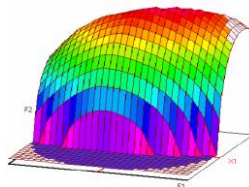




Année Universitaire : 2014-2015



Master Sciences et Techniques CAC Agiq
Chimométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion
industrielle de la qualité

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et
Techniques

Optimisation des paramètres du fonctionnement des filtres
presse par les plans d'expérience

Nom et prénom : TIJANE Khalil

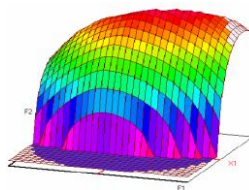
Encadré par:

- Mr. OUTIFA Soufiane (COSUMAR Casa)
- Pr. SQALLI Ouafae (FST Fès)

Soutenu Le 23 Juin 2015 devant le jury composé de:

- Pr. O. SQALLI
- Pr. Y. KANDRI RODI
- Pr. A. BOUAYAD

Stage effectué à : COSUMAR Casablanca



Master ST CAC Agiq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: TIJANE Khalil

Année Universitaire : 2014/2015

Titre: Optimisation des paramètres du fonctionnement des filtres presse par les plans d'expérience

Résumé

La filtration des boues, provenant de l'étape d'épuration, permet de récupérer le filtrat (eau sucrée) et les tourteaux. Des analyses quantitatives de taux d'humidité et du pourcentage de sucre s'effectuent de façon journalière sur les tourteaux. Ces analyses ont montré que les recommandations de l'entreprise en taux de sucre et d'humidité sont largement dépassées. Ceci prouve un dysfonctionnement des paramètres des filtres presse. Une optimisation des paramètres du fonctionnement des filtres s'impose.

L'objectif de ce travail, est l'optimisation des paramètres du fonctionnement des filtres presse par la méthode des plans d'expérience. Une première étude d'influence des dix facteurs sur les deux réponses (taux d'humidité, pourcentage de sucre) par un plan de criblage a permis de déterminer les facteurs ayant un effet sur la variation des deux réponses. L'impact majeur des facteurs influençants sur la variation du pourcentage de sucre et du taux d'humidité nous a amené à faire une deuxième étude d'optimisation. Cette étude nous a permis de déduire un réglage affiné des facteurs influençants. Ainsi cette optimisation a prouvé une réduction des pertes en sucre et en eau, au niveau de la station de désucrage des boues, et peut générer un gain économique.

Mots clés: Filtre presse, Taux d'humidité, Pourcentage de sucre, Plan de criblage, Plan surface de réponse.

Dédicaces

A la mémoire des êtres les plus chers à mon cœur.

A ceux qui m'ont appris à croire et à ne jamais perdre l'espoir.

A ceux qui seront toujours là pour m'aider et fêter ma gloire.

A tous les gens que je n'oublierai jamais.

A ma mère, mon père, mon grand-père et mes frères

A toute ma famille

Je dédie ce travail.

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein de la COSUMAR Casablanca en collaboration avec la Faculté des Sciences et Techniques de Fès.

Mes sincères remerciements vont à la direction de la COSUMAR, de m'avoir donné l'occasion de réaliser mon projet de fin d'étude au sein de cette société.

J'adresse également mes vifs remerciements à Mme SQALLI Ouafae , mon encadrante pédagogique, de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, trouve ici l'expression de toute ma reconnaissance pour ses précieux conseils et le savoir qu'elle transmet.

Je tiens à remercier Messieurs les membres de jury trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude pour avoir accepté de juger mon travail.

L'encadrement industriel a été assuré par Mr OUTIFA Soufiane. Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour l'intérêt soutenu qu'il a porté à l'avancement de ce travail.

Mes sincères remerciement vont a tous les cadres et techniciens de la COSUMAR et a toutes les personne ayant participées de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Enfin, je tiens à exprimer ma profonde gratitude et reconnaissance a tous les professeurs qui m'ont transmis leurs savoirs faire tout le long de cette formation.

sommaire

Introduction générale.....	5
Chapitre 1 : Procédé de fabrication du sucre et présentation de la station de désucrage des boues.....	6
I. Présentation de l'entreprise.....	7
I.1. Historique.....	7
I.2. Fiche Technique de la société.....	7
I.3. Production de la COSUMAR.....	7
I.4. Organigramme de l'entreprise.....	8
II. Généralités sur le sucre.....	9
II.1. Les plantes saccharifères.....	9
II.2. Composition du sucre.....	10
III. Processus de raffinage du sucre brut.....	11
III.1. Réception et stockage.....	11
III.2. Empâtage.....	12
III.3. Fonte.....	12
III.4. Epuration.....	12
III.5. La filtration chimique :la décoloration.....	13
III.6. Evaporation.....	14
III.7. Cristallisation.....	14
IV. La station de désucrage des boues.....	14
IV.1. Les filtres presse.....	15
IV.2. Description de la station de désucrage des boues.....	16
IV.3. Déroulement technologique de la filtration par les filtres presse.....	16
V. Service laboratoire.....	18
V.1. Laboratoire des analyses de l'eau.....	18
V.2. Laboratoire de biologie.....	19
V.3. Laboratoire des analyses chimiques.....	19
Chapitre 2 : Optimisation du fonctionnement des filtres presse par les plans d'expérience....	20
I. Formalisation du problème.....	21
I.1. Le Suivi de l'humidité des tourteaux.....	21
I.2. Le Suivi du pourcentage de sucre dans les tourteaux.....	22
II. Généralités sur les plans d'expérience.....	24

III. Plan de Criblage	24
III.1. Détermination des facteurs	25
III.2. Construction de la matrice d'expérience	28
III.3. Résultat des essais	29
III.4. Analyse mathématique des résultats d'essai	29
III.5. Analyse statistique et graphique du modèle	31
III.6. Conclusion	35
IV. Optimisation du taux d'humidité dans les tourteaux	36
V. Optimisation du pourcentage de sucre par le plan a surface de réponse	37
V.1. Facteurs et niveau d'étude	37
V.2. Construction du plan d'expériences	37
V.3. Plan d'expérimentation et résultats des essais	38
V.4. Analyse mathématique des résultats d'essais	39
V.5. Analyse statistique du modèle	40
V.6. Analyse graphique du modèle	41
V.7. Optimisation du pourcentage de sucre	43
V.8. La réalisation des essais dans les conditions optimales	43
V.9. Bilan économique	44
Conclusion.....	45
Perspective	45
Bibliographies	45

Liste des figures

Figure 1 : Structure du marché par produit (statistiques 2013)	8
Figure 2 : Organigramme hiérarchique de COSUMAR.....	8
Figure 3 : La canne à sucre.....	9
Figure 4 : La betterave.....	10
Figure 5 : Formule d'une molécule de saccharose	10
Figure 6 : Silo de stockage du sucre brut	11
Figure 7 : Les filtres diastar.....	13
Figure 8 : Les colonnes de la résine	14
Figure 9 : Schéma descriptif du filtre presse	15
Figure 10 : La station de désucrage des boues	16
Figure 11 : Le taux d'humidité des tourteaux	22
Figure 12 : Le pourcentage de sucre dans les tourteaux.....	23
Figure 13 : Causes pouvant augmenter l'humidité des tourteaux	26
Figure 14 : Causes pouvant augmenter le pourcentage de sucre des tourteaux.....	26
Figure 15 : Le graphe des effets moyens de la réponse : pourcentage de sucre	32
Figure 16 : Le graphe des effets moyens de la réponse : taux d'humidité	33
Figure 17 : Effets Pareto individuels, Effets Pareto cumulés de la réponse : pourcentage de sucre ...	33
Figure 18 : Effets Pareto individuels, Effets Pareto cumulés de la réponse : taux d'humidité	34
Figure 19 : Surfaces de réponse du pourcentage de sucre	42
Figure 20 : Courbe d'iso-réponse du pourcentage de sucre	42

Liste des tableaux

Tableau 1 : Fiche technique de la COSUMAR	7
Tableau 2 : Composition moyenne des cendres	10
Tableau 3 : Le taux d'humidité des tourteaux	22
Tableau 4 : Le pourcentage de sucre dans les tourteaux	23
Tableau 5 : Les facteurs et leur domaine expérimental	27
Tableau 6 : La matrice d'expérience (matrice d'Hadamard).....	28
Tableau 7 : Le plan d'expérimentation.....	28
Tableau 8 : Les résultats des expériences.....	29
Tableau 9 : Estimation des coefficients du modèle de la réponse : pourcentage de sucre	30
Tableau 10 : Estimation des coefficients du modèle de la réponse : taux d'humidité.....	30
Tableau 11 : Les statistiques des coefficients pour la réponse : pourcentage de sucre	31
Tableau 12 : Les statistiques des coefficients de la réponse : Taux d'humidité.....	32
Tableau 13 : Les valeurs prises des facteurs fixés pour la suite de l'étude	35
Tableau 14 : Les valeurs prises pour les facteurs fixés pour déterminer le taux d'humidité.....	36
Tableau 15 : Résultats d'optimisation du taux d'humidité.....	36
Tableau 16 : Le domaine expérimental	37
Tableau 17 : La matrice d'expérience (plan de box behnken)	38
Tableau 18 : Plan d'expérimentation et résultat des essais	38
Tableau 19 : L'estimation des coefficients pour la réponse pourcentage de sucre (optimisation)	39
Tableau 20 : Les statistiques des coefficients pour la réponse pourcentage de sucre (optimisation)...	40
Tableau 21 : Analyse de la variance de la réponse pourcentage de sucre	41
Tableau 22 : Les coefficients de corrélation de la réponse pourcentage de sucre	41
Tableau 23 : Désirabilité, Coordonnées du maximum pour la réponse pourcentage de sucre	43
Tableau 24 : Caractéristiques du maximum pour la réponse pourcentage de sucre	43
Tableau 25 : Les valeurs fixées des facteurs étudiés	43
Tableau 26 : Les résultats optimales du pourcentage de sucre.....	44
Tableau 27 : Calcul des gains	44

Introduction générale

Le sucre est une substance de saveur douce extraite de la canne à sucre. Il est majoritairement formé d'un composé nommé saccharose. Il se trouve que la betterave sucrière et d'autres végétaux permettent également de produire des produits composés essentiellement du saccharose.

Au Maroc, la consommation du sucre est très importante avec une moyenne annuelle de 35 Kg par habitant et qui dépasse largement la moyenne mondiale qui est de 20 Kg. En plus de sa production, le Maroc importe 35% de ses besoins. La Compagnie Sucrière Marocaine de Raffinage, COSUMAR, est l'unique producteur du sucre au Maroc depuis 2005, en produisant environ 3000 Tonnes par jour. Pour garder cette dominance, la COSUMAR s'engage dans l'amélioration continue de sa production. Ce qui nécessite le contrôle des différentes opérations techniques effectuées et une bonne optimisation de sa consommation d'énergie, de la matière première et de l'eau.

Au niveau de la station de désucrage des boues, les tourteaux déchargés après filtration possèdent un taux de sucre et une humidité élevée qui dépasse la norme. Ce qui peut poser des problèmes comme leur collage sur les toiles de filtration et des pertes importantes en sucre, d'où la nécessité de le réduire. Ainsi, l'optimisation des paramètres de fonctionnement de cette station présente une opportunité importante à la COSUMAR.

Le présent travail a pour objectif :

La détermination des causes du taux d'humidité et du taux sucre élevé des tourteaux. L'optimisation du fonctionnement de la station de désucrage des boues ainsi que la réduction du taux de sucre et d'humidité dans les tourteaux. Cette étude est structurée comme suit :

- Le chapitre 1 sera consacré à une présentation de la COSUMAR, une description du procédé de fabrication du sucre ainsi qu'une présentation de la station de désucrage des boues.
- Dans le chapitre 2 seront présentés d'abord les causes du taux élevée de l'humidité et du sucre dans les tourteaux. Ces causes nous permettent de détecter les paramètres pouvant avoir un impact sur ces variations. Ensuite un plan de criblage a conduit aux facteurs influençants. Un plan d'optimisation a permis de trouver un réglage affiné permettant l'optimisation des paramètres du fonctionnement des filtres presse, cette optimisation a prouvé une réduction des pertes en sucre. Enfin une étude économique a permis de chiffrer le gain financier par la COSUMAR.

Chapitre 1

Procédé de fabrication du sucre et présentation de la station de désucrage des boues

I. Présentation de l'entreprise

I.1. Historique

La COSUMAR a été fondée en Avril 1929 sous le sigle « COSUMA» par la société SAINT- LOUIS de Marseille, pour une capacité de production quotidienne de 100 tonnes de sucre par jour.

Au 1er janvier 1967, des accords entre l'Etat Marocain et COSUMA ont donné naissance à l'appellation «COSUMAR». La participation de l'état était de 50% et la production est de 900 tonnes par jour.

En 1985, L'ONA « Omnium Nord-Africain» a participé avec 55% du capital de la COSUMAR. Le reste étant détenu par :

- La Société Nationale d'Investissement SNI (11%)
- La Caisse Interprofessionnelle Marocaine de Retraite CIMR (10%)
- Le Fonds Marocain de Placement (7%).
- Les petits porteurs (4%).
- AL WATANYA (1%).

En 1993, COSUMAR absorbe par voie de fusion les sucreries de Zemamra et de Sidi Bennour. En 2005, elle devient l'opérateur national de l'industrie sucrière par l'acquisition des participations détenues par l'Etat dans le capital des quatre sociétés sucrières nationales : SURAC, SUTA, SUCRAFOR et SUNABEL[1].

I.2. Fiche Technique de la société

COSUMAR est une société Marocaine (tableau 1), dont l'objectif est le raffinage du sucre brut, le conditionnement et la commercialisation de sucre raffiné.

COSUMAR est située au quartier industriel des Roches Noires, laissant au Nord l'océan atlantique, à l'Est Ain Sebâa, au sud Hay Mohammadi et à l'Ouest les Roches Noire.

Tableau 1 : Fiche technique de la COSUMAR

Forme juridique	Société anonyme S .A
Date de création	1929
Capitale	4.188.600.000 DH dont 1.300.000.000DH de subvention.
Capacité de production	Plus de 3000 tonnes de sucre raffiné par jour.
Effectif	2400 personnes dont 105 cadres
Adresse	8, Rue EL Mouatamid Ibnou Abbad, BP 3098 Ain Sebaa, 20300 Casablanca.
Téléphone	05 22 40 13 63
Fax	05 22 24 10 71
Site web	www.cosumar.co.ma

I.3. Production de la COSUMAR

Produits finis :

Le sucre raffiné de la COSUMAR est présenté sous diverses formes pour la vente (Figure 1) :

- Pains de sucres de 2Kg en cartons de 20 et 24kg.
- Sucre en lingots et morceaux, en boîtes de 1 kg ou en fardeaux de 5kg.
- Sucres granulé en sachets de 1 à 2kg ou en sacs de 50kg.

Cosumar commercialise ses produits sous la marque PANTHERE.

La distribution de ces produits à l'intérieur du pays se fait à travers un réseau commercial constitué d'agences dans les principales villes (Rabat, Casablanca, Fès, Agadir et Safi) [1].

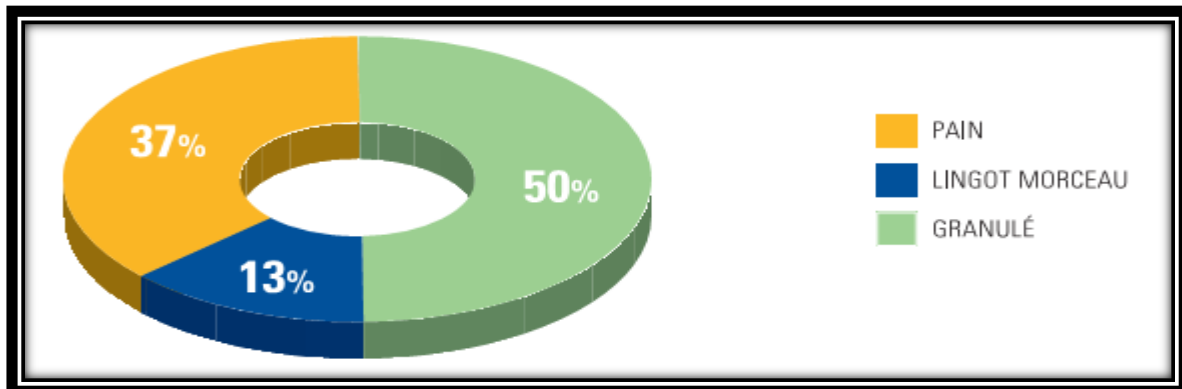


Figure 1: Structure du marché par produit (statistiques 2013)

Les bas produits :

- La mélasse : utilisée comme substrat pour la fabrication de levures.
- Les pellets : (ou pulpe déshydratée), issus du traitement et largement utilisés comme matière première pour l'alimentation animale et du bétail en particulier.

Productions annuelles:

- 1.119.000 tonnes de sucre.
- 200.000 tonnes de mélasse.
- 190.000 tonnes de pulpe.

Les matières premières :

- Sucre de canne : importé des CARAIBES, BRESIL, AUSTRALIE et AFRIQUE DE SUD.
- Sucre de betterave : provenant de l'unité de DOUKKALA.

I.4. Organigramme de l'entreprise

L'organigramme de la COSUMAR est présenté dans la figure 2 .

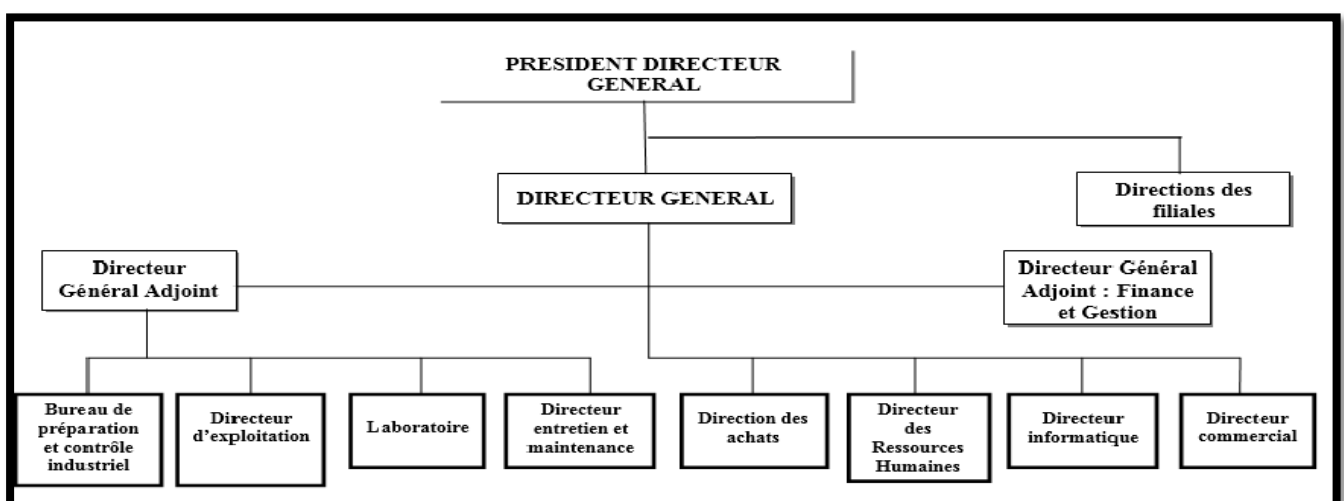


Figure 2 : Organigramme hiérarchique de COSUMAR

II. Généralités sur le sucre

Le sucre, terme générique appliqué aux composés chimiques faisant partie du groupe des glucides solubles dans l'eau. Incolores, inodores, de saveur plus ou moins sucrée, en général cristallisables, les sucres désignent le saccharose, et par extension, tous les monosaccharides, disaccharides et tri saccharides. Cette appellation les différencie des polysaccharides tels que l'amidon, la cellulose et le glycogène.

Si le sucre était connu depuis longtemps, son extension et les techniques qui permettent d'avoir un meilleur rendement n'ont cessé de progresser. Le sucre fait partie du vaste groupe de substances "hydrates de carbone".

En raffinerie, il y a deux sortes de sucre qui sont intéressantes :

- Le saccharose : le sucre blanc, que nous consommons.
- Le sucre inverti : Extrait des fruits et du miel, il se détruit partiellement et brunit vite pendant le travail.

Le sucre est largement répandu dans le monde végétal : on le trouve dans les tiges de toutes les carottes, navets, betteraves et même dans la sève de nombreux arbres comme les palmiers[1].

II.1. Les plantes saccharifères

➤ La canne à sucre :

Une plante vivace (Figure 3) dont la production est assurée par bouture .

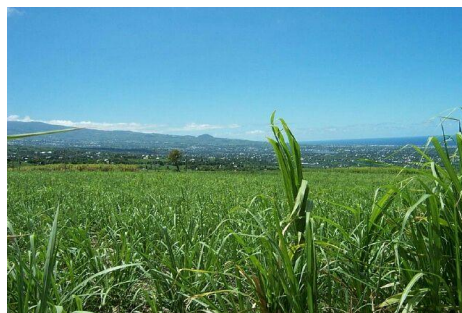


Figure 3 : La canne à sucre

Ses différentes parties sont : les racines, les feuilles et la tige qui forme un tube d'écorce dur remplie de fibre plus tendre, où se trouve le sucre. Cette tige peut atteindre 4 à 5 m de hauteur pour 3 à 6 cm de diamètre avec une richesse en sucre entre 13 et 18 %.

Son aire de culture se trouve dans les régions tropicales apportant chaleur et forte humidité pour la croissance. La récolte est généralement annuelle.

➤ Betterave :

La betterave (Figure 4) est l'une des principales sources de saccharose c'est une plante bisannuelle, la première année correspond à la maturité technologique (germination de la graine avec constitution de la racine et sa réserve sucrière). Dans la 2^{ème} année la plante donne naissance à des graines



Figure 4 : La betterave

II.2. Composition du sucre

Le sucre brut provient de la cristallisation du saccharose dans une eau mère impure : Sirop de canne ou de betterave. Les cristaux de saccharose de haute pureté sont entourés de film d'eau mère, de basse pureté, adhérant à ces cristaux et contenant la plupart des impuretés, cependant, certaines impuretés se trouvent incluse dans le cristal lui-même[1].

On définit le sucre brut par sa composition qui comprend :

➤ Le saccharose

De formule chimique $C_{12}H_{22}O_{11}$ (Figure 5) , de densité 1,6 et du poids moléculaire 342g/mol. Il est très soluble dans l'éther, il est formé de la liaison glucose - fructose.

Le saccharose n'est pas fermentescible, sauf s'il est transformé en glucose, cette opération peut se faire lentement en présence de certains micro-organismes ou très rapidement dans un milieu chaud et acide.

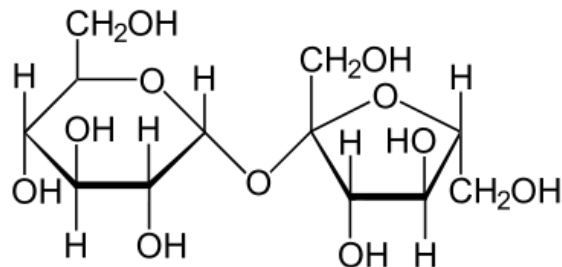


Figure 5 : Formule d'une molécule de saccharose

➤ Les cendres

Ce sont des matières minérales incluses dans les cristaux du sucre. Elles se composent principalement de (Tableau 2) :

Tableau 2 : Composition moyenne des cendres

Minéral	Ca	Fe, Al	Carbonates	Chlorures	Silice	Sulfates	K	Na	Mg	P
%	10	3	11	22	2	21	25	1	3	2

➤ Les sucres réducteurs ou glucose

Ce sont des sucres incristallisables, de formule générale $C_6H_{12}O_6$ et de poids moléculaire 180 g/mol. Ils sont solubles dans l'eau bouillante.

➤ Les non-sucres :

Le non sucre organique ou matières organiques comprennent :

- ❖ Des acides organiques libres.
- ❖ Des produits de la décomposition du saccharose.
- ❖ Des micro-organismes (moisissures, gazogènes...) et des matières colorantes.

➤ L'eau :

Tout corps, qui n'est pas déshydraté renferme de l'eau.

III. Processus de raffinage du sucre brut

Le raffinage du sucre brut vise à obtenir du sucre blanc à partir du sucre brut. Cette opération consiste donc à se débarrasser de toutes les impuretés contenues dans le sucre, que ce soit des impuretés superficielles se trouvant sur la couche externe du cristal du sucre, ou bien des impuretés internes incrustés à l'intérieur. Ces impuretés peuvent être de nature minérale ou organique.

Dans ce qui suit, chaque étape du raffinage sera présentée et détaillée à part.

III.1. Réception et stockage

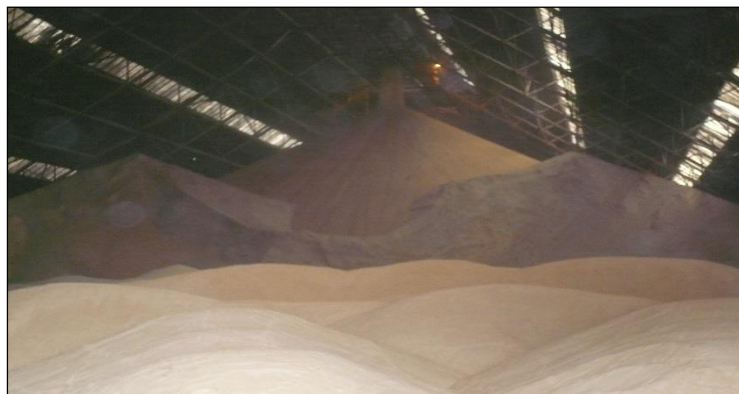


Figure 6 : Silo de stockage du sucre brut

La COSUMAR Casablanca reçoit sa matière première du Maroc et du Brésil.

Le sucre brut en provenance du Brésil est un sucre de canne. Il représente 100% du sucre traité à la raffinerie. Durant toute l'année (11mois), le sucre brut brésilien arrive par bateaux, dont chacun à une capacité de 30 000 tonnes. Les besoins de l'usine sont de l'ordre de deux bateaux et demi par mois pour produire 2 600 tonnes de sucre raffiné par jour.

Le sucre est transféré par des camions vers l'usine, où il est déchargé aux trémies des silos. Il passe ensuite par des bandes transporteuses pour arriver aux silos de stockage (Figure 6) qui sont au nombre de trois et ont une capacité de stockage de 25 000 tonnes par silos. Le stockage se fait selon la qualité et la composition du sucre brut. Le contrôle du poids du sucre reçu se fait par pesage des camions avant et après décharge.

Les silos sont munis de 33 trappes qui alimentent l'usine en sucre. Pour le raffinage, on mélange des sucres de qualités différentes afin de maintenir la productibilité de l'usine[1].

III.2. Empâtage

Cette première étape vise à décaper une gangue, composée d'impuretés externes, se trouvant autour des cristaux de sucre par frottements.

Le sucre arrive dans les empâteurs, machines où s'effectue l'empâtage. Un empâteur est une sorte de malaxeur munie d'une double enveloppe permettant la circulation de la vapeur. Ils sont d'une capacité de 270 hl et sont munis de pâles pour agiter le mélange.

A l'intérieur des empâteurs, s'effectue le mélange du sucre brut et de l'eau. Le mélange ainsi obtenu s'appelle «masse cuite d'empâtage» d'un Brix de 90 à 92 et une température de 50-55°C.

III.3. Fonte

Cette opération a pour but de faire fondre le sucre pour pouvoir en extraire les impuretés internes au niveau de l'épuration.

Le sucre, à la sortie des empâteurs, est poussé à l'aide de vis d'Archimède vers un premier fondoir où on lui ajoute de l'eau sucrée. Le mélange est envoyé, par une pompe, vers des échangeurs à plaques afin de régler sa viscosité puis vers un deuxième fondoir pour régler son brix à 63 et son pH à 7.5-8. Le mélange passe ensuite par un deuxième échangeur pour avoir une température de 75-80°C, c'est le réchauffage. Au niveau du premier fondoir, on ajoute au sucre de l'amylase pour dégrader l'amidon.

A la fin de cette étape, le produit obtenu est appelé « fonte commune » ou « commune non carbonatée ».

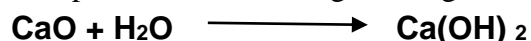
III.4. Epuration

Cette étape a pour but de débarrasser le sucre des impuretés internes qui se trouvaient à l'intérieur des cristaux. Pour réaliser cette séparation, le sucre passe d'abord par la carbonatation puis par la filtration[1].

➤ Carbonatation

Cette étape a pour but l'élimination des matières organiques, des cendres et une grande partie des matières colorantes par addition du lait de chaux.

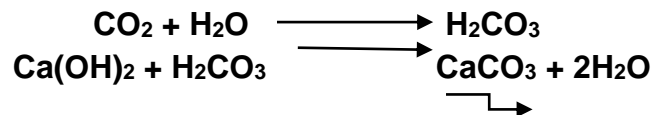
La fonte commune, à la sortie des fondoirs, est envoyée par des pompes vers la station de carbonatation. Cette station comprend 3 chaudières en série qui doivent être traversées par la fonte. Chaque chaudière a une capacité supérieure à celle qui suit : la première est d'une capacité de 55 m³, la deuxième de 50 m³ et la troisième de 45 m³. Chaque chaudière est alimentée par 8 entrées de lait de chaux, afin d'augmenter la surface d'échange avec le sirop. Des chicanes ont été installées pour avoir un mélange homogène. La réaction obtenue est :



La concentration de la chaux injectée diminue d'une chaudière à une autre. Ainsi, au niveau de la première chaudière la concentration est de 5.5 g/l, vu que 80% de la carbonatation s'effectue dans celle-ci, la deuxième 2.5 g/l et la troisième 1.15 g/l.

Cette réaction se fait efficacement à une température de 75°C, ce qui explique le rôle du réchauffage. A une température inférieure à 75°C, la vitesse de réaction va diminuer et au-delà de cette température, il y a risque d'inversion du saccharose.

Au niveau de chaque chaudière, le mélange sirop et lait de chaux est barboté avec du CO₂ produit à la centrale thermique. Les réactions mises en jeu sont les suivantes :



Le CaCO_3 formé va adsorber une grande proportion d'impuretés du sirop et va précipiter.

➤ **La Filtration mécanique**



Figure 7 : Les filtres diastar

La filtration permet l'élimination des précipités formés contenus dans le sirop carbonaté. Après la carbonatation, le sirop doit passer par la filtration mécanique sur des toiles synthétiques filtrantes (8 filtres DIASTAR (Figure 7) de capacité de 30 m^3 chacun commandés par l'automatisme) chacun enveloppé d'une toile qui laisse passer le sirop seulement, alors que le carbonate de calcium s'accumule autour de la toile, en formant un gâteau d'une certaine épaisseur, qui facilite d'avantage la filtration, on obtient donc un sirop limpide, envoyé vers le bac de la commune filtrée puis vers les colonnes de décoloration. Une fois le gâteau épaissi, on fait un débâtissage. La boue issue de cette opération est mélangée à une eau adoucie, puis filtrée et désucriée dans des filtres presse au niveau de la station de désucriage des boues. L'eau sucriée récupérée sera utilisée dans les différentes étapes de la production[1].

III.5. La filtration chimique : la décoloration

Cette opération permet l'élimination des fines particules d'impuretés telles que les cendres et les sels minéraux, qui n'étaient pas précipitées lors de la carbonatation et qui pourront maculer la blancheur du sucre. Elle consiste en l'adsorption des particules sur les résines échangeuses d'ions. Avant d'atteindre les colonnes de résine (figure 8), la commune filtrée passe tout d'abord par des filtres dits de protection avec des mails de $50 \mu\text{m}$ de diamètre pour empêcher le passage des particules en suspension qui pourraient encombrer la résine et réduire ainsi sa durée de vie qui est de l'ordre de 4 ans.

Pendant la phase de décoloration, la résine se charge en matières colorantes et en anions divers, elle se sature au cours du temps. Il est nécessaire d'extraire les impuretés ainsi retenues, pour cela on fait une régénération à contrecourant, il existe deux types de régénération :

- Régénération basique : par un mélange de la (saumure « Na Cl + NaOH »), elle se fait après chaque cycle.
- Régénération acide : à l'aide de l'acide chlorhydrique (HCl), elle se fait après dix cycle, puis on fait un rinçage suivi d'une régénération basique pour éliminer des impuretés organiques retenues sur la résine et pour neutraliser le pH.

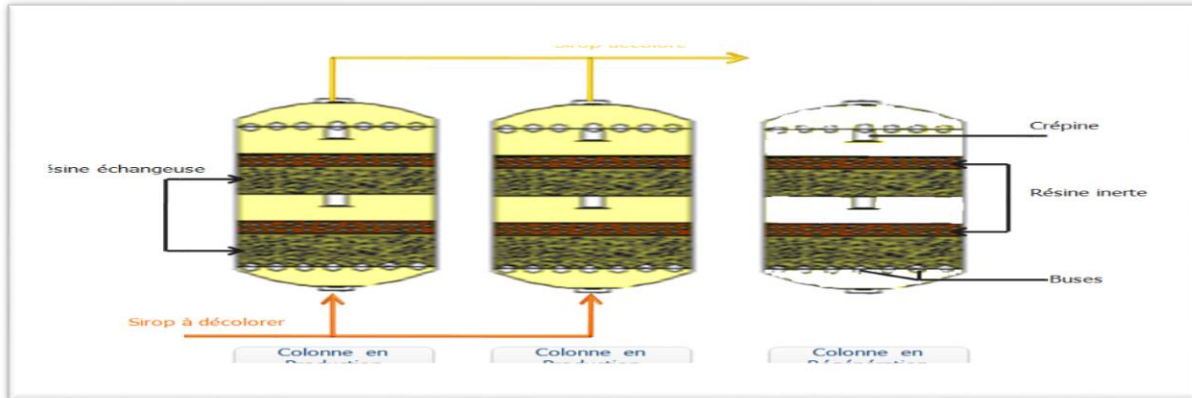


Figure 8 : Les colonnes de la résine

III.6. Evaporation

A ce niveau, la raffinade est prête à être cristallisée, mais il est intéressant de la réchauffer, et de l'évaporer afin d'augmenter son Brix de 65 à 74. Cette opération se fait dans des chaudières appelées CEFT (Corps Evaporateur à Flux Tombant). Ces dernières sont alimentées par la vapeur parvenue du bouilleur. C'est un appareil producteur de la vapeur, il est alimenté par la vapeur d'échappement issue des turboalternateurs ou de la vapeur à haute pression directement après une détente (de 41 bars à 1.5 bars) et de l'eau parvenue de la bêche chaufferie (un collecteur des condensas).

Les fluides vapeur-eau passent à contrecourant à travers un faisceau tubulaire situé en bas du bouilleur. Ainsi vaporisée, la raffinade est envoyée à la station de cristallisation[1].

III.7. Cristallisation

Le but de cette étape est de former le maximum de cristaux à partir de la liqueur standard, qui est composée de trois flux : la raffinade concentrée, l'égout riche et le sirop . La cristallisation se fait dans des appareils à cuire appelés cuites. Elle permet aussi d'enlever une grande partie d'eau et d'extraire les grains de saccharose[1].

IV. La station de désucrage des boues

La filtration est une opération dont le but est de séparer une phase continue liquide ou gazeuse des matières solides ou liquides dispersées qui y sont présentes en suspension. La filtration consiste dans le passage de la suspension à travers un milieu filtrant adéquat capable de retenir par action physique, et plus rarement chimique, les particules solides. Le milieu filtrant est constitué par des particules solides, elles-mêmes déposées sur un support qui peut être, des toiles métalliques, du sable, des gravières. Pour faciliter l'opération et augmenter la vitesse de passage du liquide, qui dépend de la perte de charge dans les canaux du milieu filtrant. On exerce une aspiration sur le filtre, ou on augmente la pression sur le liquide à filtrer.

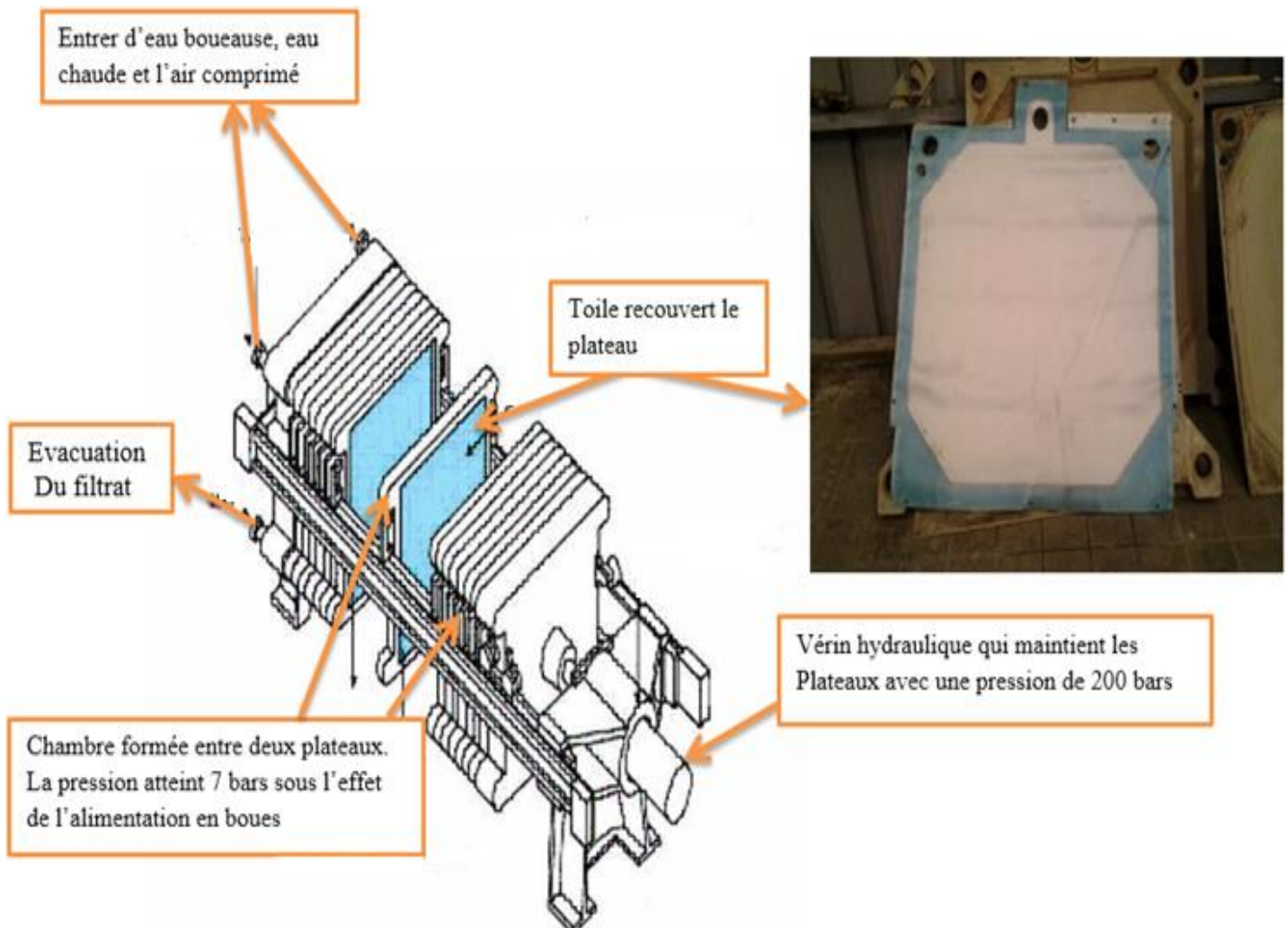
La séparation se fait grâce au milieu filtrant qui retient les particules et laisse passer le liquide. Ce liquide est appelé filtrat , et la couche de particules retenues sur le milieu filtrant est le gâteau ou tourteau.

IV.1. Les filtres presse

Les filtres presse (figure 9) sont constitués par une succession alternée de cadres et de plateaux supportés par des rails et maintenus les uns aux autres par pression. Les plateaux sont des plaques métalliques pleines dont les faces présentent des cannelures verticales afin de drainer le liquide filtré et recouvertes de toile filtrante. Les cadres ont pour but de maintenir un certain écartement entre les plateaux successifs et de donner naissance à un volume dans lequel on introduit le liquide à filtrer.

Les plateaux, cadres et la toile filtrante présentent deux orifices diagonalement opposés, qui après serrage vont former deux collecteurs. Par un des collecteurs arrive la suspension à filtrer, tandis que le deuxième sert à l'évacuation du filtrat. Le filtrat traverse la toile déposée sur les cadres, s'écoule par les rainures des plateaux et rejoint le collecteur d'évacuation.

Les particules solides, retenues par la toile, s'accumulent dans l'espace compris entre deux plateaux et forment ce que l'on appelle un gâteau. Lorsque les espaces sont remplis de solide, les gâteaux sont recueillis en faisant cesser la pression exercée sur les cadres et les plateaux. La pression de service peut aller habituellement de 2 à 7 bars [2].



IV.2. Description de la station de désucrage des boues

La station de désucrage des boues (Figure 10) a pour but, l'élimination de la boue contenue dans l'eau boueuse, sous forme des tourteaux, afin de récupérer une eau sucrée qui est recyclée et mélangée en amont avec le sucre brut au niveau de l'étape de l'affinage. La station contient deux filtre-presse qui fonctionnent en alternance. L'eau boueuse est stockée dans un bac de 35 m³ qui alimente les deux filtres presse à l'aide d'une pompe centrifuge. Le filtrat est récupéré dans un bac de 25 m³ alors que les tourteaux sont déchargés dans un terrain au-dessous des filtres presses afin de les charger et les transporter par des camions. L'eau de lavage et de nettoyage est stockée dans un bac de 25 m³ et pompée à travers des filtres avant son utilisation au niveau des filtres-presse.

La station offre de l'air comprimé à l'aide de deux compresseurs qui alimentent un réservoir d'air comprimé de 10 m³ en passant par des sècheurs frigorifiques[2].



Figure 10 : La station de désucrage des boues

IV.3. Déroulement technologique de la filtration par les filtres presse.

➤ Remplissage et filtration

Pendant la filtration, les boues entrent dans le filtre presse. Après avoir atteint la quantité de boues réglable, les filtrats commencent à s'évacuer vers le bac à filtrats.

Lors de la filtration, une quantité minimum de matière sèche doit être pompée dans le filtre presse afin d'éviter un endommagement des membranes. Si pendant la filtration, la quantité de boues fixée n'est pas atteinte, les membranes ne seront pas gonflées lors du cycle, l'alarme se déclenche et la filtration est terminée.

➤ Désucrage

Les boues résiduelles dans le canal en fin de filtration sont rincées à l'eau qui rentre dans le filtre-presse. Les boues se trouvant dans le filtre presse sont chassés vers le bac à filtrats par les sorties filtrats.

➤ Compactage préliminaire

Les membranes sont gonflées à l'air comprimé à une pression auparavant sélectionnée (2.5 bar). Cette pression est maintenue durant un temps réglable. Les filtrats extraits des tourteaux s'écoulent vers le bac à filtrats.

➤ Compactage intermédiaire

Après écoulement du temps de compactage préliminaire sélectionné, la pression de gonflage des membranes augmente à 4.5 bars, cette pression est maintenue durant un temps réglable. Les filtrats extraits des tourteaux s'écoulent vers le bac à filtrats.

➤ Lavage des tourteaux

Une quantité d'eau de lavage déterminée est pompée dans le filtre presse. Dans cette étape l'eau ne peut sortir du PKF qu'en traversant tous les tourteaux.

Le sucre encore présent dans le tourteau est ainsi extrait par l'eau. Les filtrats de lavage du tourteau sont conduits vers le bac à filtrats. La pression de l'eau et son débit sont réglables par la vitesse de rotation de la pompe.

Le temps de lavage du tourteau est contrôlé. Ce temps de contrôle est réglable et déclenche une alarme si la quantité d'eau de lavage fixée n'a pas traversé le tourteau dans le laps de temps imposé

➤ Compactage final

Durant cette étape, la pression de gonflage des membranes augmente à 6.5 bars. Les filtrats extraits des tourteaux sous l'effet de la pression s'écoulent vers le bac à filtrats.

➤ Séchage des tourteaux

Dans cette étape, de l'air comprimé rentre dans le filtre presse. Cet air comprimé ne sort du filtre presse qu'en traversant obligatoirement tous les tourteaux. A la sortie du filtre presse, l'air comprimé est conduit vers un hydrocyclone au-dessus du bac à boues.

➤ Purge du canal à l'eau boueuse

Dans cette étape, le canal à l'eau boueuse est nettoyé à l'air comprimé. L'air entre dans le filtre presse, puis au bout du canal à l'eau boueuse sur la pièce de queue du filtre presse. Après avoir traversé le canal à l'eau boueuse, l'air sort du filtre presse sur la pièce de tête et est conduit vers l'hydrocyclone au-dessus du bac à boues. La durée du nettoyage du canal à l'eau boueuse est contrôlée.

➤ Séchage du canal à l'eau boueuse

Une fois la durée de purge du canal à l'eau boueuse écoulée, ce canal est séché à l'air qui rentre directement dans le canal à l'eau boueuse à partir de la pièce de tête, l'air introduit sort du filtre presse, puis est conduit vers l'hydrocyclone au-dessus du bac à boues.

➤ Mise à l'atmosphère et débâtissage du filtre

En fin de cycle de filtration a lieu la détente d'air des membranes et toutes les sorties filtrats sont ouvertes. Le filtre presse reste environ 10 secondes avec les vannes ouvertes afin de réduire la pression résiduelle. En fin d'étape de mise à l'atmosphère du filtre presse, la pression hydraulique est réduite et le filtre-presse débâti. Le cycle se termine à la fermeture des panneaux d'égouttures[2].

IV.4. Le nettoyage et la régénération des toiles de filtration :

Le nettoyage des toiles de filtration peut être effectué par jet d'eau à haute pression à l'aide du dispositif de lavage automatique (pont laveur) pour éliminer les tourteaux résiduels.

Si ce nettoyage s'avère insuffisant pour éliminer les dépôts de CaCO_3 sur les toiles, on procède à la régénération à la solution d'acide chlorhydrique.

Pour effectuer le nettoyage par jet d'eau à haute pression, il faut cumuler le filtre presse du mode de marche automatique en mode semi-automatique, pour éviter le colmatage des buses de pulvérisation par des impuretés contenues dans l'eau de lavage, cette dernière est filtrée sur des filtres à cartouche Putsch (seuil de filtration $200\ \mu\text{m}$).

En mode de marche semi-automatique on avance étape par étape jusqu'à l'ouverture d'ensemble des plateaux et on démarre ensuite le lavage automatique.

La régénération des toiles de filtration à la solution d'acide chlorhydrique est nécessaire en cas de constat d'une baisse de rendement du filtre-presse ou si le lavage à Haute pression des toiles n'apporte pas d'amélioration notable. Il faut préparer la solution 5% d'acide chlorhydrique dans un bac indépendant en mélangeant 2590 litre d'eau et 470 litre d'acide chlorhydrique concentré (37%) et il faut ajouter préalablement 2 kg d'agent anticorrosion (lithosolvent) dans l'eau.

Après l'ouverture des plateaux on démarre ensuite le lavage automatique, il faut rincer à l'eau le filtre-presse et les tuyauteries après évacuation de la solution d'acide [2].

V. Service laboratoire

Le laboratoire constitue un organe essentiel dans une raffinerie étant donné qu'il se charge d'un suivi rigoureux de plusieurs paramètres rentrant dans la production pour garantir au client un produit de qualité. Pour cela, ce service a le pouvoir d'accepter ou de refuser tout arrivage de sucre brut s'il ne répond pas aux exigences requises dans le cahier de charge, comme il a le pouvoir de suspendre la chaîne de production s'il le juge nécessaire.

L'activité de contrôle s'effectue soit de manière directe et touche les différentes étapes du raffinage partant du sucre brut jusqu'au sucre raffiné en passant par les produits intermédiaires (sirop, commune, masse cuite etc.), soit de manière indirecte exerçant sur d'autres produits dont la chaux, ou encore sur l'hygiène tel que les produits de désinfection. Ce contrôle s'exerce également sur tous les produits fournis à la COSUMAR et ce dans un but de s'assurer de leur correspondance aux conditions préétablies dans le contrat tel que la vérification de la concentration de certains produits (soude, etc...). La décision du laboratoire est prise en considération aussi bien par les responsables de la production (chef d'unité, ouvrier etc...) que par les autres services[1].

L'unité du laboratoire est divisée en trois sections :

- Laboratoire des analyses des eaux.
- Laboratoire des analyses physico-chimiques.
- Laboratoire des analyses microbiologique.

V.1. Laboratoire des analyses de l'eau

L'eau est utilisée par les chaudières en vue de produire de l'électricité et de la quantité de vapeur destinée à la fabrication, pour cette raison l'analyse de l'eau s'avère très importante.

Le laboratoire assure ce contrôle par les analyses :

- pH.
- La dureté hygrométrique : (teneur en calcium et magnésium).
- Le titre alcalimétrique simple : TA.

- Titre alcalimétrique complet : TAC.
- Dosage du chlore (Cl_2).
- Dosage de la silice, des phosphates et des sulfates.

V.2. Laboratoire de biologie

Les analyses bactériologiques ont pour but de :

- Détecter la présence des microorganismes susceptibles de causer des ennuis au niveau du stockage, fabrication et consommation de sucre.
- Détermination quantitative et qualitative des différentes espèces bactériennes afin de minimiser les pertes de sucre (dégradation du saccharose) due à la présence des microorganismes.

V.3. Laboratoire des analyses chimiques

Les analyses effectuées au sein de cette section sont faites de manière à suivre la qualité du sucre au cours de sa fabrication jusqu'aux dernières étapes en s'appuyant sur les modes opératoires recommandés par l'ICUMSA : Commission Internationale d'Uniformisation d'Analyse du Sucre [3].

Le suivi de la qualité du sucre est assuré par les analyses suivantes :

- La détermination du brix.
- La teneur en saccharose.
- La pureté.
- La teneur en cendres.
- L'humidité.
- Le pH.
- La coloration.
- La teneur en glucose.
- La teneur en dioxyde de soufre.

Chapitre 2

Optimisation des paramètres du fonctionnement des filtres presse par les plans d'expérience

I. Formalisation du problème :

❖ Présentation de l'étude et définition de l'objectif

Les eaux boueuses provenant de l'étape de l'épuration contiennent en plus des impuretés précipitées du sucre en solution qu'il faut récupérer. Les boues sont desuées dans les filtres presse PKF automatique à membrane, ce qui va nous permettre d'obtenir du filtrat qui correspond à l'eau sucrée qu'on va l'utiliser dans le fondoir dans l'étape de l'affinage, et les tourteaux qui vont être déchargés et sur lesquels s'effectuent de façon journalière des analyses Quantitative de taux d'humidité et du pourcentage de sucre. Les recommandations fixées par l'entreprise en ce qui concerne ces 2 paramètres sont :

- ✓ Taux d'humidité = 30%
- ✓ pourcentage de sucre = 0,1%

L'optimisation des paramètres du fonctionnement des filtres presse a pour objectif la réduction du taux d'humidité et le taux de sucre dans les tourteaux, pour atteindre cet objectif un suivi du taux d'humidité et du pourcentage de sucre dans les tourteaux s'avère essentiel.

I.1. Le Suivi de l'humidité des tourteaux :

pour réaliser cette étude 8 échantillons des tourteaux ont été prélevés sur une durée de 6 jours.

❖ détermination du taux d'humidité :

- On fait chauffer au préalable les capsules de pesée ainsi que leur couvercle environ 30 minutes à l'étuve.
- On les sort et on les laisse refroidir dans un dessiccateur avant de les peser à la précision de 0,0001 g.
- On ajoute 100 g de chaque échantillon dans les capsules (tarées) par la balance de précision.
- On place les couvercles sous les capsules et on introduit le tout dans l'étuve ($105 \pm 1^\circ\text{C}$), en prenant soin de les tenir éloignées de la paroi contenant l'élément chauffant.
- Le séchage dure 3 heures ($\pm 5\text{min}$). Une fois ce temps écoulé, on remet les couvercles et les capsules sont transférées dans le dessiccateur pour les refroidir à la température ambiante avant la pesée.
- La perte en humidité est exprimée en pourcentage de la masse de l'échantillon avant l'analyse [3].

$$\% \text{ d'humidité} = \frac{m_3 - m_2}{m_2 - m_1} \times 100$$

m_1 : masse de l'ensemble (capsule+couvercle.)

m_2 : masse de l'ensemble (capsule +couvercle + sucre) avant séchage.

m_3 : masse de l'ensemble (capsules + couvercle +sucre) après séchage

❖ Les résultats du suivi du taux d'humidité :

Les résultats obtenus lors de la réalisation du suivi du taux d'humidité sont présentés dans le tableau 3 et la figure 11.

Tableau 3 : Le taux d'humidité des tourteaux

L'échantillon	la situation actuelle (avant l'optimisation)	Recommandation
1	38%	30%
2	40%	
3	38%	
4	40%	
5	39%	
6	37%	
7	41%	
8	36%	

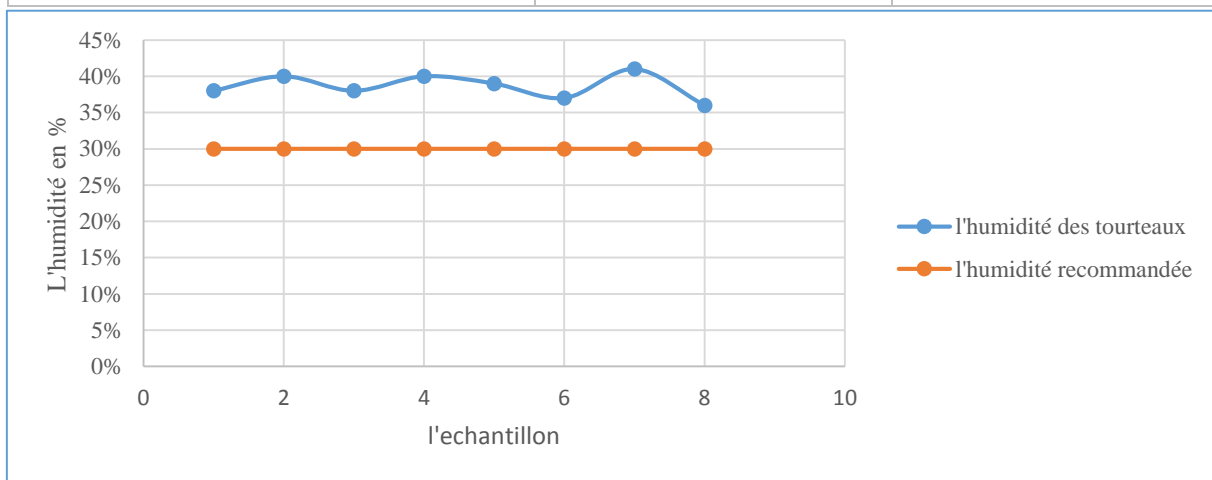


Figure 11 : Le taux d'humidité des tourteaux

Cette étude a montré que l'humidité des tourteaux varie entre 36 % à 41 % valeur élevée par rapport à la valeur recommandée de 30 % . Il y'a donc un dysfonctionnement des filtres presse.

I.2. Le Suivi du pourcentage de sucre dans les tourteaux :

Pour déterminer le taux de sucre dans les tourteaux on a pris 8 échantillons des tourteaux déchargés après filtration dans la station de désucrage des boues dans une période de 3 jours.

❖ Détermination de la teneur en sucre

- À partir de la solution sucrée (ou l'échantillon), on prépare une solution diluée à 50%
- On prend 52 g à laquelle on ajoute 20 ml de tétra borate de sodium (pour permettre un bon passage de la lumière à travers le saccharose) et 20 ml d'une solution d'acétate de plomb (ce dernier va retenir les impuretés pouvant se trouver dans l'échantillon).
- Le tout est introduit dans une fiole jaugée à 200 ml.
- On complète le volume avec de l'eau distillée et un peu d'alcool pour éliminer la mousse formée.
- On filtre alors le mélange à travers de la terre filtrante pour rendre limpide la solution que l'on mettra dans le polarimètre.
- Dans le saccharimètre, la solution est traversée par une lumière polarisée, qui selon la concentration en saccharose sera déviée, cette déviation est lue par une cellule photoélectrique et les résultats sont affichés sur un écran [3] .

❖ Les résultats du suivi du pourcentage de sucre :

Les résultats obtenues lors de la réalisation du suivi du pourcentage de sucre sont présentés dans le tableau 4 et la figure 12.

Tableau 4 : Le pourcentage de sucre dans les tourteaux

L'échantillon	La situation actuelle (avant l'optimisation)	Recommandation
1	2,40%	0,10%
2	3,10%	
3	2,80%	
4	1,80%	
5	4,12%	
6	2,33%	
7	2,10%	
8	2,90%	

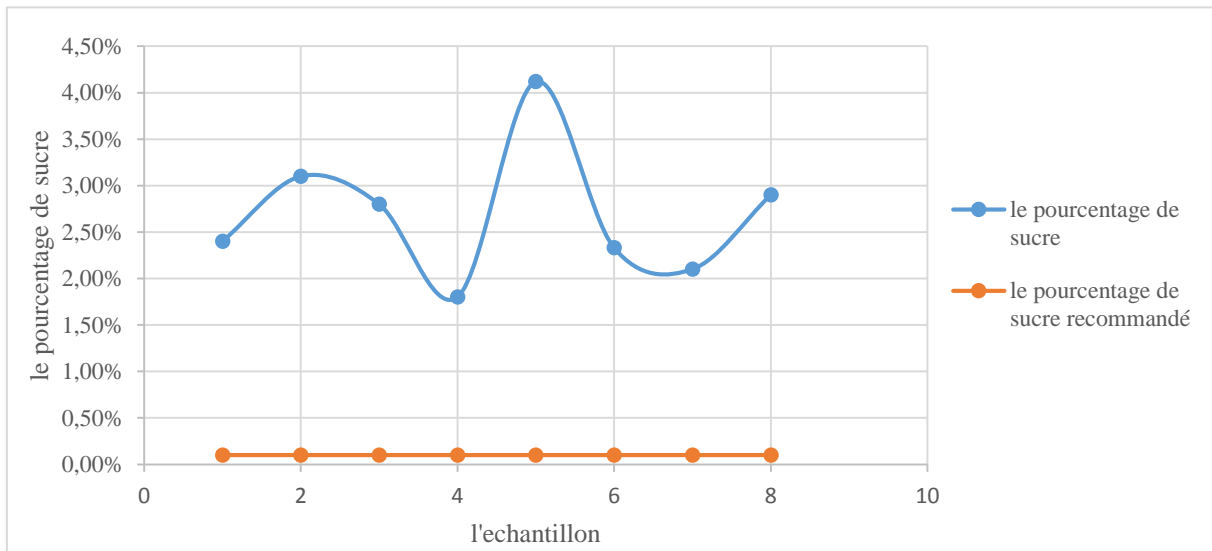


Figure 12 : Le pourcentage de sucre dans les tourteaux

le pourcentage de sucre dans les tourteaux est très élevée par rapport à la valeur recommandée qui est de 0,1%, ce qui indique la présence d'un problème lors du fonctionnement des filtres presse.

Conclusion

Le suivi de ces analyses a montré que les exigences fixées sont largement dépassées, le taux d'humidité =40 % en moyenne et le pourcentage de sucre =2,7 % en moyenne. Ceci prouve des pertes en sucre, en eau et en énergie, une optimisation des paramètres du fonctionnement des filtres presse s'impose, pour réaliser cette optimisation on a opté pour les plans d'expérience.

L'objectif de notre étude est d'obtenir un pourcentage de sucre =0,1% et un taux d'humidité =30 %.

II. Généralités sur les plans d'expérience :

La méthode des plans d'expériences cherchera à déterminer et à établir les liens existant entre 2 types de variables :

- la réponse : grandeur physique étudiée.
- les facteurs : grandeurs physiques modifiables par l'expérimentateur, sensées influencer sur les variations de la réponse.

Aussi elle vise bien à comprendre les relations liant la réponse avec les facteurs, et celles liant les facteurs entre eux. Pour cela, la solution proposée consiste dans tous les cas à établir un modèle, exprimant la réponse en fonction des facteurs. Pour bâtir ce modèle, il faut appréhender ces variations. Celles-ci sont déduites des résultats de séries d'expériences, c'est-à-dire de plusieurs configurations pour lesquelles les valeurs des facteurs sont différentes[4].

La réalisation d'un plan revient à déterminer la valeur de la fonction réponse pour ces N configurations. Une relation de modélisation est déduite.

Les objectifs des plans d'expériences sont :

- Diminuer le nombre d'essais.
- Connaitre les effets des paramètres.
- Déduire les paramètres influents.
- Evaluer les interactions entre les paramètres.
- Avoir une meilleure précision sur les résultats.
- Etablir une modélisation mathématique de la réponse.

Les deux principales utilisations possibles de la méthode des plans d'expériences sont :

- ❖ La méthodologie de criblage (screening)
- ❖ La méthodologie des surfaces de réponse (MSR)

Une dépendance fondamentale existe entre l'objectif recherché (screening ou MSR) et la définition du plan d'expériences. Cependant, dans les deux cas, les étapes de la démarche se déroulent dans un ordre similaire à savoir :

- Définition des facteurs.
- Définition du domaine expérimental.
- Construction du plan d'expériences.
- Expérimentation.
- Analyse mathématique des résultats .
- Analyse statistique du modèle.
- Analyse graphique du modèle.
- Validation du modèle et des informations obtenues [4].

III. Plan de Criblage

Dans notre étude l'objectif de ce plan est de sélectionner les facteurs les plus influents à partir des facteurs contrôlables sur le pourcentage de sucre et l'humidité dans les tourteaux et aussi la détermination du poids de chaque facteur. Il s'agit d'une étude préliminaire devant servir à préparer un plan d'optimisation.

Le modèle mathématique adopté au départ de l'étude est un modèle linéaire du 1^{er} degré :

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + \dots + b_n X_n$$

III.1. Détermination des facteurs :

La stratégie adoptée pour la détermination des facteurs est la suivante :

- Réaliser un Brainstorming : afin de rassembler tous les facteurs pouvant influencer sur le pourcentage de sucre et d'humidité dans les tourteaux.
- Etablir un diagramme d'Ishikawa : pour classer les facteurs collectés selon les 5M « Matière, Main d'œuvre, Matériel, Méthode, Milieu ».
- La sélection des facteurs contrôlable et incontrôlable.

❖ Brainstorming :

Le Brainstorming est une méthode permettant de produire un maximum d'idées en un minimum de temps. Il est utilisé pour résoudre un problème en recherchant les causes et les solutions possibles.

Au cours de notre diagnostic de la station de désucrage des boues. On a réalisé un Brainstorming afin de rassembler les différentes causes et les facteurs pouvant influencer sur le pourcentage de sucre et de l'humidité. On a pu relever les causes suivantes :

- L'eau de désucrage.
- L'eau de lavage .
- Les compresseurs d'air.
- Les toiles de filtration.
- Le lait de chaux.
- La procédure de nettoyage.
- Les temps de compactage.
- La température de l'eau de désucrage.
- Le blocage des orifices.
- Le manque de formation.
- Le temps de séchage tourteaux.

Pour mieux regrouper ces causes on trace un diagramme d'ISHIKAWA.

❖ Diagramme d'Ishikawa

Le diagramme d'Ishikawa est également appelé diagramme causes-effet, le diagramme en arête de poisson ou la méthode des 5M. C'est un outil graphique qui permet de visualiser et d'analyser le rapport existant entre un problème (effet) et toutes ses causes possibles. Au cours de l'élaboration de ce diagramme on a fait un classement des causes selon la catégorie dont elles font partie (figure 13 et 14).

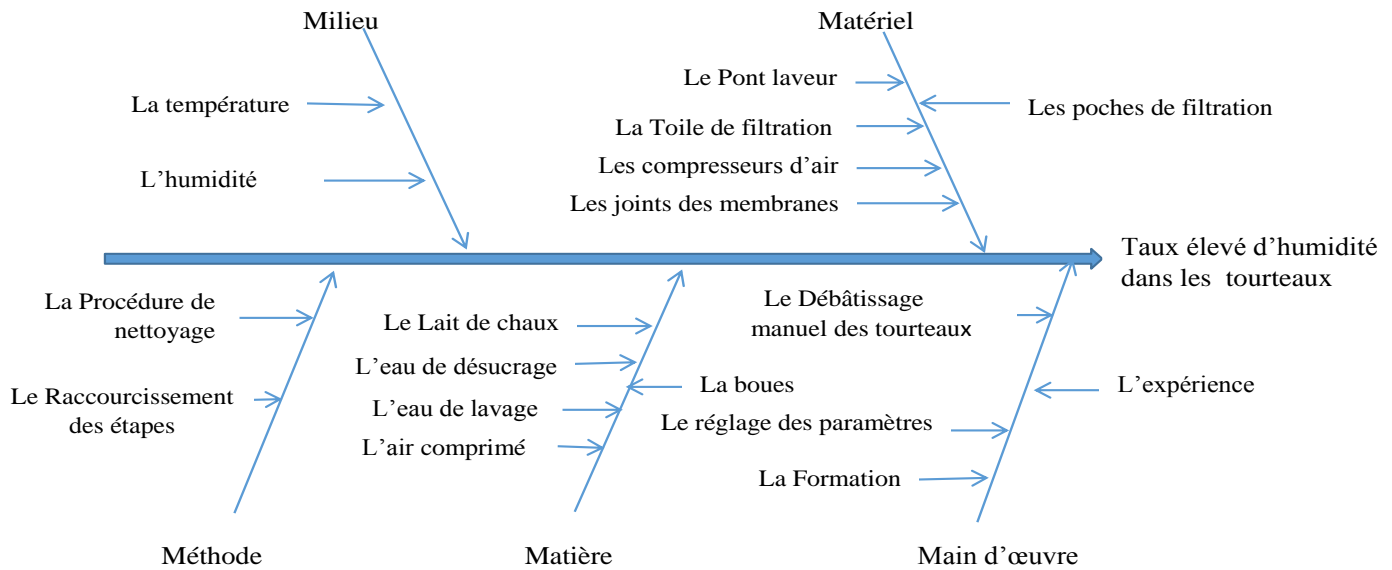


Figure 13 : Causes pouvant augmenter l'humidité des tourteaux

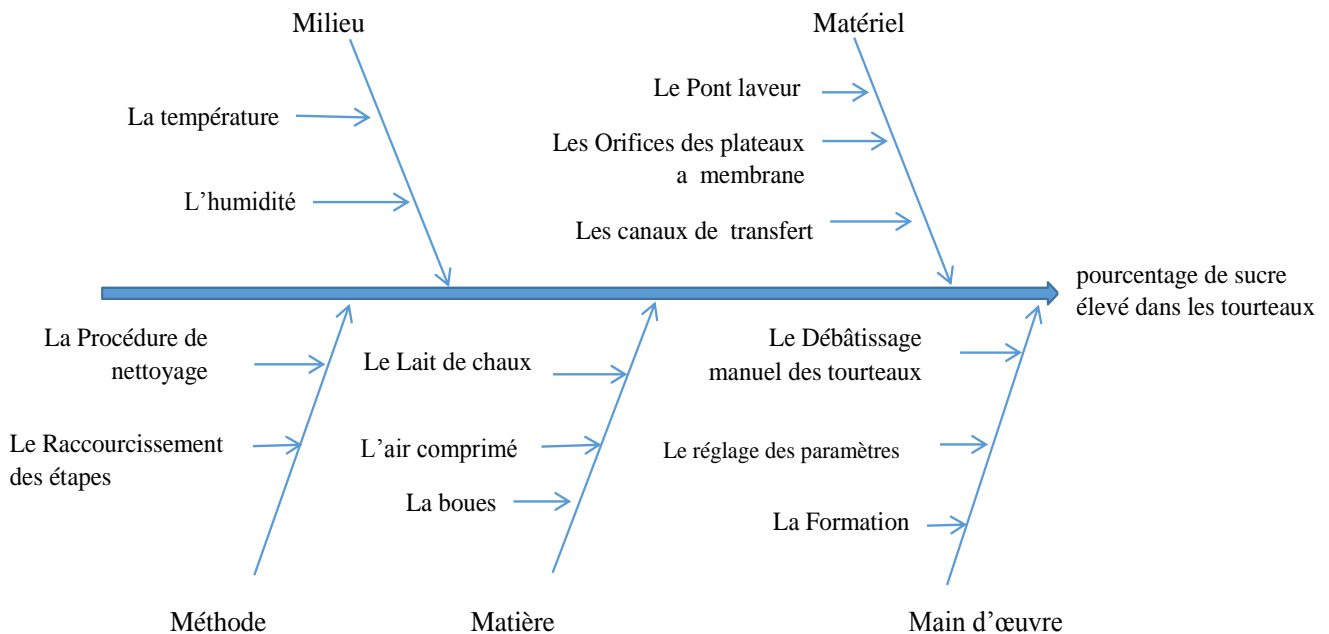


Figure 14 : Causes pouvant augmenter le pourcentage de sucre des tourteaux

❖ Les facteurs ayant un impact sur la réponse :

Les facteurs contrôlables :

- La pression maximal boues.
- La quantité d'eau de désucrage.
- Le débit d'eau de désucrage.
- Le temps de compactage préliminaire.
- Le temps de compactage intermédiaire.
- Le temps de compactage final .
- La quantité d'eau de lavage tourteaux.
- Le débit d'eau de lavage tourteaux.
- La pression d'eau de lavage tourteaux.

- Le temps de séchage tourteaux.

Les facteurs incontrôlables :

- La présence des impuretés contenues dans l'eau de lavage ce qui permet le colmatage des de pulvérisation du pont laveur.
- Le manque de formation du personnel.
- La température de l'eau de désucrage.
- La variation des proportions de composition de lait de chaux d'une période à une autre.
- La durée de vie des équipements et leur entretien.
- La durée de vie des toiles de filtration.
- La pression du compresseur d'air.
- Le blocage des orifices d'écoulement des filtrats.
- La variation de la température du fonctionnement des filtres presse.
- Le taux de la matière en suspension élevée dans les boues.
- La défektivité des membranes.
- Le dépôt de boues au niveau des points de transfert des tourteaux (les canaux).
- La présence des gouttelettes d'eau dans l'air comprimé.

Avec l'équipe de la COSUMAR nous avons retenu 10 paramètres et on a fixé leur domaine d'étude en se basant sur les critères suivants :

- l'expérience du groupe de travail
- l'impact des variations du domaine sur le fonctionnement des filtres presse à long terme (dégâts) .
- les consignes des paramètres indiqués dans le manuel d'utilisation.
- l'étude technique a réalisée sur les filtres presse.

Ces critères nous ont permis de choisir les facteurs ainsi que leur domaine expérimental .Ils sont regroupés dans le tableau 5.

Tableau 5 : Les facteurs et leur domaine expérimental

X	Facteur	unité	Niveau (-)	Niveau (+)
X ₁	Pression boues	bar	4	5
X ₂	Quantité d'eau de désucrage	m ³ /h	2	4
X ₃	Débit d'eau de désucrage	m ³ /h	20	60
X ₄	Temps de compactage préliminaire	S	20	70
X ₅	Temps de compactage intermédiaire	S	30	80
X ₆	Temps de compactage final	S	60	110
X ₇	Quantité d'eau pour lavage tourteaux	m ³	1	3
X ₈	Débit d'eau de lavage tourteaux	m ³ /h	20	60
X ₉	Pression d'eau de lavage tourteaux	bar	3	5
X ₁₀	Temps de séchage tourteaux	S	50	150

III.2. Construction de la matrice d'expérience :

Dans notre étude on a besoins de déterminer 11 inconnues : la constante (b_0) et les dix effets principaux. Il faut donc au moins 11 essais. Le plan classique le plus proche qui va nous permettre de réaliser ces essais est un plan de Plackett et Burman (ou LA MATRICE D'HADAMARD) de 12 essais (tableau 6).

Les plans de Plackett et Burman sont des plans qui ne permettent de déterminer que les effets principaux des facteurs. Ils ne permettent pas d'évaluer les interactions. Toutes les interactions sont donc supposées nulles avant même l'expérimentation.

Tableau 6 : La matrice d'expérience (matrice d'Hadamard)

N°Exp	Pression boues	Quantité d'eau de désucrage	Débit d'eau de désucrage	Temps de compactage préliminaire	Temps de compactage intermédiaire	Temps de compactage final	Quantité d'eau pour lavage tourteaux	Débit d'eau de lavage tourteaux	Pression d'eau de lavage tourteaux	Temps séchage tourteaux
1	1	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1
2	-1	1	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1
3	1	-1	1	1	-1	1	1	1	-1	-1
4	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	1	-1
5	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	1
6	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1
7	1	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1
8	1	1	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1
9	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	1	1
10	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	1
11	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1
12	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1

❖ Plan d'expérimentation

Le plan réalisé a pour objectif de connaître la réponse (pourcentage de sucre et d'humidité dans les tourteaux) en fonction de la variation des différents facteurs. Chaque facteur varie comme illustre le tableau 7 ci-dessous :

Tableau 7 : Le plan d'expérimentation

N°Exp	Pression boues	Quantité d'eau de désucrage	Débit d'eau de désucrage	Temps de compactage préliminaire	Temps de compactage intermédiaire	Temps de compactage final	Quantité d'eau pour lavage tourteaux	Débit d'eau de lavage tourteaux	Pression d'eau de lavage tourteaux	Temps séchage tourteaux
1	5	4	30	70	80	100	1	30	3.5	150
2	4	4	70	20	80	100	3	30	3.5	50
3	5	2	70	70	30	100	3	70	3.5	50
4	4	4	30	70	80	50	3	70	5.5	50
5	4	2	70	20	80	100	1	70	5.5	150
6	4	2	30	70	30	100	3	30	5.5	150
7	5	2	30	20	80	50	3	70	3.5	150
8	5	4	30	20	30	100	1	70	5.5	50
9	5	4	70	20	30	50	3	30	5.5	150
10	4	4	70	70	30	50	1	70	3.5	150
11	5	2	70	70	80	50	1	30	5.5	50
12	4	2	30	20	30	100	1	30	3.5	150

III.3. Résultat des essais :

La méthodologie adaptée lors de la réalisation des essais est la suivante :

- Le prélèvement de l'échantillon se réalise en 4 parties différentes de la machine. Les 4 échantillons prélevés seront mélangés pour obtenir un seul échantillon représentatif.
 - Les échantillons des essais du taux de sucre sont collectés dans une période courte de 6 jours, pour éviter l'influence de la variation de la qualité du sucre contenu dans l'eau boueuse sur les résultats des essais .
 - La réalisation des analyses du taux de sucre est faite dans une période courte de 4 jours pour éviter la dégradation de la molécule du saccharose par la diminution du pH de l'échantillon (pH<7) ou par la formation des bactéries .
 - La réalisation des analyses du taux d'humidité est faite directement après le prélèvement de l'échantillon pour éviter l'élimination de l'humidité libre avant de procéder aux analyses .
- Les résultats des essais sont regroupés dans le tableau 8.

Tableau 8 : Les résultats des expériences

N° expérience	Taux d'humidité (%)	pourcentage de sucre (%)
1	34.20	0,5
2	40.49	0,43
3	41.91	1,84
4	42.66	0,98
5	35.10	1,23
6	33.87	1,41
7	34.12	1,16
8	39.64	1,22
9	32.10	0,22
10	33.74	0,2
11	39.83	3,08
12	40.10	3,2

Une fois la réponse connue, nous pouvons alors interpréter les résultats obtenus en passant par une analyse mathématique qui a pour but de déterminer les coefficients des modèles.

III.4. Analyse mathématique des résultats d'essai :

Dans le cas des plans de criblage, l'analyse mathématique des résultats consiste seulement à déterminer les p inconnus du modèle.

Le modèle mathématique postulé est un simple modèle polynomial ne faisant intervenir que les termes du premier degré :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_4X_4 + b_5X_5 + b_6X_6 + b_7X_7 + b_8X_8 + b_9X_9 + b_{10}X_{10}$$

Pour déduire les p inconnus du modèle on utilise le logiciel nemrodw.

➤ Le pourcentage de sucre :

Les estimateurs b_i obtenue par le concept des coefficients sont reportés dans le tableau 9 en introduisant au logiciel nemrodw les résultats présentés dans le tableau 8.

Tableau 9 : Estimation des coefficients du modèle de la réponse : pourcentage de sucre

	coefficient	valeur
la moyenne	b0	1.289
Pression boues	b1	0.048
Quantité d'eau de désucrage	b2	-0.698
Débit d'eau de désucrage	b3	-0.123
Temps de compactage préliminaire	b4	0.046
Temps de compactage intermédiaire	b5	-0.059
Temps de compactage final	b6	-0.184
Quantité d'eau de lavage tourteaux	b7	-0.282
Débit d'eau de lavage tourteaux	b8	-0.184
Pression d'eau de lavage tourteaux	b9	0.067
Temps de séchage tourteaux	b10	-0.502

❖ **Conclusion :**

Le modèle mathématique postulé dans l'étude du pourcentage de sucre est le suivant :

$$Y=1,289+0,048X_1-0,698X_2-0,123X_3+0,046X_4-0,059X_5-0,184X_6-0,282X_7-0,184X_8+0,067X_9-0,502X_{10}$$

➤ **Le taux d'humidité :**

De même, pour la réponse du taux d'humidité, les coefficients du modèle obtenu (calcul du logiciel nemrodw) sont reportés dans le tableau 10.

Tableau 10 : Estimation des coefficients du modèle de la réponse : taux d'humidité

	coefficient	valeur
la moyenne	b0	37.313
Pression boues	b1	-0.347
Quantité d'eau de désucrage	b2	-0.175
Débit d'eau de désucrage	b3	-0.118
Temps de compactage préliminaire	b4	0.388
Temps de compactage intermédiaire	b5	0.420
Temps de compactage final	b6	0.222
Quantité d'eau de lavage tourteaux	b7	0.212
Débit d'eau de lavage tourteaux	b8	0.548
Pression d'eau de lavage tourteaux	b9	-0.113
Temps de séchage tourteaux	b10	-3.458

Le modèle mathématique postulé dans l'étude du taux d'humidité est le suivant :

$$Y=37.313-0.347X_1-0.175X_2-0.118X_3+0.388X_4+0.42X_5+0.222X_6+0.212X_7+0.548X_8-0.113X_9-3.458X_{10}$$

Une fois les modèles déterminés, nous pouvons alors réaliser des analyses statistiques et graphiques de ces derniers pour orner l'effet de chaque facteur et déterminer ceux qui ont un effet significatif.

III.5. Analyse statistique et graphique du modèle :

L'analyse statistique et graphique représente une aide à l'interprétation des résultats. Dans le cas présent, cette analyse permet d'identifier les effets probablement significatifs des facteurs, en faisant appel à la mise en œuvre des tests statistiques et des outils graphiques qui nous ont permis de classer les facteurs selon leur influence sur la réponse étudiée. Ce sont donc des procédures bien définies qui permettent de traduire la pertinence d'un modèle et le caractère significatif des effets moyens.

❖ Le test de student

On rappelle que l'incertitude sur les coefficients est donnée par la formule :

$$\beta_{i=} \mp t \sqrt{\text{var}(b_i)}$$

Avec t, la valeur de student au risque 5% qui nous donnera la valeur d'un t expérimentale associée à chacun des coefficients. Cette analyse statistique des coefficients est basée sur l'hypothèse nulle suivante :

H_0 : le coefficient b_i est nul

La probabilité associée à cette hypothèse nous permet d'obtenir le pourcentage associé à l'hypothèse nulle (H_0).

❖ Le graphe des effets moyens

La construction du tracé des effets moyens utilise les valeurs des coefficients reportés dans leurs statistiques, présentée sous forme de diagramme en bâtons. La surface de chaque bâton est proportionnelle à la valeur de l'effet de ce facteur sur la variation de la réponse. Sur ce diagramme les limites de confiance indiqués par 2 droites correspond au seuil de signification des facteurs étudiés .

➤ Le pourcentage en sucre

Les statistiques des coefficients sont regroupés dans le tableau 11 .

Tableau 11 : Les statistiques des coefficients pour la réponse : pourcentage de sucre

R^2			0.998	
R^2_A			0.982	
Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	1.289	0.039166667	32.91	1.93 *
b1	0.048	0.039166667	1.21	43.9
b2	-0.698	0.039166667	-17.81	3.57 *
b3	-0.123	0.039166667	-3.13	19.7
b4	0.046	0.039166667	1.17	45.0
b5	-0.059	0.039166667	-1.51	37.2
b6	-0.184	0.039166667	-4.70	13.3
b7	-0.282	0.039166667	-7.21	8.8
b8	-0.184	0.039166667	-4.70	13.3
b9	0.067	0.039166667	1.72	33.5
b10	-0.502	0.039166667	-12.83	4.95 *

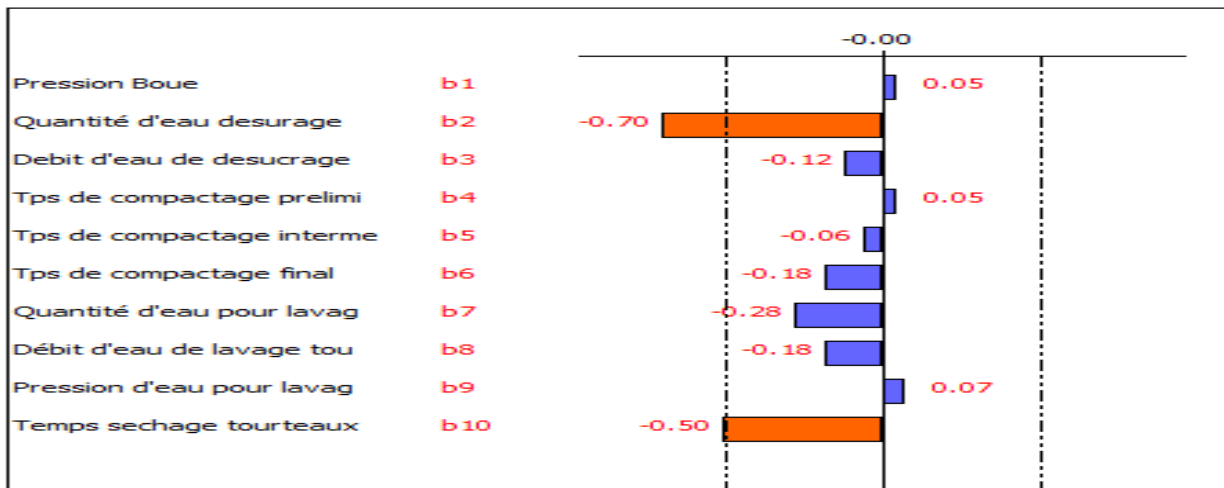


Figure 15 : Le graphe des effets moyens de la réponse : pourcentage de sucre

▪ **Interprétation :**

Pour la réponse pourcentage de sucre, le tracé de la figure 15 et le tableau 11 montre que les facteurs ayant un effet significatif (seuil de signification proche de 5%) sont:

-La quantité d'eau de désucrage a le plus grand effet négatif sur la variation du pourcentage de sucre.

-Le temps de séchage tourteaux a un effet négatif sur la variation du pourcentage de sucre.

-La quantité d'eau nécessaire pour le lavage a un seuil de significativité qui est égale à 8%. Il est proche de 5% et selon le tracé des effets moyens son effet est important. Le groupe de travail et les opérateurs nous ont confirmé selon leurs expériences, l'effet important de la quantité d'eau nécessaire pour le lavage qui présente un effet négatif sur la variation du pourcentage de sucre.

➤ **Le taux d'humidité :**

Les statistiques des coefficients (calcul du logiciel Nemrodw) sont reportés dans le tableau 12.

Tableau 12 : Les statistiques des coefficients de la réponse : Taux d'humidité

R2		0.990		
R2A		0.887		
Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	37.313	0.365	102.23	0.623 **
b1	-0.347	0.365	-0.95	51.6
b2	-0.175	0.365	-0.48	71.5
b3	-0.118	0.365	-0.32	80.0
b4	0.388	0.365	1.06	48.0
b5	0.420	0.365	1.15	45.5
b6	0.222	0.365	0.61	65.3
b7	0.212	0.365	0.58	66.5
b8	0.548	0.365	1.50	37.4
b9	-0.113	0.365	-0.31	80.8
b10	-3.458	0.365	-9.47	6.7

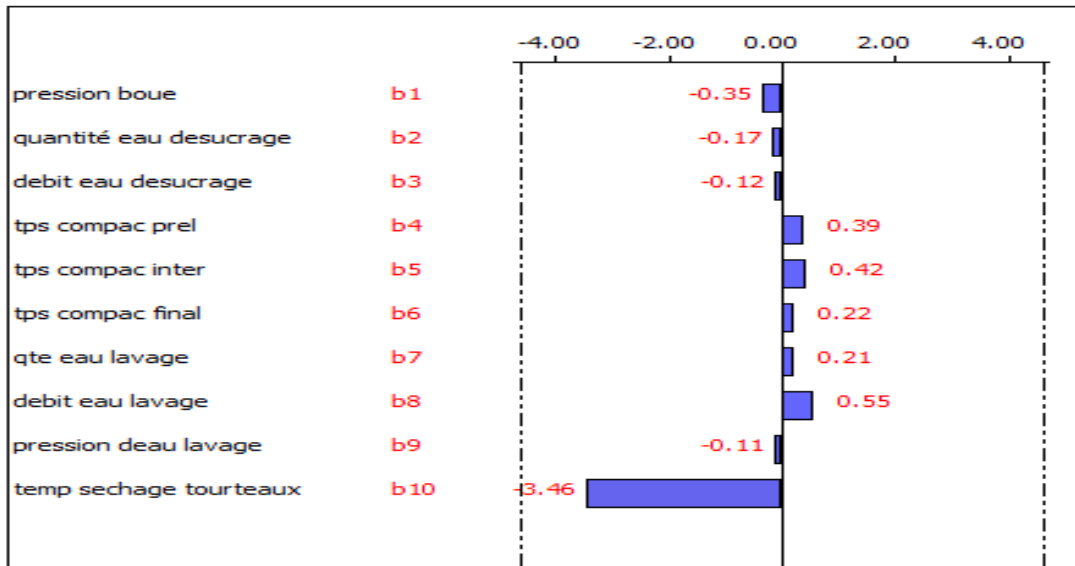


Figure 16 : Le graphe des effets moyens de la réponse : taux d'humidité

▪ Interprétation :

selon les résultats obtenus dans le tableau 12, le temps de séchage tourteaux a un seuil de significativité proche de 5% et d'après le tracé des effets moyens (figure 16), on voit clairement le plus grand effet de ce facteur.

Donc, le temps de séchage tourteaux a le plus grand effet négatif sur la variation du taux d'humidité dans les tourteaux, les autres facteurs ont un effet moins important.

❖ diagramme de paretto :

Le diagramme de Pareto est complémentaire au tracé des effets moyens. Il permet de déterminer les facteurs influents par ordre de contribution décroissant. Il est également possible de tracer la fonction cumulée de ces contributions : Les valeurs sont alors additionnées au fur et à mesure.

➤ **Le pourcentage de sucre :**

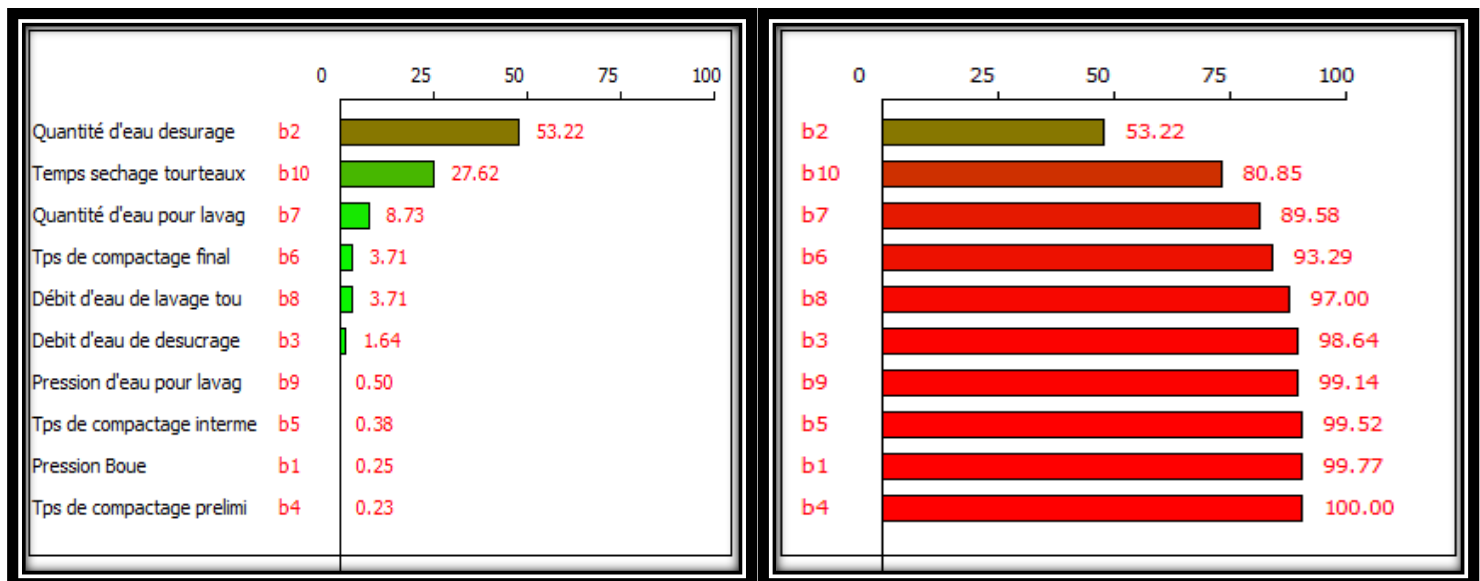


Figure 17 : Effets Pareto individuels, Effets Pareto cumulés de la réponse : pourcentage de sucre

▪ Interprétation :

Le diagramme de pareto relatif à la réponse du pourcentage en sucre (figure 17) renforce la prédominance du rôle de la quantité d'eau de désucrage et le temps de séchage tourteaux et la quantité d'eau nécessaire pour lavage sur les autres facteurs, ainsi nous pouvons voir qu'à eux seuls les 3 premiers facteurs expliquant 90% de la variation de la réponse. En ce qui concerne les autres facteurs, ils ont peu d'influence sur la variation du pourcentage de sucre .

➤ **Taux d'humidité :**

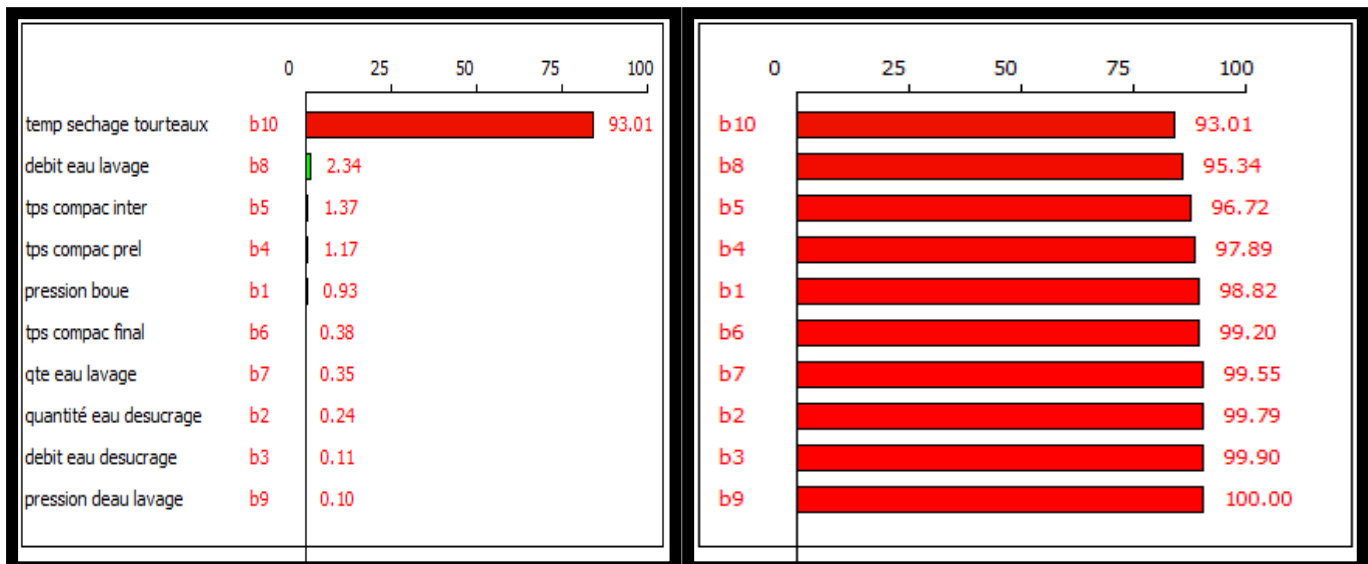


Figure 18 : Effets Pareto individuels, Effets Pareto cumulés de la réponse : taux d'humidité

▪ Interprétation :

Selon les résultats obtenus (figure 18), on voit clairement que :

- L'effet du facteur temps de séchage tourteaux explique plus de 90 % de la variation de la réponse qui est dans ce cas le taux d'humidité.
- La prédominance de ce facteur sur les autres facteurs.
- Les autres facteurs ont un effet moins important sur la variation de la réponse, donc on va considérer que leur effet est négligeable.
- Une observation du diagramme permet de se rendre compte qu'il est nécessaire d'appliquer un niveau haut le temps de séchage tourteaux afin d'obtenir le minimum d'humidité dans les tourteaux.

Bilan

- ✓ Les facteurs qui influencent sur le pourcentage de sucre dans les tourteaux sont :
 - La quantité d'eau de désucrage.
 - Le temps de séchage tourteaux.
 - Le quantité d'eau de lavage.

Il est nécessaire d'appliquer un niveau haut au 3 facteurs influents afin d'obtenir le minimum en pourcentage de sucre.

- ✓ Le facteur qui influence sur le taux d'humidité dans les tourteaux est le temps de séchage tourteaux.

Il est nécessaire d'appliquer un niveau haut à ce facteur afin d'obtenir le minimum en humidité dans les tourteaux.

Il existe une dépendance entre la réponse en taux d'humidité et le pourcentage en sucre par la présence d'un paramètre qui influence sur la variation des deux réponses à la fois.

Les paramètres ayant peu d'influence à la fois sur les deux réponses peuvent être fixés à une valeur quelconque dans la plage explorée. Nous avons choisi de nous rapprocher des conditions présentées dans les consignes des paramètres. Nous avons fixé ces paramètres aux valeurs suivantes pour la suite de l'étude (tableau 13).

Tableau 13 : Les valeurs prises des facteurs fixés pour la suite de l'étude

Pression boues	Débit d'eau désucrage	Temps de compactage préliminaire	Temps de compactage intermédiaire	Temps de compactage final	Débit d'eau lavage	Pression d'eau lavage tourteaux
bar	m ³ /h	Seconde	Seconde	seconde	m ³ /h	bar
5	40	45	60	90	40	4

III.6. Conclusion :

Le plan de criblage nous a permis de classer les facteurs par ordre de leurs importances et de réaliser une détermination des facteurs influençant sur la variation du pourcentage de sucre et le taux d'humidité dans les tourteaux.

l'étude ultérieure nécessite de trouver un réglage plus affiné des facteurs influençant pour atteindre les objectifs fixés et optimiser les paramètres du filtre presse.

On va subdiviser l'étude de l'optimisation en deux parties :

- l'optimisation du taux d'humidité :

On va réaliser un réglage simple du paramètre du temps de séchage tourteaux. Ce qui va nous permettre d'atteindre le minimum en taux d'humidité dans les tourteaux.

- l'optimisation du pourcentage de sucre :

Ce type de problème nécessite d'ajuster un modèle polynomial complet de degré deux permettant de donner une bonne modélisation du phénomène étudié. Un tel plan est dit plan pour surface de réponse.

IV. Optimisation du taux d'humidité dans les tourteaux :

L'étude précédente a montré que :

- Le temps de séchage tourteaux a un effet primordial sur la variation du taux d'humidité. Les autres facteurs ne présentent aucun effet sur la réponse étudiée.
- Un réglage a un niveau haut du temps de séchage tourteaux permet d'atteindre un minimum en taux d'humidité dans les tourteaux. Ce réglage est de 150 secondes.

Le tableau 14 rassemble les paramètres qui ont un effet négligeable sur la variation du taux d'humidité et les valeurs fixés de ces paramètres, qu'on a déterminé à partir des consignes du fonctionnement des filtres presse.

Tableau 14 : Les valeurs prises pour les facteurs fixés pour déterminer le taux d'humidité

Pression boues	Débit d'eau désucrage	Temps de compactage préliminaire	Temps de compactage intermédiaire	Temps de compactage final	Débit d'eau lavage	Quantité d'eau désucrage	Pression d'eau lavage tourteaux	Quantité d'eau de lavage
5 bar	40 m ³ /h	45 s	60 s	90 s	40 m ³ /h	3 m ³	4 bar	2 m ³

Le tableau 15 présente les résultats en taux d'humidité de 6 expériences qui ont été réalisée dans les mêmes conditions dans une période de 3 jours, en fixant le facteur temps de séchage tourteaux à la valeur de 150 seconde .

Tableau 15 : Résultats d'optimisation du taux d'humidité

Les résultats en taux d'humidité de 6 expérience	32,5%	33,15%	31,6%	32,1%	33,1%	32%
La moyenne des résultats	<u>32,40%</u>					

La fixation du facteur temps de séchage à la valeur max (150 s) donne des résultats satisfaisants et permet d'atteindre un taux d'humidité proche de 30 %.

V. Optimisation du pourcentage de sucre par le plan a surface de réponse :

❖ Introduction :

La méthodologie des surfaces de réponses (*MSR*) constitue le second volet de la méthode des plans d'expériences. Cette technique vise à déterminer d'une façon quantitative les variations de la réponse vis-à-vis des facteurs d'influence significative, identifiés lors d'une première étude de criblage. Ce plan est basé sur une relation d'approximation entre la réponse mesurée Y et les facteurs influents étudiés.

Le choix de tel plan a été motivé par le fait que notre but est surtout d'optimiser les paramètres qui influencent sur le pourcentage en sucre, ce qui impose l'utilisation d'un plan de surface de réponse qui est fortement dépendant d'un choix du modèle polynomial. En l'occurrence un modèle de deuxième degré incluant aussi les effets dits quadratiques b_{11} , b_{22} et b_{33} . Ce modèle est donc donné explicitement par :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2$$

V.1. Facteurs et niveau d'étude :

Les facteurs illustrés correspondent au facteurs influençant déterminés dans le plan de criblage qui sont :

- La quantité d'eau de désucrage.
- La quantité d'eau nécessaire pour le lavage.
- Le temps de séchage tourteaux.

Le tableau 16 présente les facteurs et leur domaine expérimental qui est composé du centre du domaine et du pas de variation des trois facteurs à partir desquelles on définira les niveaux .

Tableau 16 : Le domaine expérimental

	Facteur	Unite	Centre	Pas de variation
b1	quantité d'eau désucrage	m ³ /h	3.00	1.00
b2	quantité d'eau lavage	m ³	2.00	1.00
b3	Temps de sechage tourteaux	seconde	100.000	50.000

Du fait de l'intervention des trois facteurs, un plan de box behnken paraît tout à fait approprié. Ce plan est constitué par un total de 20 expériences dont 8 au centre servant à vérifier le modèle et minimiser l'erreur de la prédiction. Ce plan va nous permettre d'estimer les 10 coefficients du modèle .

V.2. Construction du plan d'expériences :

Le plan d'expérience illustré dans ce travail est un plan de Box Behnken (tableau 17). Tous les facteurs ont trois niveaux : -1, 0 et +1. Ces plans sont faciles à mettre en œuvre et possèdent la propriété de séquentialité. On peut entreprendre l'étude des k premiers facteurs en se réservant la possibilité d'en ajouter de nouveau sans perdre les résultats des essais déjà effectués.

Tableau 17 : La matrice d'expérience (plan de box behnken)

N°Exp	X1	X2	X3
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	-1	0	-1
6	1	0	-1
7	-1	0	1
8	1	0	1
9	0	-1	-1
10	0	1	-1
11	0	-1	1
12	0	1	1
13	0	0	0
14	0	0	0
15	0	0	0
16	0	0	0
17	0	0	0
18	0	0	0
19	0	0	0
20	0	0	0

V.3. Plan d'expérimentation et résultats des essais:

Le plan réalisé a pour objectif de connaître la réponse « pourcentage de sucre » observée en fonction de la variation des différents facteurs. Chaque facteur varie comme illustre le tableau 18 ci-dessous :

Tableau 18 : Plan d'expérimentation et résultat des essais

N°Exp	Qte eau désucrage (m ³)	Qte eau lavage (m ³)	Tps de séchage tourteaux (Seconde)	pourcentage de Sucre (%)
1	2	1	100	2.50
2	4	1	100	0.80
3	2	3	100	0.60
4	4	3	100	0.40
5	2	2	50	1.80
6	4	2	50	0.36
7	2	2	150	0.70
8	4	2	150	0.27
9	3	1	50	1.25
10	3	3	50	0.60
11	3	1	150	0.90
12	3	3	150	0.44
13	3	2	100	0.30
14	3	2	100	0.43
15	3	2	100	0.45

N°Exp	Qte eau désucrage (m ³)	Qte eau lavage (m ³)	Tps de séchage tourteaux (Seconde)	pourcentage de Sucre (%)
16	3	2	100	0.36
17	3	2	100	0.42
18	3	2	100	0.28
19	3	2	100	0.38
20	3	2	100	0.4

V.4. Analyse mathématique des résultats d'essais

L'analyse mathématique consiste à estimer grâce à la méthode des moindres carrés, les p coefficients du modèle. La méthode des moindres carrés nécessite un outil informatique adapté. Nous utiliserons dans ce chapitre les résultats obtenus par le logiciel Nemrodw.

Nous ferons ici un rappel succinct de la méthode des moindres carrés, facile à mettre en œuvre à partir d'un tableau informatique ou d'un logiciel spécialisé.

Pour la réponse pourcentage du sucre, on peut écrire, compte tenu de la forme générale du modèle, la relation suivante :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2$$

Avec : Y, la valeur observée de la réponse (pourcentage de sucre) pour les trois facteurs : quantité d'eau de désucrage, quantité d'eau de lavage et temps de séchage tourteaux.

Si on utilise les notations plus générales, on obtient :

$$(Y) = (X)(B) + (E)$$

Avec (X) : matrice du modèle.

(Y) : matrice des résultats d'essais pour une réponse donnée.

(B) : vecteur des estimateurs des coefficients.

(E) : matrice des résidus.

L'estimation des coefficients à partir de la méthode des moindres carrés fait appel à l'équation matricielle suivante : $(B) = ({}^TXX)^{-1} (X)(Y)$.

Les coefficients estimés du modèle qui correspondent au réponse du pourcentage en sucre est indiqué dans le tableau 19.

Tableau 19 : L'estimation des coefficients pour la réponse pourcentage de sucre (optimisation)

Coefficient	Valeur
b₀	0,393
b₁	-0,471
b₂	-0,426
b₃	-0,213
b₁₁	0,341
b₂₂	0,356
b₃₃	0,064
b₁*b₂	0,375
b₁*b₃	0,253
b₂*b₃	0,048

Le modèle mathématique postulé dans l'étude d'optimisation du pourcentage de sucre est le suivant :

$$Y=0,393-0,471X_1-0,426X_2-0,213X_3+0,375X_1*X_2+0,253X_1*X_3+0,048X_2*X_3+0,341X_1^2+0,356X_2^2+0,064X_3^2$$

V.5. Analyse statistique du modèle :

L'équation du modèle empirique n'est qu'une approximation de la réalité. L'estimation des coefficients du modèle polynomial du second degré s'appuie sur des résultats d'essais qui sont, pour chacun des traitements du plan d'expérience, des valeurs particulières d'une variable aléatoire.

La mise en œuvre des tests statistiques doit permettre de porter un jugement sur les résultats obtenus .

Estimations de la qualité des coefficients :

Pour estimer la qualité des coefficients du modèle. Nous devons calculer l'écart-type, le t de student et le seuil de signification (%) pour chaque coefficient.

Connaissant $t_{\text{expérimental}}$ et le nombre de degrés de liberté (ddl), on détermine le seuil de signification (%) en utilisant la loi de Student.

On considère généralement que si le seuil de signification est inférieur à 5%, l'effet est significatif.

Les résultats obtenus par le logiciel NEMRODW sont présentés ci-dessous (Tableau 20) :

Tableau 20 : Les statistiques des coefficients pour la réponse pourcentage de sucre (optimisation)

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	0.377	0.057126504	6.61	< 0.01 ***
b1	-0.471	0.057126504	-8.25	< 0.01 ***
b2	-0.426	0.057126504	-7.46	< 0.01 ***
b3	-0.213	0.057126504	-3.72	0.398 **
b1-1	0.341	0.075571262	4.52	0.112 **
b2-2	0.356	0.075571262	4.71	0.0824 ***
b3-3	0.064	0.075571262	0.84	41.9
b1-2	0.375	0.080789077	4.64	0.0920 ***
b1-3	0.253	0.080789077	3.13	1.08 *
b2-3	0.048	0.080789077	0.59	57.0

D'après ces résultats :

- Les facteurs quantité d'eau de désucrage , quantité d'eau de lavage et temps de séchage tourteaux influencent de façon significatif sur le pourcentage de sucre.
- les interactions entre quantité d'eau de désucrage et quantité d'eau de lavage, et entre la quantité d'eau de désucrage et le temps de sechage tourteaux semblent être significativement influents.
- Les effets quadratiques des quantités d'eau de désucrage et quantité d'eau de lavage ont un effet significatif sur le pourcentage de sucre.

Qualité descriptive du modèle

❖ Analyse de la régression :

L'analyse de la régression consiste à expliquer la variation totale de la réponse à partir de la somme des carrés des écarts entre les résultats d'essais et leur moyenne. Il se poursuit par la construction d'un test statistique de Fisher snedcor, visant à affecter une probabilité à l'hypothèse nulle (H_0) qui dit que le modèle ne permet pas de décrire la variation des résultats d'essais.

Les résultats de l'ANOVA pour la réponse pourcentage de sucre sont regroupés dans le tableau 21.

Tableau 21 : Analyse de la variance de la réponse pourcentage de sucre

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	5.8712	9	0.6524	24.9875	< 0.01 ***
Résidus	0.2611	10	0.0261		
Validité	0.2478	8	0.0310	4.6698	18.8
Erreur	0.0133	2	0.0066		
Total	6.1323	19			

Du tableau 20 on peut déduire que :

-ANOVA 1 validé ($P < 5\%$), donc le modèle est descriptif.

-ANOVA 2 validé ($P > 5\%$), donc le modèle est prédictif.

❖ Coefficient de corrélation linéaire multiple

La détermination de la qualité d'un modèle se fait par le calcul du coefficient de corrélation linéaire multiple ;

Tableau 22 : Les coefficients de corrélation de la réponse pourcentage de sucre

R^2	0.957
R^2_A	0.919

Le coefficient de corrélation linéaire multiple quantifie de manière claire (tableau 22), la bonne qualité de l'ajustement puisque $R^2 = 0.957$.

Ce coefficient R^2 qui est le rapport entre la somme des carrés des écarts (entre les valeurs calculées et la moyenne des valeurs) et la somme des carrés des écarts (entre les valeurs expérimentales et la moyenne des valeurs), (SCM/SCT). C'est-à-dire $5,8712/6,1323=0,955$, nous permet de conclure que notre modèle postulé explique 95% du phénomène étudié. Le 5% qui reste est dû aux résidus. De même le coefficient R^2_A qui est égal à 0.919 donne une idée sur l'ajustement du modèle, ce qui traduit une bonne qualité de l'ajustement de l'estimation des coefficients de l'équation.

Donc, on peut conclure que le modèle mathématique associé à l'étude du pourcentage de sucre dans les tourteaux est statistiquement **validé**.

V.6. Analyse graphique du modèle

Différents graphiques sont disponibles pour restituer de manière interprétable l'équation du modèle empirique. Dans le contexte des plans d'expériences pour l'étude des surfaces de

réponse, cette restitution s'effectue essentiellement sous deux formes : les surfaces de réponse et les courbes iso-réponse.

❖ Surface de réponse :

La surface de réponse, comme celle présentée en figure 19, matérialise la surface de régression à partir d'un graphique dans un espace à trois dimensions. Le plan horizontal matérialise le domaine de variation des 2 facteurs . l'axe vertical matérialise la variation de la réponse. à partir du modèle au-delà des 2 facteurs, il est nécessaire de maintenir à un niveau constant les facteurs dont les variations ne sont pas décrites dans le plan horizontal.

Dans notre étude l'axe vertical représente le pourcentage de sucre

X1 : Quantité d'eau de désucrage

X2 : Quantité d'eau de lavage

Le facteur fixé : Temps de séchage tourteaux

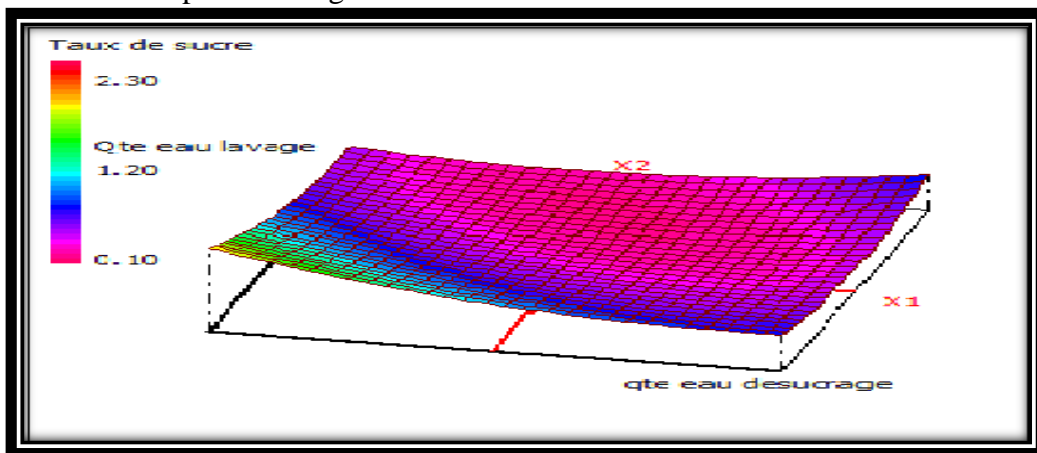


Figure 19 : Surfaces de réponse du pourcentage de sucre

❖ Courbe iso-réponse

Les courbes iso-réponses, comme celle présentée en figure 20 constituent une projection de la surface de réponse dans le plan horizontal. Elles s'interprètent comme les courbes des niveaux,. Tout comme pour les surfaces de réponse, cette représentation ne fait intervenir que 2 facteurs à la fois, les autres devant être fixés à un niveau constant.

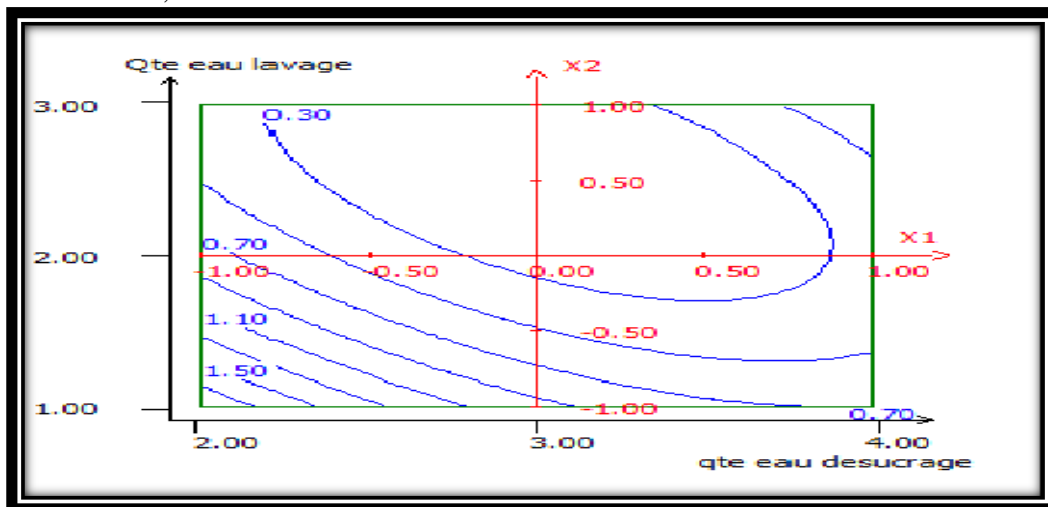


Figure 20 : Courbe d'iso-réponse du pourcentage de sucre

▪ **Interprétation :**

Les courbes étudiées montrent l'influence de la quantité d'eau de désucrage et de la quantité d'eau de lavage sur le pourcentage de sucre, sous condition que le temps de séchage tourteaux soit maintenu constant.

Une augmentation de la quantité d'eau de lavage et de la quantité d'eau de désucrage et une fixation du temps de séchage tourteaux à un niveau haut entraîne une forte diminution en pourcentage de sucre dans les tourteaux.

V.7. Optimisation du pourcentage de sucre :

La fonction de désirabilité a été définie pour la réponse d'intérêt « pourcentage de sucre ». L'optimisation a été accomplie en donnant la désirabilité, c'est-à-dire la valeur cible désiré (pour le pourcentage de sucre la valeur ciblé est de 0,1%). Les valeurs optimales des facteurs obtenus pour atteindre le minimum en pourcentage de sucre (calcul du logiciel nemrodw) , sont présentées dans les tableaux 23 et 24 .

Tableau 23 : Désirabilité, Coordonnées du maximum pour la réponse pourcentage de sucre

Variable	Facteur	Valeur
X1	Quantité d'eau de désucrage	3.04
X2	Quantité d'eau de lavage	2.51
X3	Temps de séchage tourteaux	149.997

Tableau 24 : Caractéristiques du maximum pour la réponse pourcentage de sucre

Reponses	Nom de la réponse	Valeur
Y1	pourcentage de Sucre	0.13 %
	DESIRABILITE	

Si la quantité d'eau de désucrage est fixée à la valeur (3,04 m³) , la quantité d'eau de lavage est fixée a (2,51 m³) et le temps de séchage tourteaux a (150 seconde) sachant que les autres facteurs sont déjà fixés, le résultat est une diminution du pourcentage de sucre allant à 0,13 % .

V.8. La réalisation des essais dans les conditions optimales :

Cette étape consiste à réaliser des essais, en utilisant le réglage optimal des paramètres qui permet d'atteindre le minimum en pourcentage de sucre dans les tourteaux.

Le tableau 25 présente les valeurs fixées dans les conditions optimales de tous les facteurs étudiés :

Tableau 25 : Les valeurs fixées des facteurs étudiés

Pression boues	Débit d'eau désucrage	Temps de compactage préliminaire	Temps de compactage intermédiaire	Temps de compactage final	Débit d'eau lavage	Quantité d'eau de désucrage	Pression d'eau lavage tourteaux	Quantité d'eau de lavage	Temps de séchage tourteaux
5 bar	40 m ³ /h	45 s	60 s	90 s	40 m ³ /h	3,04 m ³	4 bar	2,52 m ³	150 s

Le tableau 26 présente les résultats en pourcentage de sucre de 7 expériences qui ont été réalisées dans une période de 2 jours, en fixant tous les facteurs dans les conditions optimales.

Tableau 26 : Les résultats optimales du pourcentage de sucre

Les résultats en pourcentage de sucre de 7 expériences	0,14%	0,2%	0,15%	0,1%	0,2%	0,12%	0,15%
La moyenne des résultats	<u>0,15%</u>						

Un réglage de tous les facteurs dans les conditions optimales, nous permet en réalisant des expériences, d'atteindre un résultat de 0,15% en moyenne en pourcentage de sucre. Ce résultat est très satisfaisant pour notre objectif qui est de réduire le pourcentage de sucre à 0,1%, sachant que les pertes en sucre dans les tourteaux avant la réalisation de notre étude étaient de 2,7% en moyenne selon le suivi qu'on a réalisé au début de l'étude.

V.9. Bilan économique

La fixation des paramètres du filtre presse dans les conditions optimal entraîne une réduction en perte de sucre de 2,7% à 0,15%. Cette réduction permet à l'entreprise de générer un gain de 275 400 dh /mois.

Le tableau 27 explique en détail ce calcul de gain.

Tableau 27 : Calcul des gains

	Avant l'étude	Après l'étude
Production journalière en sucre en Kg	60 000	60 000
Le pourcentage en perte de sucre	2,7%	0,15%
Perte en sucre par jour en Kg	1 620	90
Le cout d'un Kg en sucre en DH	6	6
Perte journalière en sucre en DH	9720	540
Perte mensuel en sucre en DH	291 600	16 200
Le gain mensuel	275 400 DH/Mois	

Conclusion

Au niveau de la station de désucrage des boues dont le fonctionnement est basé sur les filtres presse, les tourteaux déchargés après filtration possèdent un pourcentage de sucre et une humidité élevée qui dépasse la norme. L'optimisation de fonctionnement de cette station présente une opportunité importante à la COSUMAR.

L'optimisation des paramètres de fonctionnement des filtres presses au niveau de la station de désucrage des boues a été réalisée par la méthode des plans d'expérience. Cette étude a permis de classer les facteurs par ordre de leur importance sur la variation du pourcentage de sucre et du taux d'humidité dans les tourteaux et de fixer les valeurs des facteurs influençant facteurs comme suivant :

- ✓ Le temps de sechage tourteaux à la valeur de 150 secondes.
- ✓ La quantité d'eau de désucrage à la valeur de 3,04 m³.
- ✓ La quantité d'eau de lavage à la valeur de 2,51 m³.

Cette optimisation entraine d'une part une diminution du pourcentage de sucre à une valeur de 0,15 % en moyenne selon les résultats obtenus lors de la réalisation des essais dans les conditions optimales, sachant que le pourcentage de sucre recommandé par l'entreprise est de 0,1 %. Il est à noter qu' avant la réalisation de l'étude le pourcentage de sucre était de 2,7% en moyenne selon le suivi réalisé au début de l'étude. D'autre part le taux d'humidité dans les tourteaux a baissé de 40% à 32,5% pour se rapprocher de la valeur recommandée qui est de 30%.

Un bilan économique a montré qu' un réglage affiné des facteurs influençant prévoit une réduction de **2,7% à 0,15%** en pourcentage de sucre dans les tourteaux permettant ainsi à l'entreprise de générer un gain de **275 400 dh /mois**.

Perspective

Pour atteindre la valeur de 0,1% en pourcentage de sucre et 30 % en taux d'humidité, il faut :

- Un choix d' un autre modèle et un autre plan qui améliore la prédiction et minimise son erreur.
- l'augmentation de la Température de l'eau de désucrage : l'augmentation de la température de 40°C à 55 °C permet de renforcer l'effet des facteurs influençant qui sont l'eau de lavage tourteaux et l'eau de désucrage.
- La réparation et le repositionnement des sècheurs d'air : la réparation des sècheurs d'air comprimé est nécessaire pour obtenir un air comprimé sec et d'atteindre la valeur de 0,1% en pourcentage de sucre et 30 % en taux d'humidité. Nous proposons aussi de changer le positionnement des sècheurs d'air afin d'augmenter les cas de fonctionnement et minimiser les cas de dysfonctionnement.
- Le nettoyage de la barrière photoélectrique : le nettoyage de l'œil de la barrière photoélectrique avant chaque utilisation du pont laveur évitera l'erreur de positionnement.
- Le changement et le nettoyage régulier des toiles de filtration :vue l'ancienneté des toiles actuelles et leur colmatage, leur changement est nécessaire. Chose qui a été réalisée pour le filtre-presse PKF2. Aussi, nous conseillons de procéder au nettoyage régulièrement avec une fréquence bien déterminer , afin de protéger les toiles de filtration contre le colmatage et éviter le collage des tourteaux.
- Le changement des filtres de l'eau de désucrage, de lavage et de nettoyage : afin d'utiliser une eau qui ne favorise pas le colmatage des buses et des toiles, nous proposons de changer les filtres.
- Le nettoyage régulier des vannes :nous proposons un nettoyage régulier des vannes pour éviter le blocage des canaux de transfert.

Bibliographies

- [1] Documentation de la Société COSUMAR
- [2] Manuel d'utilisation des filtres-presse Putsch
- [3] ICUMSA "International Commission For Uniform Methods of Sugar Analysis, 2011.
- [4] TECHNIQUE ET INGÉNIERIE Série Conception JACQUES GOUPY. Les Creighton “ INTRODUCTION AUX PLANS D’EXPERIENCES ” 3^{ème} édition, Dunod 2006.

