre, le 24 juin 2003

Le Président de l'IN.P.I.

L. SCHUPPENHAUER





## *Résumé*

L'objectif de ces travaux est d'une part l'étude de l'effet de l'aération sur la qualité de la trempé et du malt en malteries industrielles et laboratoire et, d'autre part, la modélisation et l'optimisation du diagramme de trempé. Dans une première phase, des malteries industrielles ont été suivies et étudiées pour leurs diversités de mode d'aération appliqué au cours de la trempé. Les résultats qui découlent de ces trois malteries étudiées ont abouti à de bonnes qualités d'orge en fin de trempé. Dans la partie d'étude menée en laboratoire, nous avons soumis les trempes sous les mêmes conditions opératoires. Les différents modes d'aérations appliqués aboutissent à une bonne qualité de malt et de la bière sauf quelques fluctuations minimales sur le taux de la friabilité. Dans une seconde phase, l'optimisation de la trempé a été réalisée à l'aide d'un modèle. Un outil de planification expérimentale (D-optimal) a permis de faciliter la collecte des informations nécessaires à la modélisation et l'optimisation des performances du procédé (% de friabilité). Le modèle retenu, un polynôme du second degré, a permis une traduction et une représentation correcte de l'effet du diagramme de trempé sur la friabilité du malt. Le modèle a été utilisé dans un algorithme génétique et a conduit à l'obtention des diagrammes de trempé optimaux très divers. La validation expérimentale des conditions optimales définies a permis d'obtenir des % de friabilités autour de 80 % et les analyses effectuées sur les malts montrent une très bonne qualité finale de malt indiquant ainsi l'efficacité de ces optimas.

## *Abstract*

The aims of these works are to study of the effect of the aeration in the steeping process for malt fabrication in laboratory and industrial scales and to optimise the process by modelisation.

In the first part, trees industrial steeping processes of the aeration have been investigated, the quality of the obtained malt by theses processes have been evaluated. Using the aeration process, the malt quality obtained is better compared to the non-aeration process. However, this was not due to the oxygen effect, but the aeration lead to obtain a good homogenisation of temperature and pH in the industrial scale. In fact, when these processes were scaled down in the laboratory scale, in which the homogenisation did not present a significant effect, no effect of the aeration on the quality of malt were observed.

In order to obtain an good quality of malt, we optimise the diagram of steeping process using the genetic algorithm and the polynomial models relating to the optimised friability of malt