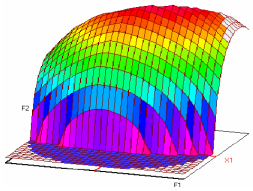
**Année Universitaire : 2010-2011**



**Master Sciences et Techniques CAC Agiq**
**Chimiométrie 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

# Titre

# Modélisation statistique pour la maitrise de procédé de carbonatation du jus du sucre


**Présenté par:**

**JHILAL FAYSSAL**

**Encadré par:**

| | |
|---|---|
| **-Mr. OUTIFA SOUFIANE** | **Cosumar casa** |
| **-Mr. EL ASRI Mohammed** | **FST Fès** |


**Soutenu Le 21 Juin 2010 devant le jury composé de:**

- **M^r^. M.EL ASRI**
- **M^r^. Y. RODI KANDRI**
- **M^r^. T. SAFFAJ**
- **M^r^. E.H. EL GHADRAOUI**

**Stage effectué à : COSUMAR CASA**

# *REMERCIEMENT*

*C'est un grand plaisir pour moi de pouvoir présenter ici mes vifs remerciements aux personnes qui m'ont permis de mener au bien ce travail.*

*Je tiens d'abord à exprimer ma profonde gratitude à la direction de Cosumar casa qui m'a permis d'effectuer ce stage.*

*J'exprime une respectueuse gratitude à Mr S. OUTIFA responsible dans le service sirop de m'avoir accueillie dans son service.*

*Je remercie mes parrains de stage Mr M. EL ASRI qui a suivi de prés mon travail, et facilité toutes les taches pour mener mon stage dans des conditions favorables.*

*Finalement, je tiens à remercier bien profondément tout le corps enseignant de la Faculté des Sciences et Techniques de FES, en particulier les professeurs du Master Chimiométrie et Analyse Chimique :Application à la gestion industrielle de la qualité de m'avoir fourni la formation nécessaire qui m'a aide à complire ce stage.*

# *DEDICACE*

*A*

*MES PARENTS*

*A MA SOEUR HIND MES FRERES*
*MOHAMMED ET SOUFIANE*

*A MA FAMILLE*

*A MES PROFESSEURS*

*A MES AMIS*

# SOMMAIRE

## Présentation générale de site de stage

**Introduction générale**……..7

1. La COSUMAR ..... 12
2. Fiches technique ..... 12
3. Historique ..... 12
4. Organigramme ..... 13
5. La Raffinerie de Casablanca ..... 13
6. Processus de fabrication ..... 13
   - 6.1. Réception et stockage de sucre brut ..... 13
   - 6.2. Affinage ..... 14
     - 6.2.1. Empattage ..... 14
     - 6.2.2. Turbinage ..... 14
   - 6.3. Refonte du sucre affiné ..... 15
7. Epuration du jus du sucre ..... 15
   - 7.1. La carbonatation ..... 15
   - 7.2. La filtration ..... 16
   - 7.3. La décoloration ..... 16
8. L'évaporation ..... 16
9. Cristallisation ..... 16

## Chapitre 1: Généralités sur le sucre

1. Caractéristiques du sucre ..... 20
   - 1.1. La canne à sucre ..... 20
   - 1.2. La betterave ..... 20
   - 1.3. Chimie du sucre ..... 20
     - 1.3.1. Brix ..... 20
     - 1.3.2. Pureté ..... 20
     - 1.3.3. du sucre brut ..... 20
     - 1.3.4. Le sucre ou saccharose ..... 21
     - 1.3.5. Les sucres réducteurs ..... 21
     - 1.3.6. Le non sucre organique ..... 21

## Chapitre 2 : Epuration du jus sucré

1. Introduction ..... 22
2. Chimie de l'épuration calco-carbonique ..... 22
   - 2.1. Chaulage ..... 22

2.1.1. Le cycle de la chaux. 22
2.1.2. Effet de la chaux et de gaz carbonique. 23

## Chapitre 3 : Modélisation statistique

1. Introduction 25
2. Méthodes statistiques d'analyse de données. 25
2.1. Régression linéaire simple (RLS) 25
2.2. Régression linéaire multiple (RLM) 25
2.3. Analyse en composantes principales (ACP). 25
3. Méthodes de validation 26
3.1. Validation croisé (VC) 26
3.2. Critères de validation 26
3.2.1. Coefficient de corrélation, r. 27
3.2.2. Coefficient de détermination $R^2$ 27
3.2.3. Test t de Student 27
3.2.4. F-test: 28
3.2.5. Erreur résiduelle ei: 28

## Matériels et Méthodes

1. Cadre et objectifs 30
2. Matière à épurer 30
3. Champ de l'étude 30
4. La carbonatation 30
4.1. Définition 30
4.2. Rôle de la carbonatation 30
4.3. Défécation calco-carbonique 31
5. Réalisation. 31
5.1. Préparation de lait de chaux. 31
5.1.1. Chaulerie 31
5.1.2. Epuration de lait de chaux. 31
5.2. Le chaulage. 31
5.3. Carbonatation. 32
6. Filtration. 33
6.1. Déroulement de la filtration. 33

## Résultats et Discussions

1. Bilan de matière 36
1.1. Bilan Chaux 36
1.2. Bilan $CO_2$ 37
1.3. Quantités de CO2 consommé et CaCO3 formé au niveau de chaque chaudière 38
2. Modélisation statistique 39
2.1. Analyses de variations 39

2.1.1. Taux de décoloration ..... 39
2.1.2. Filtrabilité ..... 40
2.2. Modélisation ..... 40
2.2.1. Etude de corrélation ..... 40
2.2.2. Réalisation d'une ACP ..... 40
2.3. Réalisation d'une régression linéaire multiple (RLM). ..... 42
2.3.1. Taux de décoloration ..... 42
2.3.2. Filtrabilité ..... 43
3. Tableau de bord de suivie de carbonatation ..... 45

# LISTE DES FIGURES

**Figure 1 :** Organigramme de la société COSUMAR

**Figure 2** : Schéma d'affinage

**Figure 3 :** Décomposition des différents écarts

**Figure** 4 : Schéma d'une chaudière de carbonatation.

**Figure 5** : Image de filtre Diastar

**Figure 6** : Diagramme d'Ishikawa contenant les sources possible de variations de taux de décoloration.

**Figure 7** : Diagramme d'Ishikawa de sources possibles de variations de filtrabilité.

**Figure 8** : Cercles de corrélations sous les deux premières composantes principales.

**Figure 9 :** Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales.

**Figure 10** : Réponses prédits en fonction des réponses mesurées avec hyperplan montrant les résidus

**Figure11** : Graphique illustrant les poids factoriels.

**Figure 12** : Hyperplan pour les données de calibration et validation.

**Figure 13** : Graphique indiquant les coefficients des paramètres.

# LISTE DES TABLEAUX

**Tableau 1** : Estimation des caractéristiques de la chaux à partir des paramètres mesurés.
**Tableau 2** : Estimation de la consommation de gaz $CO_2$ à partir de sa richesse et de la masse de $CaCO_3$
**Tableau 3** : Alcalinités au niveau de chaque chaudière de carbonatation.
**Tableau 4** : Masses de CO2 et de chaux consommées et de CaCO3 formé au niveau de chaque chaudière.
**Tableau 5 :** Analyse de variance pour le modèle de prédiction de taux de décoloration.
**Tableau 6 :** Coefficients de régression, erreur standard, t-value et p-value des descripteurs
**Tableau 7 :** Analyse de variance pour le modèle de prédiction de filtrabilité. sélectionnés par la RLM.
**Tableau 8 :** Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la filtrabilité.
**Tableau 9 :** tableau de bord de suivie de carbonatation.
**Tableau 10 :** Paramètres suivies de la carbonatation

# LISTE DES ABREVIATIONS

**Bx : Brix**
**D : Densité**
**EM : Egoût mère**
**EP : Egoût pauvre**
**Ls : Liqueur standard**
**MC : Masse cuite**
**ms : Matière sèche**
**NS : Non sucre**
**Pu : Pureté**
**PV : Pression de la vapeur**
**Ds : Débit massique**
**Sb : Sucre blanc**
**SC : Sucre cristallisé**
**RCO2 : Richesse de gaz CO2**
**PCO2 : Pression CO2**
**C'i : Alcalinités**
**Dchx : Débit de lait de chaux**
**Color : coloration**
**ACP : Analyse en composantes principales.**
**RLM : Régression linéaire multiple.**

# *Introduction Générale*

Le sucre comme l'huile est considéré comme produit alimentaires principales au Maroc en plus des céréales. La consommation annuelle est d'environ 20 kg par personne, cette consommation augmente en moyenne de 2.5% chaque année.

La COSUMAR produit plus de 70 ans du sucre raffiné sur plusieurs formes. Son procédé ne cesse de se développer. Pour répondre à la fois aux exigences du marché (qui devient de plus en plus exigeant) et faire face à l'économie du marché (produit plus en un cout réduit).

Nous nous somme intéressés, dans le cadre de ce projet, à la maitrise statistique du procédé de carbonatation du jus sucré. En effet, la carbonatation du jus sucré est une étape très importante dans le raffinage du sucre brut. La maitrise de telle étape passe par l'élaboration d'un modèle postulé à priori.

Nous allons dans un premier temps chercher quelle sont les paramètres de réglage qui influencent significativement avant la modélisation. Pour cela nous avons opté pour un traitement statistique des données récoltées de ce procédé. Le choix de notre traitement s'est basé sur l'ACP (Analyse en Composante Principale), ensuite nous allons modéliser par la régression linéaire Multiple (RLM).

# *PRESENTATION DE SITE DE STAGE*

## 1. La COSUMAR

La COSUMAR est le leader national sur le marché du sucre. Ses activités sont : l'extraction du sucre à partir des plantes sucrières, le raffinage du sucre brut importé et le conditionnement du sucre. Elle commercialise les produits suivants : sucre en morceaux, en lingots, pain de sucre et granulés, pour la consommation directe ou industrielle. La COSUMAR, intégrée dans le plan sucrier Marocain, raffine non seulement les sucres bruts importés, mais aussi ceux produits par les sucreries nationales.

## 2. Fiches technique

- **Statu juridique** : Société Anonyme (SA).
- **Registre de commerce** : CASA 300 07.
- **Identification fiscale** : 01 64 03 53.
- **Chiffre d'affaire** : 2 949 637 420.62 DHS.
- **Superficie** : 20 Hectares.
- **Capitale** : 419 105 700 DHS.
- **TVA** : 616 051.
- **CNSS** : 192 8003.
- **Adresse** : 8, Rue El Mouatamid Ibno Abbed, BP 3098. 20300 CASABLANCA.
- **Capacité de production** : plus de **2100 t**onnes par jour.
- **Amont agricole : Surface** : 90 000 hectares et 80 000 agriculteurs
- **Effectif** : 2070 *14 directeurs.
  *** 62 cadres**.
  *164 agents de maîtrise.
  *** 1200 employés**.
- **Actionnaires** : **ONA 67 %**
  SNI 11%
  CIMR 10%
  FMP 7%
  Al Wataniya 1%
  Les petits porteurs 4%

## 3. Historique

L'entreprise a été créée 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 jours à partir de 1932.

Le **1er janvier 1967**, des accords entre l'état marocain et Cosuma ont donné naissance à COSUMAR. La participation de l'état était de 50% du capital et la production de 900 tonnes par jour.

En **1985**, L'ONA « Omnium Nord Africain» devient l'actionnaire principal avec 55% du capital de la COSUMAR. La société entre en bourse.

En **2005,** COSUMAR acquière 4 sucreries : Surac, Suta, Sucrafor et Sunabel

## 4. Organigramme

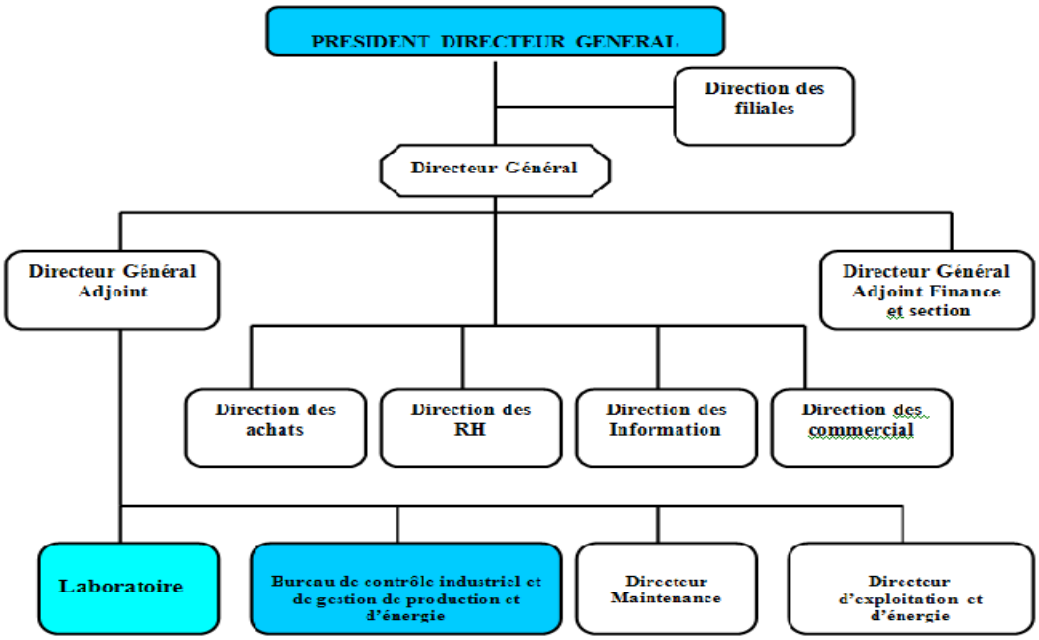



**Figure 1 :** Organigramme de la société COSUMAR

## 5. La Raffinerie de Casablanca

La raffinerie de Casablanca est située au quartier industriel des Roches Noires et s'entend sur une superficie de 20 hectares. L'usine a été créée en 1929 et regroupe aujourd'hui 1700 employées. Le chiffre d'affaire annuel est d'environ 3.1 Milliards de Dh.

Près de 2200 Tonnes de sucre sont produites par jour sous forme de pain de sucre, lingot, morceaux et granulés en sachet de 1, 2.5 et 50 Kg et commercialisées sous la marque Panthère. COSUMAR SA contribue à la satisfaction d'environ 70% des besoins du marché national. Sa capacité de production annuelle est de 700 000 tonnes dont :

- 57% sous forme de pains de sucre
- 17% sous forme de lingots et morceaux
- 26% sous forme de granulés

## 6. Processus de fabrication

En raffinerie, il y a deux sortes de sucres qui nous intéressent **:** Le saccharose, qui est le sucre blanc que nous consommons, et le sucre inverti que nous trouvons dans les fruits et dans le miel. Afin d'obtenir un sucre de haute pureté, le brut doit préalablement passer par plusieurs étapes que nous allons traiter dans cette partie.

### 6.1. Réception et stockage de sucre brut.

Le sucre brut arrive par camion provenant des sucreries du Maroc ou de l'importation (Caraïbes, Brésil, Australie, …). Ils déversent leur contenu sur des bandes transporteuses qui acheminent le sucre vers les silos. La Raffinerie de Casablanca reçoit quotidiennement une quantité moyenne de 3 500 tonnes, stockées dans trois silos sous forme de cône offrant une capacité totale de 75 000 tonnes.

Le sucre est conduit par d'autres bandes transporteuses vers deux balances pour la pesée, puis en direction d'un tamis et d'un aimant pour isoler les grosses impuretés et enfin vers la station d'affinage.

### 6.2. Affinage

Le sucre brut est pesé avant affinage pour déterminer le poids à l'entrée.
On procède à l'affinage du sucre roux affinable pour réduire le recyclage des non sucres dans les jets des hauts produits. Le sucre de haute polarisation est directement refondu sans affinage.
L'affinage permet d'enlever un maximum de coloration, au moins 50 %, contenue dans le film d'égout entourant le cristal et ce en refondant une quantité de cristal de sucre aussi faible que possible, inférieure à 15 % c'est la freinte.
L'affinage comprend deux opérations :

#### 6.2.1. Empattage

Il consiste à ramollir la couche superficielle chargée d'impureté (mêlasse …) en mettant le sucre brut en contact avec un sirop et en maintenant un chauffage. Il est réalisé dans deux empâteurs qui reçoivent du sucre brut mélangé avec de l'égout et du sirop.

Le sucre mélangé avec un sirop (égout) de 72 brix et 70°c de température, est déversé dans une goulotte reliée à l'empâteur (malaxeur d'une capacité de 270 hl, et muni d'un système d'agitation (pales) tournant à une vitesse de 2 Tr/ mn), et qui est aussi muni d'un double fond permettant la circulation de la vapeur d'eau pour maintenir une température du mélange sucre /égout comprise entre 50 et 55 °c.

Le sucre brut est le mélange sucre /égout ainsi obtenu est appelé masse cuite d'empattage et il est réglé de façon à obtenir un brix de 90-92 car en dessous de ce brix, il y aura dilution du sucre vers l'égout, et au-delà de ce brix, l'opération de mélange sera très difficile.

#### 6.2.2. Turbinage

Afin de séparer cristaux et égout, on utilise des centrifuges, qui permettent l'essorage de la masse cuite, c'est à dire, l'égout passe à travers la toile de la turbine et le sucre reste dans le panier, cette opération appelée **Turbinage**. Il reste sur les cristaux une quantité de sirop, qu'on enlève avec des eaux sucrées **:** C'est le **clairçage.**

Cette opération s'effectue par une série d'essoreuses Turbines (BMA) discontinues et programmables ayant une charge maximale de 1500kg et un diamètre de paniers de 1600mm, et tournant à une vitesse maximale de 1000Tr/mn.

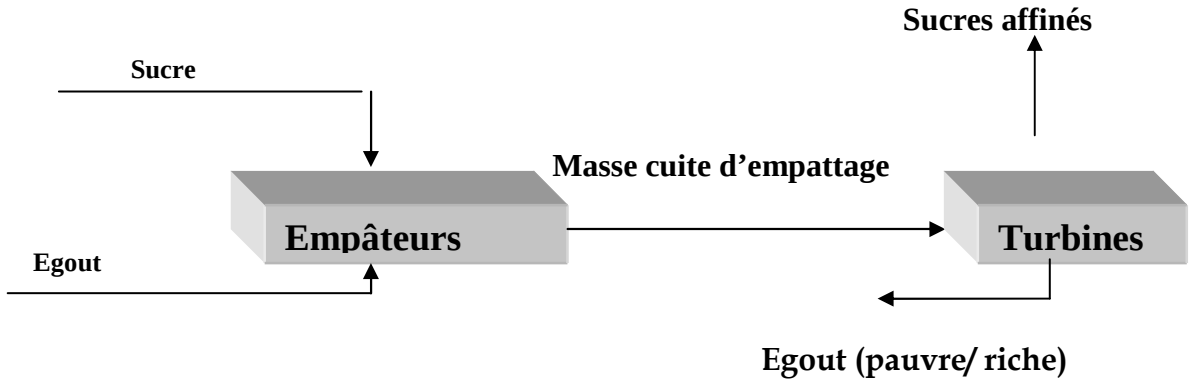



**Figure 2** : Schéma d'affinage

### 6.3. Refonte du sucre affiné

C'est la dissolution du sucre empâté afin de défaire le système cristallin pour attaquer les impuretés internes et externes.
Cette opération est effectuée dans des fondoirs en séries ou le sucre est mélangé avec des eaux sucrées avec un brix de 15 ou 16. L'eau de fonte ne doit pas contenir des sels minéraux pour éviter tout risque éventuel d'augmenter les cendres dans la fonte.

La fonte est mélangée avec la refonte du sucre affiné des bas produits pour constituer la fonte commune. Dont les caractéristiques sont en moyenne de pureté 99.2 à 99.5, brix 63 à 65 et une coloration de 400 à 800, les fortes colorations proviennent de la refonte des bas produits. Cette opération est réalisée dans trois bacs, avec recyclage sur échangeur de température pour avoir 72 à 76 °. Le sirop obtenu est appelé **commune non carbonatée** ou **fonte commune**.

## 7. Epuration du jus du sucre

L'épuration est le fait d'éliminer les impuretés incluses dans le système cristallin de sucre affiné, en ajoutant certains produits à la fonte pour rassembler les impuretés et faciliter la filtration.

### 7.1. La carbonatation

C'est le procédé de précipitation de carbonates de calcium dans la fonte, ce précipité doué de propriétés d'absorption entraînera la plupart des matières organiques et certaines impuretés, ce précipité est obtenu par réaction entre l'acide carbonique « $H_2CO_3$ » et le lait de chaux « $Ca(OH)_2$».

- ***Les réactions mises en jeu***

**1.** $CaO + H_2O \longrightarrow Ca(OH)_2$ Lait de chaux

**2.** $CO_2 + H_2O \longrightarrow H_2CO_3$ Acide Carbonique.

**3.** $H_2CO_3 + Ca(OH)_2 \longrightarrow CaCO_3 \downarrow + 2\,H_2O$

La carbonatation s'effectue dans une série de trois chaudières de manière continue, les températures convenables se situent entre 65-75 °C.

- ***Rôle de la carbonatation :***

La carbonatation fournit avec le carbonate de calcium un adjuvant de filtration bon marché :

- Elle rassemble gommes et résines.
- Elle enlève quelques cendres.
- Elle décolore le sirop jusqu'à 60 %.

Une fois carbonaté, le sirop à l'intérieur duquel il y a du carbonate de calcium est prêt à être filtré.

### 7.2. La filtration

La filtration se fait dans une installation de six filtres de types Diastar de capacité 30 $m^2$ chacun.
Ces filtres contiennent 80 poches chacun enveloppées 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.
Après filtration, on obtient un sirop carbonaté filtré d'une pureté supérieure à 99%, mais il reste dans ce sirop les matières colorantes n'ayant pas pu être enlevées par la carbonatation ou retenues par la filtration, on procède alors à une décoloration du sirop.

### 7.3. La décoloration

La décoloration se fait avec du résine sur deux stations de trois colonnes chacune, la plus petite travaille avec un débit de 35$m^3$/h et la plus grande avec un débit de 110$m^3$/h.
Les colonnes travaillent en série et leur alimentation se fait du bas vers le haut par la méthode up-flow.
La décoloration se fait en trois étapes :

- **La production :** la commune filtrée traverse la première colonne.
- **La finition :** la commune filtrée achève sa phase de décoloration.
- **La régénération :** c'est une étape pour régénère la résine pour une nouvelle décoloration.
-

## 8. L'évaporation

À la sortie de la décoloration, la raffinade a une pureté de 99.5% et un BRIX de 65.
À ce niveau la raffinade est prête à être cristallisée mais il est intéressant dans un souci d'économie d'énergie, de la concentrer c'est-à-dire de la réchauffer et de l'évaporer dans le but d'augmenter son BRIX de 65 à 75.
Cette opération se fait dans des chaudières appelées CEFT **(C**orps **E**vaporateurs **F**low **T**omb**.)**
Ces derniers sont alimentés 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, ainsi que de l'eau parvenue de la bâche chaufferie «un collecteur des condensas», les fluides vapeur-eau passent à contre courant à travers un faisceau tubulaire situé en bas du bouilleur.

## 9. Cristallisation

Comme l'évaporation avait pour rôle de concentrer le sirop, c'est à dire augmenter le brix, la cristallisation est une opération qui fait produire des cristaux de sucre.

- ***Concentration:***

Après confection du pied de cuite sous vide, le produit d'alimentation se trouve entièrement dans l'appareil. Il est concentré jusqu'à atteindre la sursaturation : ici c'est l'état d'une solution soit de l'égout, sirop ou autre, à une température donnée, renfermant plus de la quantité maximale de sucre dissout tout en évitant la formation de faux grains.

### ➢ *Grainage*

Le grainage constitue l'opération décisive de la formation du pied de cuite dont la qualité granulométrique conditionne dans une large mesure de la masse cuite (cristaux + eau mère)

Le grainage se fait par différentes manières :

- ♦ Grainage spontané : apparition naturelle des cristaux.
- ♦ Grainage par choc : en effectuant une chute brusque de température.
- ♦ Grainage par ensemencement à 83.4% de brix,ceci se fait par ouverture de la vanne de semence (alcool + sucre fini en poudre). C'est la méthode la plus utilisée puisqu'elle donne une granulométrie homogène.

### ➢ *Montée de la cuite*

Dans cette étape, la sursaturation est maintenue à une certaine valeur pour que les cristaux se nourrissent régulièrement sans qu'il y ait formation de nouveaux germes.

### ➢ *Serrage de la cuite*

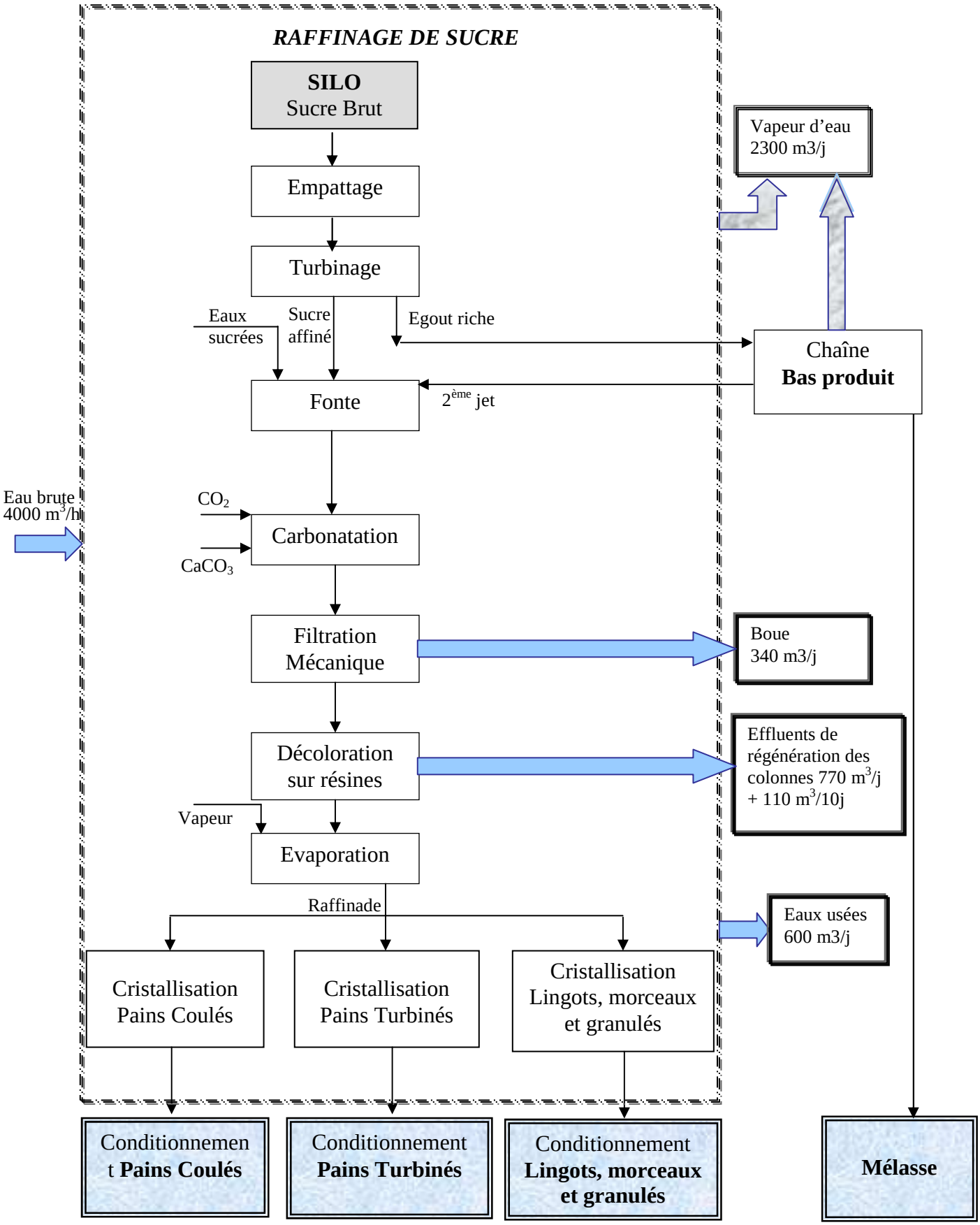
C'est la phase finale de la cuisson, il a pour but d'améliorer le rendement en cristaux et mieux épuiser l'égout mère (sirop contenu dans la masse cuite).

Le serrage se fait par fermeture de la vanne d'alimentation en sirop à 94% de brix, mais les vannes de vide et de la vapeur restent ouvertes pour évaporer le sirop.

### ➢ *Malaxage*

La masse cuite (MC) coulée d'un appareil à cuire se trouve à une très forte saturation. Si on la laisse reposer, le sucre encore contenu dans la liqueur-mère continuera donc à se déposer sur les cristaux. Mais cette MC est très serrée et la liqueur-mère très vite visqueuse. Au bout de très peu de temps, la cristallisation s'arrêterait si on laisse la MC au repos, parce que la couche de liqueur-mère entourant les cristaux serait vite épuisée et que la viscosité de la masse empêcherait les molécules de sucre plus éloignées de circuler et de passer à proximité des cristaux.

***Figure 3: SCHEMA DE PROCESS***



# *Revue Bibliographique*

# Chapitre I Généralités sur le sucre

## 1. Caractéristiques du sucre

### 1.1. La canne à sucre

La *canne à sucre* est une graminée aux racines plongeant profondément dans le sol, et dont la tige, partie productive, atteint jusqu'à 5 m de hauteur. Cette tige légèrement ovale (de 2 à 6 cm de diamètre) est entrecoupée, tous les 30 cm environ, de nœuds. L'écorce est lisse, allant du jaune au violet.**[1]**

### 1.2. La betterave

La *betterave* est une variété tuberculeuse de la bette appartenant, comme l'épinard, à la famille des Chénopodiacées. À côté des variétés sauvages, on compte quatre espèces cultivées: la fourragère, la potagère, la demi sucrière et enfin la sucrière conique et à collet plat, longtemps appelée la «blanche de Silésie» et dont les variétés fournissent une production équivalant à 15 et 20 % de leur poids. **[1]**

### 1.3. Chimie du sucre

#### 1.3.1. Brix

Tout produit sucré (solution jus, sirop, ou solution et cristaux magma, masse cuite…) est composé de matière sèche et d'eau.

Le brix est le rapport entre la quantité de matières sèches contenues dans l'eau et la quantité de solution.**[2]**

$$Brix = \frac{MS}{MS + E} \times 100$$

#### 1.3.2. Pureté

La composition d'un sirop est la suivante :

Sirop = Eau + Sucre + Non Sucres

La pureté définit la quantité de sucre (S) contenue dans la matière sèche (MS). Elle est généralement exprimée en %.

#### 1.3.3. du sucre brut

Le sucre brut provient d'une cristallisation du saccharose dans une eau mère ou sirop de canne /betterave.

Les cristaux de saccharose sont entourés d'une pellicule de basse pureté, contenant la plupart des impuretés. Cependant, on retrouve aussi des impuretés incluses dans le cristal lui-même.
Les éléments composant du sucre brut sont :

- Le sucre « saccharose ».
- Les cendres :(Phosphate, calcium, magnésium, silice, potassium, carbonates, fer, sodium, sulfates…etc.)
- Les sucre réducteurs (appelés aussi « glucose »...)
- Les non sucres organiques.
- L'eau.

Tous ces éléments sont des déterminants de la valeur commerciale du sucre.

### 1.3.4. Le sucre ou saccharose

Saccharose, sucre de formule chimique **$C_{12}H_{22}O_{11}$**, de masse molaire **342,30 g/mol**, appartenant au groupe de glucides connus sous le nom de disaccharides. Le sucre est très soluble dans l'eau : à température ambiante, on peut dissoudre jusqu'à **200 g** de sucre dans **100 g** d'eau, on obtient ainsi une concentration de **66%.** Et plus la température augmente, plus elle " accepte " une grande quantité de sucre !

**SACCHAROSE + EAU ⟶ GLUCOSE + FRUCTOSE**
**$C_{12}H_{22}O_{11}$ + $H_2O$ ⟶ $C_6H_{12}O_6$ + $C_6H_{12}O_6$**

Lorsqu'il cristallise, le saccharose forme de longues aiguilles minces faites de cristaux dextrogyres (qui dévient vers la droite le plan d'une lumière polarisée, avec un pouvoir rotatoire spécifique de +66,5). A l'état solide, c'est-à-dire cristallisé, le sucre, ou saccharose est un corps sans couleur ni odeur, qui possède, bien sûr, une saveur sucrée. Il cristallise sous forme de prismes anhydres. Chauffé à sec, un cristal de sucre commence à fondre vers 160-170°C. Son point de fusion est précisément de **186°C**. Et il faut dépasser les **190-200°C** pour voir apparaître une substance amorphe, brune et sirupeuse appelée caramel.**[1]**

### 1.3.5. Les sucres réducteurs

Désignent l'ensemble des réducteurs ou sucres non cristallisables. Car le glucose ne se cristallise pas.

### 1.3.6. Le non sucre organique

Il comprend :

- ✓ Des acides organiques libres.
- ✓ Des produits de la décomposition issus de la fabrication du sucre brut.
- ✓ Des gommes et des résines de cellulose.
- ✓ Des bactéries, moisissures ainsi que des matières colorantes.

# Chapitre 2 : Épuration du jus sucré

## 1. Introduction

Plusieurs raisons expliquent la nécessité d'une épuration du jus de diffusion avant concentration puis cristallisation :

- Le jus de diffusion a un aspect noir, grisâtre et opalescent. Il contient des particules en suspension auxquelles adhèrent des flocons de matières protéiques coagulées, et il est difficile de filtrer ces particules car elles collent aux filtres et le jus filtré ne serait pas clair
- Le jus de diffusion est acide (pH 5,6) et le chauffage en évaporation entraînerait une hydrolyse du saccharose avec production de sucres réducteurs qui eux-mêmes se dégradent en formant des matières colorantes ;
- Par ailleurs, le jus mousse fortement du fait de la présence de saponines et il serait donc impossible de l'évaporer tel quel. **[3]**

## 2. Chimie de l'épuration calco-carbonique

Parmi les nombreuses substances proposées pour l'épuration des sirops seuls la chaux et le gaz carbonique ont été universellement utilisés.

Ces produits sont exploités depuis plus d'un siècle car ils sont bon marché, accessibles, non toxiques et leur action est assez efficace.

Le principal objectif de l'épuration calco-carbonique est l'élimination des non sucres dont la présence rendrait difficile les étapes ultérieures de la fabrication.

### 2.1. Chaulage

#### 2.1.1. Le cycle de la chaux [4].

- *Chaulerie (préparation du lait de chaux)*

$$CaO + H_2O \longrightarrow Ca(OH)_2 + \text{énérgie (Kcal)}$$

- *Solubilité de la chaux*

La chaux est habituellement ajoutée selon la qualité de la fonte (qualité du sucre roux) et conduite de la raffinerie. Une partie de la chaux passe en solution, l'autre reste en suspension. La quantité de chaux dissoute est supérieure à celle que l'on peut normalement dissoudre dans l'eau. Cette augmentation de la solubilité est attribuée à la formation de saccharate calcique.

- *Carbonatation.* **[3]**

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \longrightarrow CaCO_3 + H_2O + \text{énérgie (Kcal)}$$

Cristaux de carbonate de calcium naissants

La chaux est fabriquée dans des fours à chaux (cas des sucreries de betterave)
Par calcination à 900 °C de la pierre calcaire CaCO3.

$$CaCO_3 + \text{énérgie} \longrightarrow CaO + CO_2$$

### 2.1.2. Effet de la chaux et de gaz carbonique. [4]

L'action de la chaux et du gaz carbonique s'exerce par les 4 mécanismes Physico-chimiques suivants :
- la précipitation
- la floculation - coagulation
- la dégradation
- l'adsorption

#### ✓ ***La précipitation***

Cette réaction est essentiellement due à l'ion $Ca^{2+}$ qui précipite sous forme de sels insolubles. C'est la formation de ce précipité qui va permettre à la réaction de se poursuivre, jusqu'à la disparition d'un des réactifs de départ.

Prenons par exemple la réaction de la chaux éteinte $Ca(OH)_2$, sur le sulfate de potassium $K_2SO_4$, qui est une impureté minérale dissoute dans la fonte.

$$Ca(OH)_2 + K_2SO_4 \longrightarrow SO_4Ca\downarrow + 2\,KOH$$

Le sulfate de calcium $SO_4Ca$ formé ne précipite pas totalement, mais il est très peu soluble. C'est cette insolubilité des sels de calcium qui est à l'origine des dépôts de tartre.

## ***Les réactions de précipitation***

*Composés minéraux*

$Fe^{2+}$ ; $Al^{3+}$ ; $\longrightarrow$ hydroxydes

$SO_4^{2-}$ ; $PO_4^{2-}$ $\longrightarrow$ sels de calcium

L'ion $OH^-$ participe à la précipitation de certains minéraux en formant des hydroxydes; $Fe(OH)_3$ , $Mg(OH)_2$ , $Al(OH)_3$ , etc.

#### ✓ ***La floculation***

Pour une fonte de pH basique. Elle contient des ions calcium $Ca^{++}$ (cations) dont les charges positives sont comme deux mains tendues vers d'éventuelles charges négatives.

Les réactions de coagulation et de floculation font appel à la fois à l'alcalinité (ion OH-) et à la présence des ions actifs $Ca^{2+}$

#### ✓ ***La coagulation – floculation***

Elle concerne les matières organiques telles que les protéines, pectines, polyphénols…
Les réactions de coagulation-floculation ont besoins d'une concentration en Ca++ favorable et une agitation lente.

*Schéma de réaction*

$$AnH + OH^- \longrightarrow An^- + H_2O$$
$$2\,An^- + Ca^{2+} \longrightarrow Ca(An)_2$$

Cela peut conduire à la formation de gros amas de floc et précipités pas ou peu réversibles.

### ✓ ***La dégradation***

Les réactions de dégradation sont principalement dues à l'ion $OH^-$ et concernent les sels d'ammonium, les amides (asparagine, glutamine, etc,…), les matières pectiques et les sucres réducteurs. Avec les amides la formule générale peut s'écrire :

$$R\text{-}CONH_2 + OH^- \longrightarrow R\text{-}COO^- + NH3 \nearrow$$

Ces réactions dépendent fortement de la température et de la durée; elles sont en général incomplètes.

La coloration n'a pas pour unique origine la destruction des sucres réducteurs; la caramélisation, c'est-à-dire la destruction thermique du saccharose, les mélanoidines.

### ✓ ***L'adsorption***

Le phénomène d'adsorption est une rétention de substance (le colorant) à la surface d'un solide adsorbant (les particules de carbonate de calcium).

Plus il y a de surface d'adsorbant, meilleure est l'adsorption. La réaction a lieu au moment de la formation des cristaux de carbonate. Le carbonate naissant ($CaCO_3$) comporte des charges positives permettant la fixation (adsorption) de particules portant des charges négatives, ce qui est le cas des particules à haut poids moléculaire.

# Chapitre 3 : Modélisation statistique

## 1. Introduction

La Modélisation de Données, c'est l'art d'extraire de l'information d'un ensemble de données obtenues par des mesures, et de condenser cette information dans un modèle exploitable. Généralement par des mesures on représente une grandeur d'un objet par un nombre en formant une famille de données telles que ces derniers se composent par des variables et des individus. **[5]**

## 2. Méthodes statistiques d'analyse de données.

### 2.1. Régression linéaire simple (RLS)

La régression linéaire est une méthode traditionnelle pour dériver un modèle en utilisant un seul paramètre. Elle corrèle ainsi la réponse cible à une variable explicative :

$$\hat{y} = a\,X + b$$

La méthode mathématique utilisée par cette technique est la méthode des moindres carrés

### 2.2. Régression linéaire multiple (RLM)

L'analyse de régression linéaire multiple **[6,7]** corrèle des variables Indépendantes (descripteurs) avec des variables dépendantes.

$$Y = a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + \cdots + a_2X_n + C$$

Avec :

$a_1$, $a_2$, ..., $a_n$ sont les coefficients et C c'est la constante de l'équation.

Pour les études de régression multiple, le nombre de variables doit être inférieur ou égal au nombre d'individus. Si le nombre de variables est élevé, il est plus judicieux d'utiliser la méthode du Partial Least Squares (PLS).

### 2.3. Analyse en composantes principales (ACP).

Cette méthode **[8,9]** est utilisée pour réduire un nombre important de descripteurs (variables initiales) en un nombre plus faible de nouvelles variables sans toutefois perdre trop de l'information initiale. Les n individus (pour nous les n composés étudiés) sont initialement représentés dans un espace à m dimensions (pour nous les m descripteurs calculés). Le principe de la méthode est d'obtenir une représentation approchée du nuage des n individus dans un sous-espace de plus faible dimensionnalité. Ces nouvelles dimensions sont une combinaison linéaire des dimensions initiales. Elles sont créées de telle façon que le maximum d'information (généralement la variance) soit présent sur la première dimension (premier axe factoriel). Les axes factoriels suivants sont choisis de la même façon en leur imposant comme contrainte d'être orthogonaux aux autres axes. L'analyse en composantes principales construit donc de nouvelles variables artificielles.

Des représentations graphiques 2D et 3D permettent de visualiser les relations entre les descripteurs, ainsi que l'existence éventuelle de groupes d'individus (cluster) et de groupes

de variables. L'analyse en composantes principales permet aussi par l'étude de la matrice des corrélations des descripteurs, de réduire le nombre de descripteurs, en éliminant ceux qui présentent une corrélation importante. Ceci est très utile pour réduire le nombre de variables avant d'effectuer une régression linéaire. L'analyse nous donne aussi une information quantitative sur la composition des axes factoriels en fonction des descripteurs.

# 3. Méthodes de validation

## 3.1. Validation croisé (VC).

La validation croisée à été introduite pour but d'optimiser le choix des variables explicatives dans le modèle linéaire. Depuis Craven et Whaba (1979) **[ 10] ],** elle est également communément utilisée en régression non paramétrique pour optimiser le paramètre de lissage lors de modélisations par des fonction splins**.** Eastment et Krzanowski (1982) puis krzanowski (1983-1987) **[11]** qui ont proposé l'emploi de cette technique pour aider au choix de la dimension en ACP.

Le principe consiste à estimer le modèle sur une partie de l'échantillon puis de calculer l'erreur commise sur une autre partie de l'échantillon qui n'a pas participé à l'estimation des paramètres de ce modèle.

La validation croisée originale (PRESS de ALLEN) ou leave-one out considère n échantillons d'apprentissage de taille n-1 obtenus en éliminant tour à tour chaque observation qui constitue l'échantillon test **[12].**

A partir d'une table initiale de données, on construit une autre table dite de validation croisée résultant du croisement des données initiales et de l'omission d'une ou de plusieurs rangées. Le nouveau modèle ainsi obtenu donne une nouvelle équation de corrélation qui permet de déduire l'activité résultante de l'exclusion de ou des rangées .la différence entre l'activité mesurée et celle prédite donne la déviation standard et la proportion de l'incertitude originale cross validated r carré de la validation croisée qui évaluent le modèle ainsi obtenu.

Le cycle de validation /prédiction est poursuivi jusqu'à ce que les valeurs obtenues pour l'activité cible soient constantes. Notons que la validation croisée est un processus contrôlé par le nombre de composé dans la table. Ainsi si le nombre de groupes de la validation croisée est posé égal au nombre de composés de façon à ce que toutes les activités cibles soient prédites par toutes les données, le processus de validation permettant d'obtenir des valeurs constantes dans des séries consécutives se produira pendant un temps très long car le modèle est réalisé autant de fois qu'il y a de composés dans la table.

## 3.2. Critères de validation

Pour valider l'équation de corrélation fournie par la méthode de régression statistique, différents critères peuvent être utilisés.

### 3.2.1. Coefficient de corrélation, r

$$r = \sqrt{1 - \frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_i (y_i - \sum_i \frac{\hat{y}_i}{n})^2}}$$

*Yi : Réponse mesurée*

$\hat{y}_i$:*Réponse calculée*

Ces coefficients déterminent la variance de la réponse qui est expliquée par le modèle de postulé. Ces coefficients ne sont pas affectés par l'unité de mesure choisie et traduisent :

Une bonne corrélation entre la réponse calculé et celle mesurée si r est plus proche de 1.
Une corrélation non linéaire entre la réponse calculé et celle mesurée si r est proche de 0.

### 3.2.2. Coefficient de détermination $R^2$

Le coefficient de détermination $R^2$ donne le taux d'explication ou pourcentage de la variation de Y expliquée par la variation de X :

$$R^2 = \frac{varition\ expliquée}{variation\ totale} = \frac{SC_{reg}}{SC_{tot}}$$

Si $R^2 = 0.80$ ce chiffre signifie que 80% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable X.

### 3.2.3. Test t de Student

Le test de student est un test de comparaison qui utilisé pour tester la signification des coefficients des facteurs de modèle.

Sous $H_0$, la loi de Student à (n-p-1) degré de liberté ($t_{calc}$) s'écrit :

$$t_{calc} = \left( \frac{r}{\sqrt{\frac{1-r^2}{n-p-1}}} \right)$$

On rejette $H_0$ (l'hypothèse nulle) lorsque : $t_{calc} > t_{(1-\frac{\alpha}{2}),(n-p-1)}$

D'où $t_{(1-\frac{\alpha}{2}),(n-p-1)}$ est la valeur de la loi de Student à (n-p-1) degré de liberté, à une probabilité $1-\frac{\alpha}{2}$.

### 3.2.4. F-test:

Le test de Fisher est utilisé dans l'analyse de variance (ANOVA) pour la comparaison de la variance expliquée avec celle résiduelle. En se basant sur ce test on peut juger sur l'explicativité et la prédictivité d'un modèle.

$$F = \frac{r^2}{1-r^2} X \frac{n-k_2}{k_2-k_1}$$

Avec :

K1 : est le nombre de paramètres dans l'équation de référence

K2: est le nombre de paramètres dans l'équation de régression considérée

n : nombre de points expérimentaux.

Ce test permet de déterminer si la corrélation est ou n'est pas significative à X% (exemple : 95%). Mais la conclusion obtenue ne doit pas nous faire penser que la corrélation a X% de chances d'être vraie mais seulement que la corrélation est vérifiée pour X% des composés pris pour référence et qu'une abstraction est faite pour les autres.

### 3.2.5. Erreur résiduelle ei:

$$e_i = y_i - (b + a\, x_i)$$

Elle représente la différence entre une valeur de la réponse observée et une valeur de réponse calculée à l'aide de l'équation de corrélation. Une valeur importante indique qu'un (o composé ne suit pas le modèle.

Le modèle associant une déviation minimale (S > 0), un coefficient de corrélation maximale (r >1), les termes les plus significatifs (déterminés par le calcul du F-test) et le nombre de points le plus important, sera généralement celui qui reproduira au mieux l'activité cible. Dés que la validation croisée est utilisée avec la méthode PLS, certains critères précédemment énoncée peuvent être insignifiants et de ce fait omis, d'autres peuvent changer de valeurs. La principale différence apparait au niveau de la définition de la valeur de S. la déviation standard s traduit généralement l'incertitude restante après que l'ajustement a été calculé, mais pour la validation croisée, S devient l'incertitude sur la prédiction de tous les composés et est souvent appelé PRESS. La caractéristique de ce terme est que sa diminution correspond à un accroissement de la valeur du terme de la validation croisée $R^2$ et traduit une amélioration des prédictions. En d'autres termes, le nombre optimal de composés correspond au terme de validation croisée $R^2$ le plus élevé. Pour un modèle présentant plus d'une colonne dépendante, le nombre optimal de composés se rapporte à celle qui possède la plus haute somme du terme de validation croisée r carré de chaque composé.

# *Matériels et Méthodes*

# 1. Cadre et objectifs

Le présent travail a pour objectif d'élaborer un model statistique à partir des données extraites de procédé de carbonatation pour la maîtrise de ce dernier.

.

Pour réaliser ce travail on a passé par les étapes suivantes :

- Analyse de source de variation au niveau de procédé;
- Elaborer un bilan de matière
- Suivie et extraction des valeurs des paramètres au moment ou le procédé est en marche.
- Modélisation de ce procédé à partir des données extraites en tenant en compte comme effets le taux de décoloration et la filtrabilité de jus sucré.
- Elaboration d'un tableau de bord pour le suivie de procédé.

# 2. Matière à épurer

Pour réaliser cette étude nous avons travaillé sur le sirop sucré provenant de la station d'affinage. Le jus de sucre à épurer contient, en plus de saccharose à purifier, différent impuretés qui peuvent être inclus dans les cristaux de sucre brut, d'où la coloration élevé et la pureté inférieure.

Ces impuretés peuvent être :

- Des matières organiques responsables sur la coloration.
- Des particules méllassigène qui empêche la cristallisation du saccharose.
- Des cendres (Al, Mg, Fe…) qui influencent sur la pureté.

# 3. Champ de l'étude

Ce travail a été réalisé au sein de la station d'épuration du jus sucré à la société COSUMAR casa, cette station sera décrit dans les paragraphes au dessous.

# 4. La carbonatation

## 4.1. Définition

C'est le procédé de précipitation du carbonate de calcium dans la fonte sous une forme gélatineuse, il permet de séparer les gommes, les résines et quelques cendres assurant ainsi une décoloration partielle du sirop qui peut atteindre jusqu'à 60% et donnant à la fin un sirop qu'on appelle commune carbonatée.

## 4.2. Rôle de la carbonatation

Le jus de sucre provenant des fondoirs a une pureté entre 99,25% et 99,32% et il a un aspect grisâtre avec formation de la mousse facilement ce qui influence négativement sur la cristallisation par formation de cristaux colorés. Ainsi que la légère acidité du jus de sucre (pH= 5,8 à 6,1) conduit à une forte inversion de saccharose.

D'où la nécessité de la carbonatation pour minimiser d'une part la coloration et d'autre part corriger le pH de telle façon à ne pas convertir le saccharose.

### 4.3. Défécation calco-carbonique

Elle consiste en un chaulage par une addition massive du lait de chaux à 15 à 20 ° Baumé pour une proportion de 3 à 5 gr de CaO au litre de fonte, suivie d'une neutralisation de la chaux par du gaz carbonique provenant des chaudières à vapeur
(fumées) avec une richesse en gaz de 13 à14 volume CO2% volume de gaz.

## 5. Réalisation.

### 5.1. Préparation de lait de chaux.

#### 5.1.1. Chaulerie

Cette opération s'effectue dans une station appelé chaulerie contenant l'appareil Mick, où s'opère l'hydratation de la chaux vive, est constitué par un tambour horizontal, tournant sur des galets, vitesse 1 à 2 tr/mn. La chaux vive et l'eau les eaux sucrées, sont introduites en tête du tambour et ils cheminent vers la sortie, entraînés par des palettes inclinées et des godets. A la sortie et tournant avec le tambour, un cône tamiseur permet d'éliminer les gros morceaux et de les séparer du lait de chaux. Tout sort du tambour par débordement.

Le Mick sert à produire une solution colloïdale de chaux éteinte en présence de l'eau d'extinction ou des eaux sucrées.

La réaction d'hydratation étant exothermique, Il faut de larges hottes pour évacuer les vapeurs produites; La violence de cette réaction a tendance à produire des mousses qui amènent certaines usines à des ajouts d'antimousses à cet endroit.

La quantité d'incuits ou des surcuits qui sortent du Mick est liée à la qualité de la Chaux cuite.

#### 5.1.2. Epuration de lait de chaux.

A la sortie du Mick, Il y a dans le lait de chaux des impuretés abrasives qu'il faut éliminer (cendres, sable, incuits, surcuits).

En général, les usines épurent physiquement le lait de chaux sortant du Mick. On utilise :

- ✓ Le tamisage qui permet la séparation des grosses impuretés telles les incuits et les surcuits.
- ✓ Le cyclonage (dessablage) afin d'éliminer les fines qui ont traversé le tamisage. Cette technique présente des risques importants de pertes de lait de chaux.
- ✓ L'épurateur Giard (classificateur) qui sépare les fines et les grosses impuretés
- ✓ On peut également utiliser une combinaison cyclone et Giard, le Giard travaillant sur la sous-verse du cyclone.

**<u>Le dessablage.</u>**

Le dessablage est une protection contre l'abrasion dans les pompes et pour éviter les bouchages par dépôt dans les points bas.

### 5.2. Le chaulage.

Le chaulage est pratiqué à la température de la fonte commune 70 à 75 °C, à une alcalinité exprimée en CaO en moyenne de 5 gr / litre de fonte avec une maturation de 4 à 5 mn dans un bac agité.

### 5.3. Carbonatation.

Le gaz carbonique extrait des chaudières (un mélange de $CO_2$, l'excédent d'air de combustion des fumées acides $SO_2$) est chaud subit un lavage à l'eau pour enlever les impuretés et pour neutralisation avant aspiration des pompes à gaz. L'eau de lavage est alcalinisée par l'ajout $PO_4Na_3$ et des différents équipements.

Le gaz passe à travers un ou plusieurs laveurs en série (le gaz traverse à contre courant des fines nappes ou des rideaux d'eau) avant d'être envoyé aux pompes à gaz pour être refoulé aux carbonatations. La richesse de gaz est de 13.5 à 14 suivant le rendement de combustion des chaudières.

La carbonatation a trois objectifs principaux :

- ✓ neutraliser la chaux afin d'abaisser le pH du la fonte aux environs de 8.5
- ✓ absorber les colorants sur le $CaCO_3$ naissant
- ✓ produire des cristaux de $CaCO_3$ qui serviront de support de filtration à l'étape suivante.

Elle est pratiquée en deux ou trois étapes selon le débit et la qualité de la fonte, pour optimiser la consommation de gaz, donc la dimension du circuit de gaz et la consommation de puissance des compresseurs.

La quantité du $CaCO_3$ formée est fonction de la vitesse de dissolution du $CO_2$.

La carbonatation également appelée saturation se fait en continu, dans la première chaudière se fait la saturation, autrement dit, la plus grande partie du gaz carbonique + 60 % entre par cette chaudière. Ce procédé facilite et prolonge le plus possible le contact entre le $CO_2$ et la fonte dans les chaudières suivantes. (voir annexe 1).

Sur la $1^{ère}$ chaudière le débit de gaz est réglé par une régulation de débit de la fonte et sur les deux autres chaudières par régulation de pH.

La carbonatation est une réaction exothermique qui provoque un dégagement de vapeur d'eau qui se mélange au gaz en excès.

La carbonatation est suivie d'un bac de contact avant la filtration. Il permet la recombinaison de la chaux et du gaz encore dissout et d'assurer un volume de jus pour assurer les cycles de démarrage pour les filtres épaississeurs.

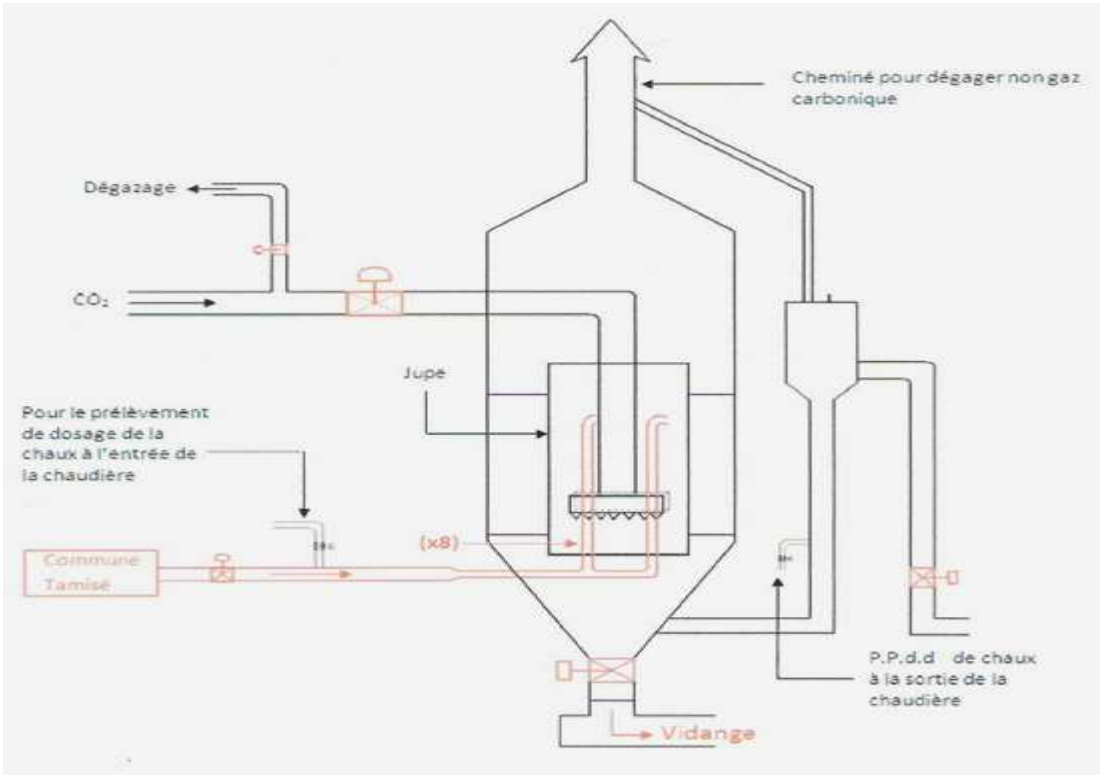



***Figure*** 4 : Schéma d'une chaudière de carbonatation.

La carbonatation doit avoir un temps d'une heure environ pour assurer un grossissement suffisant des cristaux et une température dans la dernière chaudière à carbonater de 75 à 80°C.

Les températures élevées diminuent l'absorption du gaz $CO_2$ d'où le mauvais rendement de la carbonatation et mal formation des cristaux de carbonates de calcium et baisse de la filtrabilité. Normalement on carbonate dans la première chaudière à 65 °C et on réchauffe avant la dernière chaudière à 70 – 75 °C. Ainsi les boues bien formées assurent une bonne filtrabilité.

## 6. Filtration.

L'objectif de la filtration est la production d'un sirop carbonaté limpide par séparation des cristaux de carbonate de calcium et des impuretés précipités et solides.

Elle est pratiquée à une température de 85 à 90 °C, par réchauffage du sirop sorti carbonatation. Le brix du sirop à filtrer est de l'ordre de 64 à 66.

### 6.1. Déroulement de la filtration.

La COSUMAR dispose d'une série de filtres de type Diastar (Gaudfrin) fonctionnant en parallèle, d'une manière continue et en automatique. Chaque élément de filtration est équipé d'un verre de contrôle de limpidité, avec un arrangement symétrique des éléments de filtration permettant une formation régulière du gâteau.

La filtration est sans adjuvant.

Le cycle se déroule en 7 phases :

1. démarrage par une mise à clair du filtrat par recyclage
2. production du sirop limpide, formation du gâteau sur les cadres pendant que la pression augmente dans le filtre
3. vidange du sirop quand Δp est de 1 bar (au début 4.5 bars et sortie 0.5bars)

4. vidange du sirop dans le bac de sirop carbonaté
5. remplissage en boues diluées
6. soufflage à la vapeur
7. déchargement du gâteau et des boues diluées

***Figure 5*** : Image de filtre Diastar

# *RESULTATS ET DISCUSSIONS*

## 1. Bilan de matière

D'après la description de la carbonatation, nous savons bien qu'il y a consommation de certains produits chimiques nécessaire pour le déroulement de l'épuration comme la chaux vive qui se transforme en lait chaux puis sera introduit au pied de la colonne de carbonatation en se mélangeant avec le sirop et également le gaz carbonique qui sera introduit en tête de la colonne et sera barboté dans le sirop. La réaction de neutralisation de lait de chaux produit des précipités majoritairement CaCO3 qui sera sous forme floculée.

L'objectif et mettre en place un bilan de matière permettant de savoir les quantités consommé et produites à partir des entrés de procédé (débit sirop, débit lait de chaux, Alcalinité et le gaz CO2) et de la stœchiométrie de réaction de neutralisation :

$$\mathbf{CaO + CO_2 \longrightarrow CaCO_3}$$

Les résultats obtenus sont organisées dans un tableau Excel, j e site ci-dessous un exemple : A partir des valeurs introduites de débit de sirop, de débit de lait de chaux et d'alcalinité de la fonte on trouve les paramètres calculées :

### 1.1. Bilan Chaux

Dans ce bilan on veut savoir la quantité de chaux vive qui se consomme au niveau de la carbonatation. Pratiquement on solubilise la chaux vive dans l'eau pour obtenir le lait de chaux qui sera envoyé vers la carbonatation. En effet dans ce bilan nous allons déterminer les caractéristiques du lait de chaux telles que la concentration de la chaux vive dans le lait de chaux (Cl), le degré baumé, la masse de lait de chaux (m ($Ca(OH)_2$) et la masse de chaux vive (m(CaO)) à partir des trois paramètres ( Ds, Dchx et C'1). Ces caractéristiques se calculent comme suit :

On peut conclure la concentration en chaux vive à partir de l'alcalinité de la première chaudière C'1, le débit de sirop et le débit de lait de chaux:

$$Cl = \frac{(Dchx + Ds) * C'1}{DcHx}$$

Le baumé se calcule à partir de la densité :

$$Baumé = \frac{d - 1}{d} * 143{,}5$$

La masse de lait de chaux :

$$\mathbf{m\ (Ca(OH)_2) = d*Dchx}$$

Donc la masse de chaux vive en tonne consommé par heure est :

$$\mathbf{m(CaO) = Cl*Dchx*d}$$

Dans le tableau ci-dessous je site un exemple de calcul de ces caractéristiques:

**Tableau 1** : Estimation des caractéristiques de la chaux à partir des paramètres mesurés.

| Valeurs mesurés | |
|---|---|
| **Ds** | 160 |
| **Dchx** | 5 |
| **C'1** | 6,5 |

| Paramètres calculés | |
|---|---|
| **Cl=** | 214,5 |
| **d=** | 1,46 |
| **m($Ca(OH)_2$)=** | 7,28 |
| **m(CaO)=** | 1,56 |
| **m($H_2O$)=** | 5,72 |
| **Baumé =** | 20,02 |

**Ds** : Débit de sirop de la fonte.
**Dchx** : Débit de lait de chaux.
**C'1** : Alcalinité de la fonte.
**Cl** : Concentration de CaO dans le lait de chaux.
**m (Ca(OH)2)** : masse de lait de chaux consommée par heure.
**m(CaO)** : masse de chaux vive consommée par heure.
**m(H2O)** : masse d'eau consommé pour préparation de lait de chaux.
**N.B** : Toutes les masses sont en tonnes.

### 1.2. Bilan $CO_2$

Dans l'élaboration de ce bilan nous avons considéré qu'il y a une alcalinité résiduelle et perpétuelle en CaO d'environ 0,06 à la sortie de la troisième chaudière.

La neutralisation de la chaux est effectuée par le $CO_2$, la réaction est la suivante :

$$\mathbf{CaO + CO_2 \longrightarrow CaCO_3}$$

A chaque quantité de CaO consommé il y a aussi une quantité de CO2 correspondante pour la neutraliser, donc la masse de CO2 consommée est la suivante :

$$\mathbf{m(CO_2) = 0{,}786*(Cl*Dchx*d)}$$

Le taux d'absorption de gaz $CO_2$ se calcul à partir de la richesse d'entrée et celle de sortie de la colonne de carbonatation.

Richesse : Pourcentage volumique en $CO_2$ dans le fumé barboté dans la chaudière**.**

$$\textbf{T d'absorption } CO_2 = \frac{(R_1 - R_2)}{R_1} \times 100$$

**Tableau 2** : Estimation de la consommation de gaz $CO_2$ à partir de sa richesse et de la masse de $CaCO_3$

| Valeurs mesurés | |
|---|---|
| $R_1$ | 13 |
| $R_2$ | 8 |
| m(CaO)(t) | 1,56 |
| $C'_{res}$(CaO) | 0,06 |

| Paramètres calculés | |
|---|---|
| $m(CO_2)(t)$ | 1,23 |
| T d'absorption $CO_2$ | 38,46 |
| $m_{res}$(CaO)(kg) | 9,6 |
| $m(CaCO_3)(t)$ | 2,78 |

**T absorption $CO_2$** : % de $CO_2$ absorbé
**$R_1$(%)** : Richesse d'entré
**$R_2$(%)** : Richesse d'échappement
**m(CaO)** : masse de chaux vive consommée par heure.
**$m(CO_2)$** : masse de précipité consommée par heure.
**$m(CaCO_3)$** : masse de chaux vive consommée par heure.

### 1.3. Quantités de $CO_2$ consommé et $CaCO_3$ formé au niveau de chaque chaudière

Chaque chaudière est caractérisée par une alcalinité d'entrée et une autre de sortie qui représentera l'entré de la chaudière qui suit :

Valeurs des alcalinités au niveau de sortie de chaque chaudière de carbonatation :

**Tableau 3** : Alcalinités au niveau de chaque chaudière de carbonatation.

| | |
|---|---|
| $C'_1$ | 6,5 |
| $C'_2$ | 1,2 |
| $C'_3$ | 0,4 |
| C'res | 0,06 |

$C'_1$ : Alcalinité d'entré de la première chaudière.
$C'_2$ : Alcalinité d'entré de la deuxième chaudière.
$C'_3$ : Alcalinité d'entré de la troisième chaudière.
C'res : Alcalinité à la sortie de la troisième chaudière.

A partir des alcalinités dans le tableau 3, on estime les consommations en $CO_2$ et en CaO et les masses des boues qui se forment pour chaque chaudière. Le calcule est le même pour chaque chaudière,
On calcul d'abord la quantité de CaO consommé par la 1ère chaudière : C'est la différence entre C'1 et $C'_2$:

Soit : $$\mathbf{m(CaO)\ (chaudière\ 1) = (C'_1 - C'_2) * Ds * 10^{-3}}$$

$$\mathbf{T\ d'absorption\ CO_2 = m(CaO) * \frac{44}{56} \times 100}$$

Le calcul s'effectue de même manière pour les autres chaudières.

**Tableau 4** : Masses de $CO_2$ et de chaux consommées et de $CaCO_3$ formé au niveau de chaque chaudière :

| | Chaudière 1 | Chaudière 2 | Chaudière 3 |
|---|---|---|---|
| **m($CO_2$)(g/l)** | 4,164 | 0,63 | 0,267 |
| **m($CaCO_3$)(g/l)** | 9,464 | 1,43 | 0,607 |
| **m($CO_2$)** | 0,625 | 0,09 | 0,091 |
| **m(CaO)** | 0,848 | 0,128 | 0,0544 |

Donc à partir de ce bilan on peut estimer les quantités de $CO_2$ et de la chaux vive consommées et les quantités de boue formée pendant chaque heure, ces valeurs sont en fonction des débits de sirop et dz lait de chaux et de gaz $CO_2$, donc on peut maitriser et prévoir la consommation des entrés et la production des sorties.

# 2. Modélisation statistique

## 2.1. Analyses de variations

L'analyse des différentes sources de variation et leur influence sur le taux de décoloration et la filtrabilité. Sera meilleure si elles sont d'abord visualisées sur des diagrammes de causes et des effets.

### 2.1.1. Taux de décoloration

Le taux de décoloration est le pourcentage de coloration éliminé par carbonatation. Le sirop entre à une coloration bien déterminé et sort avec une autre coloration inférieure. Cette différence nous permet la détermination de taux de décoloration. Généralement une bonne carbonatation conduit à un taux de décoloration le plus élevé possible.

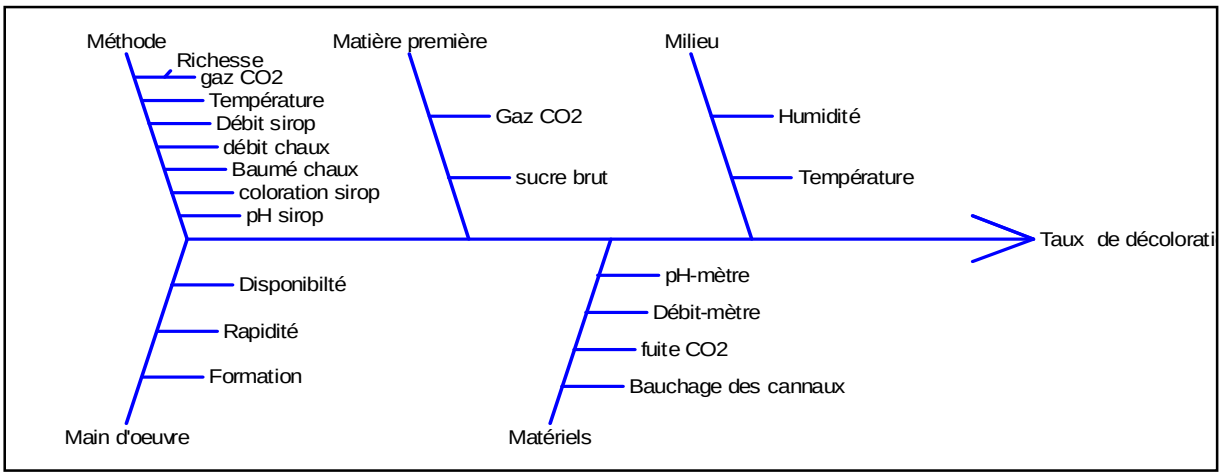



**Figure 6** : Diagramme d'Ishikawa contenant les sources possible de variations de taux de décoloration.

### 2.1.2. Filtrabilité

Par mesure de filtrabilité on peut estimer l'aspect de la filtrabilité au niveau industriel. Pour la mesurer on prélève un échantillon de sirop de la commune filtrée (V= 200 ml) et on le filtre pendant 15 minute, puis on mesure le volume de filtrat qui nous indique l'aspect de la filtration.

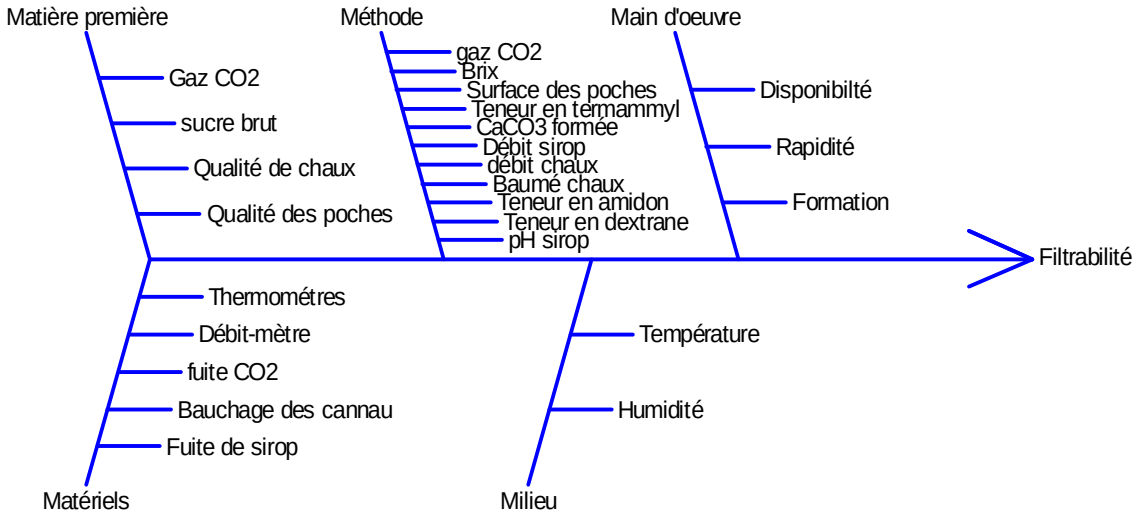



**Figure 7** : Diagramme d'Ishikawa de sources possibles de variations de filtrabilité.

## 2.2. Modélisation

D'après le diagramme d'Ishikawa nous avons déterminé 23 paramètres qui peuvent avoir un effet éventuel sur le taux de décoloration. Nous avons collecté environ 40 échantillons pour le suivie de ces paramètres. Parmi ces paramètres il y on a ceux qui sont mesurés au laboratoire d'autres sur place ou lu sur système informatique. Les individus et les paramètres sont rassemblés dans un tableau Excel.

### 2.2.1. Etude de corrélation

Pour étudier la corrélation entre facteurs j'ai construis un tableau de données sous Excel puis exportation sous The Unscrembler qui sera utilisé pour le calcul de la matrice de corrélation. (Voir annexe)

### 2.2.2. Réalisation d'une ACP

Après visualisation et observation de tableau de données et j'ai fais une ACP pour les projeter. On a obtenu le graphique des loadings suivant :

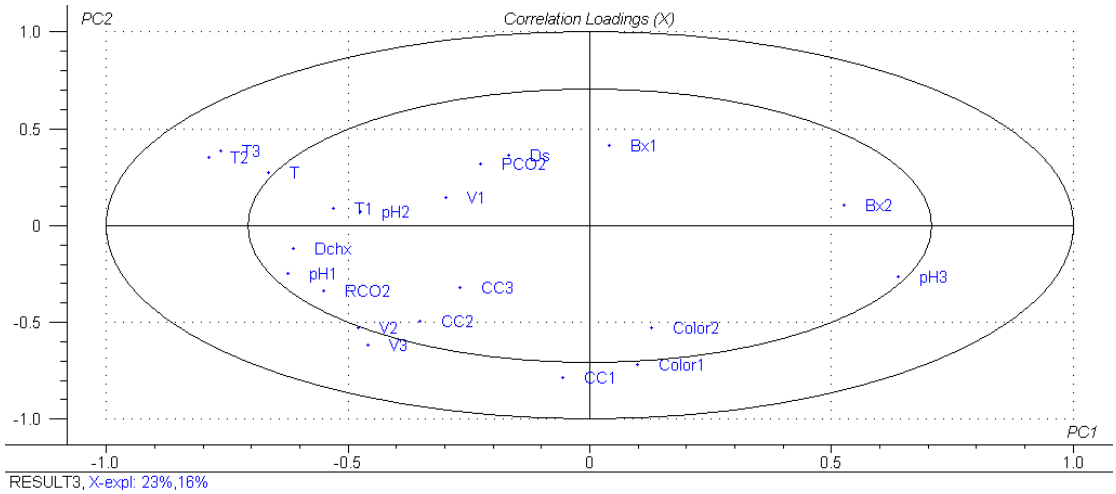



**Figure 8** : Cercles de corrélations sous les deux premières composantes principales.

D'après le graphique des loadings on observe qu'il y a juste quelques paramètres voisinés et de faibles nuages de points, ce qui implique qu'il y a de faibles corrélations ou de des corrélations qui ne portent pas d'importantes informations.

La figure ci-dessous montre les pourcentages de variabilités expliquées en fonction de nombre de composantes principales.

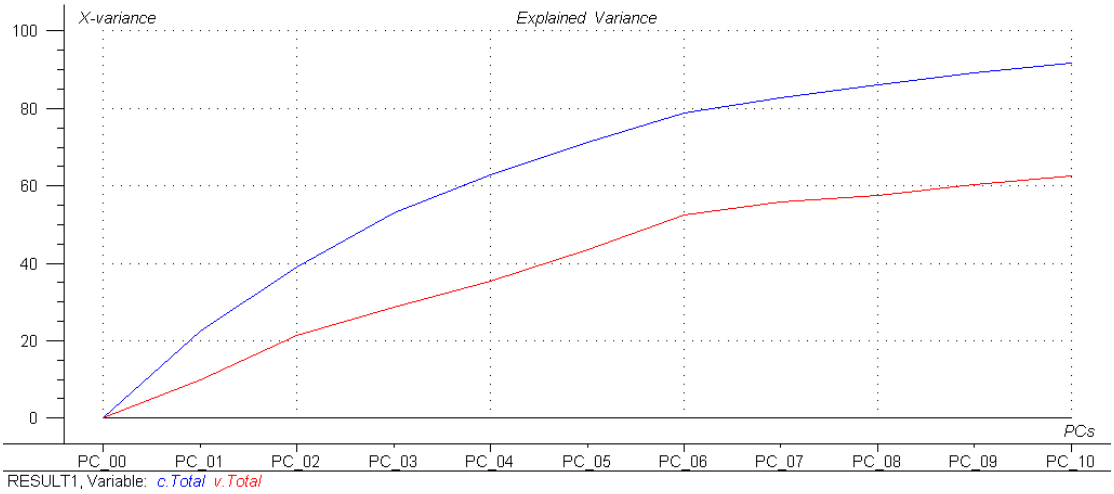



**Figure 9** : Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales.

Les figures montrent que les deux premières composantes principales expliquent une variabilité inferieure à 20% et il faut 8 composantes pour expliquer 90% de variabilité. Ceci présente un risque de surmodélisation et de faible prédictivité de model construit à base d'ACP. Donc on peut conclure à partir des ces données que les méthodes de modélisation à base d'ACP comme PCR ou PLS ne seront plus valable pour prédire la filtrabilité et le taux de décoloration.

### 2.3. Réalisation d'une régression linéaire multiple (RLM).

Apres l'étude des corrélations nous allons construire un model RLM qui corrèle les variables indépendantes avec les variables dépendantes. Je me basais sur 37 échantillons pour calibrer et STATGRAPHICS et The Unscrembler comme logiciels de calcul.

#### 2.3.1. Taux de décoloration

Le traitement par régression linéaire multiple est plus précis, car il permet de relier les descripteurs au taux de décoloration. Cette méthode utilise la probabilité critique (p-value), et les valeurs de test de student(t) pour la sélection des meilleurs descripteurs pertinents. Les descripteurs sélectionnés sont présentés dans le **tableau 6**, celui-ci regroupe les coefficients de régression, l'erreur type, t-value et p-value avec une représentation graphique dans l'espace des réponses prédits en fonctions des réponses mésurées. La RLM va alors faire passer "au mieux" un plan (au sens des Moindres Carrés) à travers le nuage de points individus pour la calibration et validation.

Neuf variables sont obtenus pour un seuil de signification (p-value) inférieur a 0,05. Les descripteurs retenus sont donc : Bx1, Bx2, C'1, Color1, Color2, Ds, Ph3, T, T1 et V2.

**L'équation de régression obtenue est la suivante :**

**Taux de décoloration = 133,749 – 0,37*Bx1 – 0,28*Bx2 – 0,77*C'1 + 0,045*Color1- 0,085*Color2 – 0,022*Ds – 4,4*Ph3- 0,13*T + 0,116*T1 + 0,012*V2.**

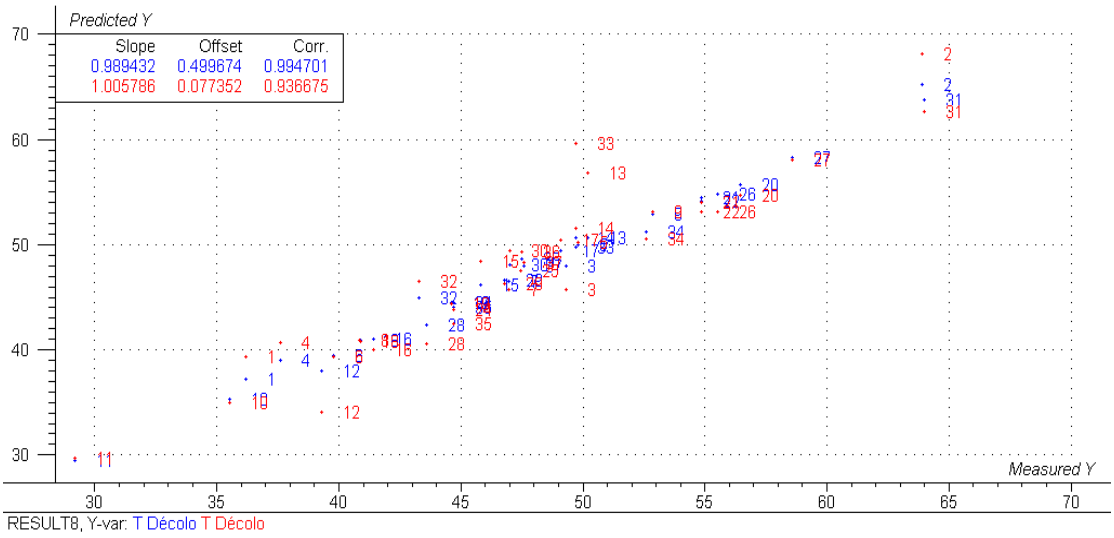



**Figure 10** : Réponses prédits en fonction des réponses mesurées avec hyperplan montrant les résidus

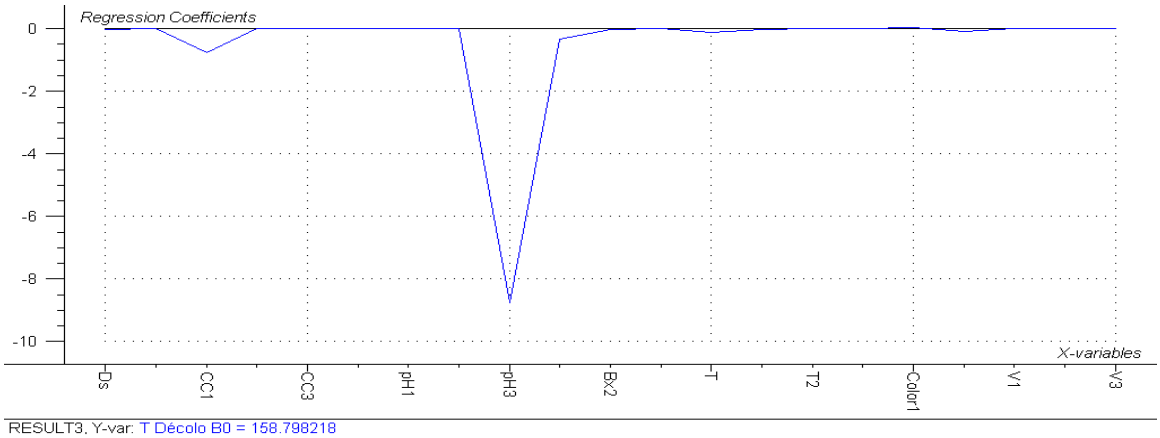



**Figure11** : Graphique illustrant les poids factoriels.

## Analyse de variance

**Tableau 5 :** Analyse de variance pour le modèle de prédiction de taux de décoloration.

| Source | Somme des carrés | ddl | Carré moyen | F | p-value |
|---|---|---|---|---|---|
| **Modele** | **2026,5** | **10** | **202,65** | **209,63** | **0,0000** |
| **Résidu** | **24,1681** | **25** | **0,966725** | | |

**Pour N=37 On a $R^2$ (calibration) = 98,01 % ; $R^2$(validation) = 87,72 %**
**R(calibration)=0,99 ; r(validation) = 0,937**

D'après le tableau d'ANOVA et les ($R^2$,r) de calibration et ($R^2$,r) de validation on peut conclure que le modèle a un bon pouvoir explicatif et prédictif.

**Tableau 6 :** Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM.

| Paramétres | Estimations | Erreur type | p-value |
|---|---|---|---|
| constante | 133,749 | 19,7129 | 0 |
| Bx1 | -0,369587 | 0,150831 | 0,0216 |
| Bx2 | -0,279242 | 0,191014 | 0,1562 |
| C'1 | -0,768363 | 0,248345 | 0,0048 |
| Color1 | 0,0453803 | 0,00166207 | 0 |
| Color2 | -0,0851965 | 0,00224585 | 0 |
| Ds | -0,0217705 | 0,0144966 | 0,1457 |
| Ph3 | -4,39803 | 1,53384 | 0,0083 |
| T | -0,128328 | 0,131756 | 0,3394 |
| T1 | 0,115938 | 0,180613 | 0,5268 |
| V2 | 0,0107008 | 0,0076946 | 0,1766 |

### 2.3.2. Filtrabilité

La réponse dans ce cas est la filtrabilité, le calcul et l'estimation des paramètres a été effectuée par The Unscrembler. Les graphes ci-dessous représentent respectivement les

réponses prédits en fonction des réponses calculés ce qui permet de visualiser le résidu graphiquement et l'autre graphique représente les coefficients des facteurs.

- **L'équation de régression obtenue est la suivante :**

**Filtrabilité = -1494 + 16,3*RCO2- 8,7*C'1-7*C'2-11,26*C'3+97,8*Ph1-16,66*Ph2+78,5*Ph3-2,34*Bx2-3,12*Dchx-5,13*T2+5,83*T3-0,02*Color1+0,032*Color2-0,123*V1-0,074*V2-0,083*V3**

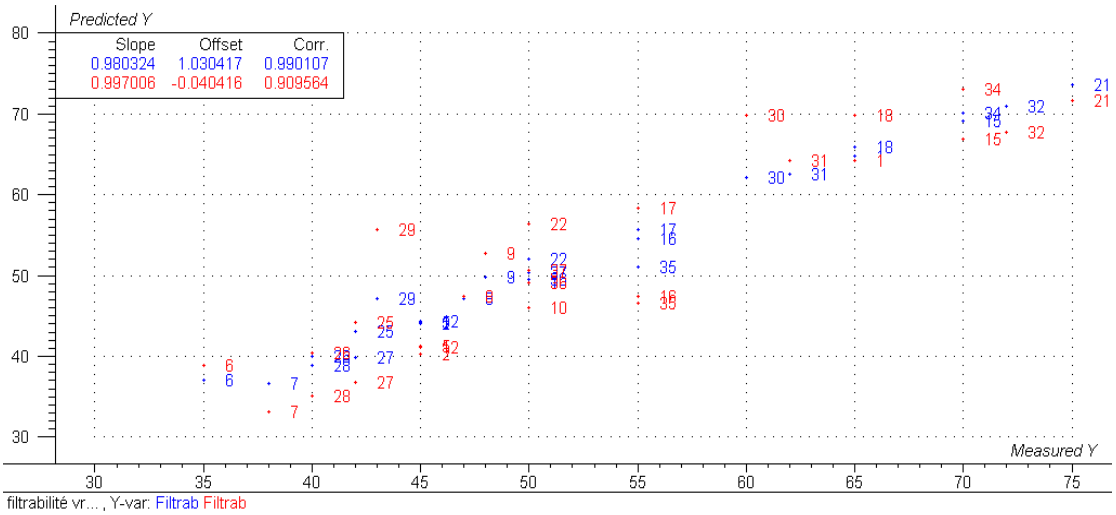



**Figure 12** : Hyperplan pour les données de calibration et validation.

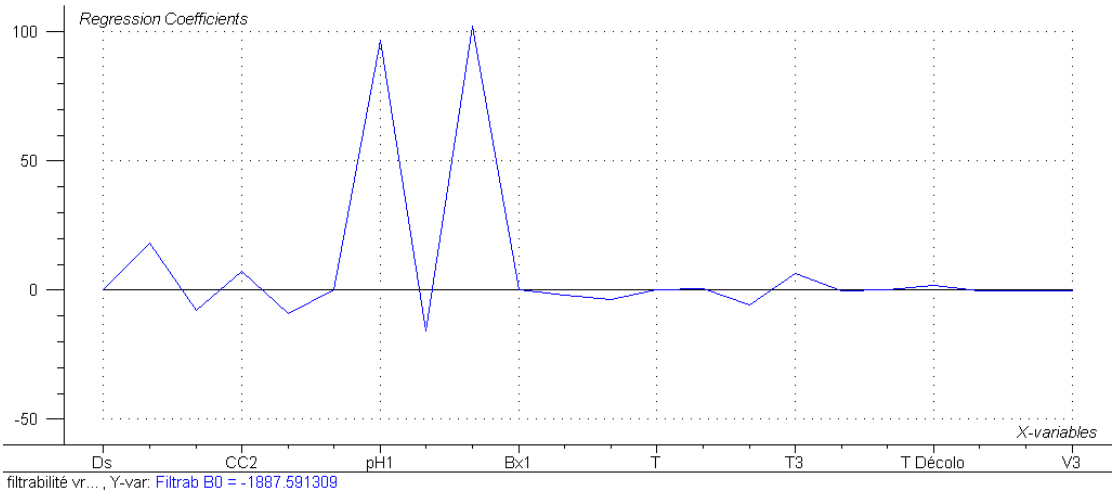



**Figure 13** : Graphique indiquant les coefficients des paramètres.

## Analyse de variance

**Tableau 7 :** Analyse de variance pour le modèle de filtrabilité.

| Source | Somme des carrés | ddl | Carré moyen | F | p-value |
|---|---|---|---|---|---|
| **Modele** | **3259** | **17** | **191.03** | **17,03** | **0,0001** |
| **Résidu** | **101.04** | **9** | **11.257** | | |

**Pour N=28 On a $R^2$ (Calibration) = 97,0 % ; r(Calibration) = 0,984 ;**
**$R^2$ (Validation) = 0,75 % ; r (Validation) = 0,864**

D'après les $R^2$ de calibration et de validation et r de calibration et de validation on peut conclure que le modèle a un bon pouvoir explicatif et prédictif.

**Tableau 8 :** Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la filtrabilité.

| **Paramètres** | **Estimations** | **Erreur type** | **p-value** |
|---|---|---|---|
| constante | -1494 | 177,38 | 0,0000 |
| C'1 | -8,7 | 1,43 | 0,0002 |
| C'2 | 7 | 3,58 | 0,0002 |
| C'3 | -11,26 | 7,33 | 0,15 |
| Ph1 | 97,78 | 9,15 | 0,0000 |
| Ph2 | -16,96 | 3,1 | 0,0004 |
| Ph3 | 78,5 | 19,02 | 0,003 |
| Bx2 | -2,34 | 1,11 | 0,064 |
| Dchx | -3,2 | 1 | 0,01 |
| T1 | 0,023 | 1,056 | 0,98 |
| T2 | -5,14 | 2,054 | 0,034 |
| T3 | 5,85 | 1,8 | 0,01 |
| Color1 | -0,087 | 0,01 | 0,09 |
| Color2 | -0,032 | 0?012 | 0,02 |
| V1 | -0,13 | 0,03 | 0,0015 |
| V2 | -0,074 | 0,06 | 0,24 |
| V3 | -0,08 | 0,045 | 0,1 |

### 3. Tableau de bord de suivie de carbonatation

Pour le suivie de la carbonatation on a élaboré un tableau de bord à partir des paramètres inclus dans le modèle:

**Tableau 9** : tableau de bord de suivie de carbonatation.

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Débits | Ds | 160 | 150 | 160 | 175 |
| | Dchx | 5 | 6,6 | 6,8 | 4,4 |
| Alcalintés | C'1 | 6,5 | 7 | 7,4 | 3,6 |
| | C'2 | 1,2 | 2,1 | 3 | 1 |
| | C'3 | 0,4 | 0,6 | 0,6 | 0,3 |
| Température | T | 74,1 | 73,4 | 76 | 77,7 |
| | T1 | 73,6 | 72,1 | 75 | 76,8 |
| Gaz | Richesse | 13 | 13 | 13,4 | 12 |
| Coloration | Color1 | 1086 | 1558,5 | 1133 | 919 |
| | Color2 | 450 | 946 | 603 | 409 |
| Brix | Brix1 | 64,1 | 64,55 | 64,1 | 64,7 |
| | Brix2 | 62 | 63,84 | 64 | 63,2 |
| pH | pH3 | 8,4 | 8,4 | 8,4 | 8,4 |

**Tableau 10 :** Paramètres suivies de la carbonatation

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| **Taux de décol mésuré** | 57,4 | 36,2 | 49,3 | 54,5 |
| ***Taux de décolo*** | *58,458* | *37,1818* | *46,69* | *55,253* |
| ***m(Ca(OH)$_2$)*** | 7,28 | 7,44 | 8,38 | 4,38 |
| ***m(CaO)*** | 1,56 | 1,24 | 1,52 | 0,64 |
| ***m(CO$_2$)*** | 1,23 | 0,97 | 1,19 | 0,51 |
| ***m(CaCO$_3$)*** | 2,79 | 2,21 | 2,72 | 1,15 |

**Ds** : Débit de sirop.
**Dchx :** Débit lait de chaux
**C'$_1$** : Alcalinité 1
**C'$_2$** : Alcalinité 2
**C'$_3$** : Alcalinité 3
**T** : Température fonte commune
**T$_1$** : Température sortie chaudière 1
**R** : Richesse gaz

**Color1** : coloration de fonte commune
**Color2** : coloration commune carbonaté
**Brix1** : brix fonte commune
**Brix2** : brix commune filtrée
**V2** : volume décanté de précipété chaudière 2
**m (Ca(OH)$_2$)** : masse de lait de chaux consommée
**m(CaO)** : masse de chaux vive consommée
**m(CaCO$_3$)** : masse de boue formé

**N.B : Toutes les masses sont en tonne par heure**

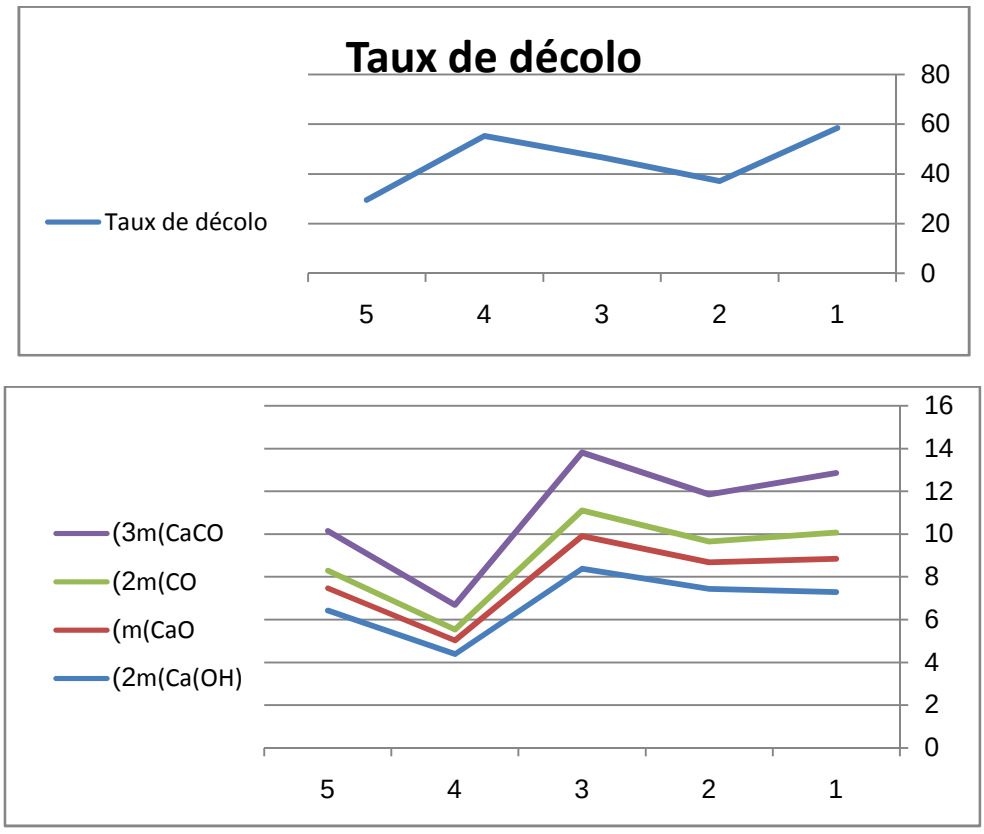



**Figure 15** : Graphique représentant l'évolution des paramètres de carbonatation.

# *CONCLUSION D'ETUDE*

Le stage que j'ai effectué à la société COSUMAR dans le cadre du projet de fin d'études du Master Sciences et Technique : Chimiométrie et Analyse Chimique ; Application à la Gestion Industrielle de la Qualité (MST CAC AGIQ) était pour moi une occasion de me familiariser à la vie dans l'entreprise et aussi contribuer au développement de cette entreprise par mes connaissances scientifiques.

Au cours de ce travail nous nous somme intéressés à la maitrise et l'optimisation d'une partie du procédé de raffinage du sucre brut. La partie en question est la carbonatation.

Notre étude s'est portée sur un traitement statistique de données récoltées du ce procédé. En effet, nous avons choisi, avec l'équipe technique de la COSUMAR, les paramètres de contrôle susceptibles d'être pertinents dans le développement du dit procédé.

Dans un premier temps nous avons fait une étude par ACP (Analyse en composantes principales) afin de définir les paramètres qui sont pertinents. Cependant, cette étude n'a pas données de résultats satisfaisantes.

Nous avons ensuite opté par la RLM. A ce sujet deux modèles relatives aux deux caractéristiques de ce procédé (Taux de décoloration, Filtrabilité) ont été établies et validés statistiquement. Désormais, l'équipe de la COSUMAR peut utiliser ces deux modèles pour la prédiction des réglages du dit procédé.

Néanmoins, pour une étude ultérieure il serait souhaitable d'ajouter d'autres variables du procédé afin de définir les paramètres pertinents capables de maitriser le procédé de carbonatation.

# Références


[1] : www.sucre.com

[2] : Rapport de stage 2009/2010.

[3] : Document COSUMAR, perfectionnement raffinerie.

[5] : Techniques d'ingenieurs, Procédés de transformations en sucrerie (Partie 1), par Martine DECLOUX.

[6]: Daniel, C.; Wood, F.S. Fitting Equation to Data, Wiley, New York, 1980.

[7] : Snedecor, G.W.; Cochran, W.G. Statistical Methods, the Iowa State University Press,

[8]: Chatfield, C.; Collins, A.J. Introduction to Multivariate Analysis, Chapman ET Hall, 1980.

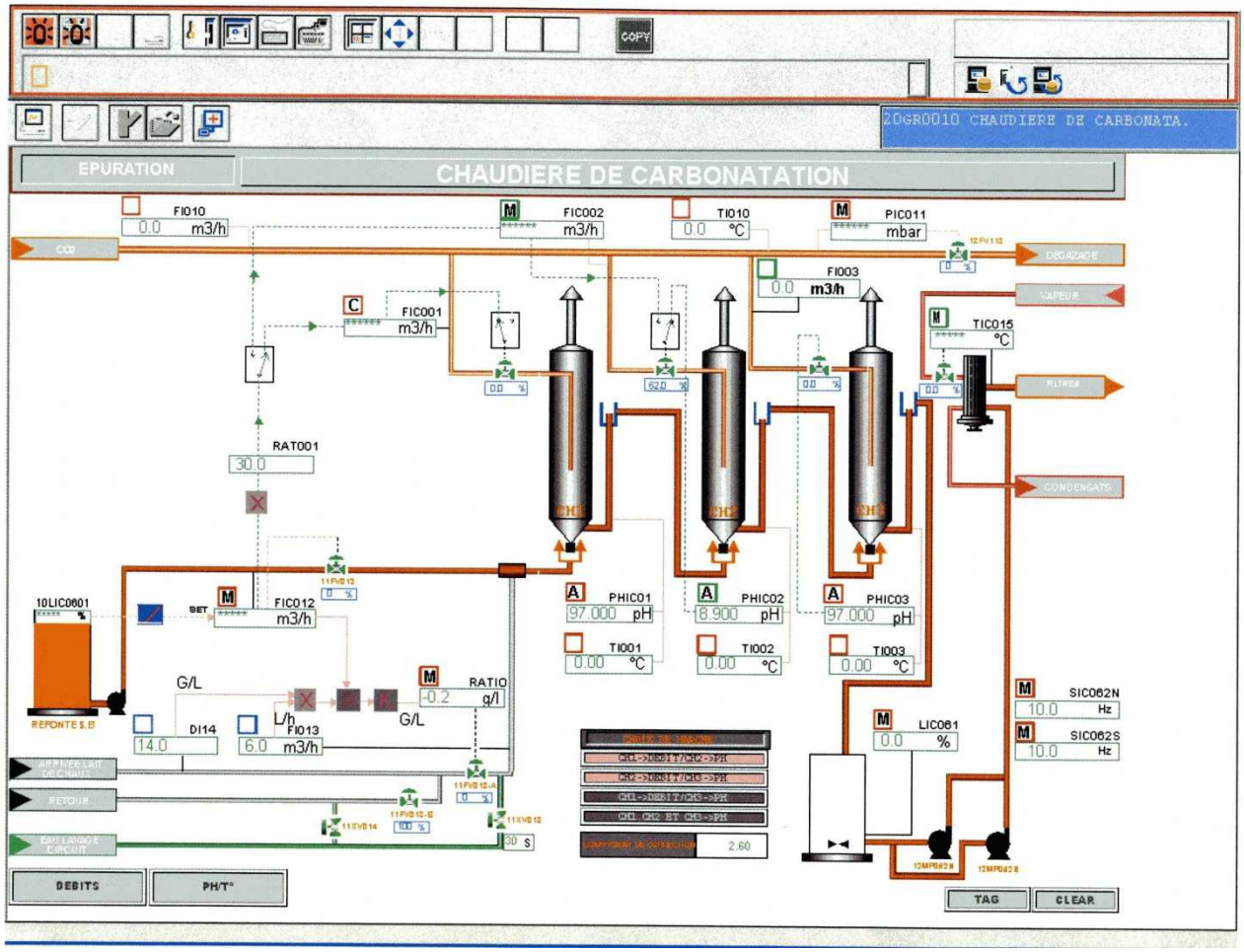
[9]: Manly, B.F.J. Multivariate Statistical Methods A Primer, Chapman ET Hall, 1986.

[10]:P.Bessele. L. Ferre, cross Validation, (2007), p 71-72

[11]: P.Bessele.validation croisée avec R, (1979), p 4-5.

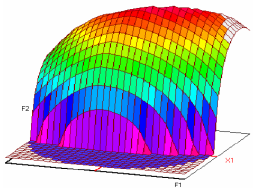
[12] : A.Goulon, sigwalt, Abram, nouvelle méthode d'apprentissage de données structurées, P 16-17-18.

## *Annexe 1 : Schéma de procédé de la carbonatation*



## *Annexe 2 : tableau des corrélations des facteurs.*

| | Ds | RCO2 | C'1 | C'2 | C'3 | PCO2 | Ph1 | Ph2 | pH3 | Bx1 | Bx2 | Dchx | T | T1 | T2 | T3 | Color1 | Color2 | Filtrab | T DECOLO | V1 | V2 | V3 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Ds | 1,000 | 0,232 | -0,547 | -0,188 | 0,105 | 0,674 | -0,345 | 0,026 | -0,277 | 0,087 | 0,005 | 0,414 | -0,113 | -0,030 | 0,182 | 0,150 | -0,180 | 0,163 | -0,188 | -0,426 | -0,020 | 0,151 | -0,058 |
| RCO2 | 0,232 | 1,000 | 0,155 | 0,445 | 0,244 | 0,301 | 0,381 | 0,361 | -0,315 | -0,011 | -0,195 | 0,505 | 0,036 | 0,265 | 0,188 | 0,188 | 0,087 | 0,047 | 0,403 | 0,071 | 0,247 | 0,525 | 0,481 |
| C'1 | -0,547 | 0,155 | 1,000 | 0,650 | 0,165 | -0,353 | 0,240 | -0,091 | 0,068 | -0,361 | -0,321 | 0,065 | -0,080 | -0,042 | -0,243 | -0,231 | 0,488 | 0,149 | 0,019 | 0,315 | -0,147 | 0,228 | 0,356 |
| C'2 | -0,188 | 0,445 | 0,650 | 1,000 | 0,623 | -0,260 | 0,459 | 0,223 | -0,045 | -0,302 | -0,243 | 0,199 | 0,089 | 0,233 | 0,110 | 0,009 | 0,325 | 0,173 | 0,249 | 0,095 | -0,209 | 0,278 | 0,519 |
| C'3 | 0,105 | 0,244 | 0,165 | 0,623 | 1,000 | -0,095 | 0,325 | 0,234 | 0,054 | -0,261 | -0,057 | 0,147 | -0,053 | 0,222 | 0,117 | 0,013 | 0,188 | 0,245 | 0,092 | -0,169 | -0,159 | 0,319 | 0,300 |
| PCO2 | 0,674 | 0,301 | -0,353 | -0,260 | -0,095 | 1,000 | -0,333 | -0,034 | -0,431 | 0,064 | -0,197 | 0,614 | -0,050 | -0,086 | 0,144 | 0,188 | -0,267 | -0,068 | -0,218 | -0,167 | 0,223 | 0,110 | -0,099 |
| Ph1 | -0,345 | 0,381 | 0,240 | 0,459 | 0,325 | -0,333 | 1,000 | 0,660 | -0,228 | 0,056 | -0,165 | 0,242 | 0,377 | 0,363 | 0,384 | 0,328 | -0,097 | -0,192 | 0,641 | 0,205 | 0,162 | 0,350 | 0,429 |
| Ph2 | 0,026 | 0,361 | -0,091 | 0,223 | 0,234 | -0,034 | 0,660 | 1,000 | -0,073 | 0,123 | -0,090 | 0,371 | 0,066 | 0,077 | 0,304 | 0,222 | -0,298 | -0,329 | 0,469 | 0,178 | 0,015 | 0,262 | 0,247 |
| Ph3 | -0,277 | -0,315 | 0,068 | -0,045 | 0,054 | -0,431 | -0,228 | -0,073 | 1,000 | -0,084 | 0,507 | -0,547 | -0,465 | -0,267 | -0,408 | -0,417 | 0,260 | 0,084 | -0,140 | 0,107 | -0,174 | -0,211 | -0,048 |
| Bx1 | 0,087 | -0,011 | -0,361 | -0,302 | -0,261 | 0,064 | 0,056 | 0,123 | -0,084 | 1,000 | 0,429 | -0,200 | 0,107 | -0,044 | 0,047 | 0,018 | -0,223 | -0,104 | -0,150 | -0,130 | 0,202 | -0,026 | -0,036 |
| Bx2 | 0,005 | -0,195 | -0,321 | -0,243 | -0,057 | -0,197 | -0,165 | -0,090 | 0,507 | 0,429 | 1,000 | -0,528 | -0,289 | -0,057 | -0,257 | -0,280 | 0,078 | 0,211 | -0,325 | -0,275 | -0,188 | -0,189 | -0,205 |
| Dchx | 0,414 | 0,505 | 0,065 | 0,199 | 0,147 | 0,614 | 0,242 | 0,371 | -0,547 | -0,200 | -0,528 | 1,000 | 0,084 | -0,031 | 0,275 | 0,276 | -0,092 | -0,021 | 0,283 | -0,009 | 0,160 | 0,506 | 0,364 |
| T | -0,113 | 0,036 | -0,080 | 0,089 | -0,053 | -0,050 | 0,377 | 0,066 | -0,465 | 0,107 | -0,289 | 0,084 | 1,000 | 0,617 | 0,826 | 0,801 | -0,016 | -0,085 | 0,287 | 0,114 | 0,172 | 0,104 | 0,081 |
| T1 | -0,030 | 0,265 | -0,042 | 0,233 | 0,222 | -0,086 | 0,363 | 0,077 | -0,267 | -0,044 | -0,057 | -0,031 | 0,617 | 1,000 | 0,585 | 0,608 | 0,126 | 0,062 | 0,163 | 0,049 | 0,003 | -0,055 | 0,021 |
| T2 | 0,182 | 0,188 | -0,243 | 0,110 | 0,117 | 0,144 | 0,384 | 0,304 | -0,408 | 0,047 | -0,257 | 0,275 | 0,826 | 0,585 | 1,000 | 0,957 | -0,151 | -0,182 | 0,333 | 0,111 | 0,153 | 0,169 | 0,183 |
| T3 | 0,150 | 0,188 | -0,231 | 0,009 | 0,013 | 0,188 | 0,328 | 0,222 | -0,417 | 0,018 | -0,280 | 0,276 | 0,801 | 0,608 | 0,957 | 1,000 | -0,141 | -0,190 | 0,329 | 0,141 | 0,292 | 0,145 | 0,163 |
| Color1 | -0,180 | 0,087 | 0,488 | 0,325 | 0,188 | -0,267 | -0,097 | -0,298 | 0,260 | -0,223 | 0,078 | -0,092 | -0,016 | 0,126 | -0,151 | -0,141 | 1,000 | 0,762 | -0,217 | -0,009 | -0,115 | 0,318 | 0,275 |
| Color2 | 0,163 | 0,047 | 0,149 | 0,173 | 0,245 | -0,068 | -0,192 | -0,329 | 0,084 | -0,104 | 0,211 | -0,021 | -0,085 | 0,062 | -0,182 | -0,190 | 0,762 | 1,000 | -0,259 | -0,646 | -0,125 | 0,289 | 0,216 |
| Filtrab | -0,188 | 0,403 | 0,019 | 0,249 | 0,092 | -0,218 | 0,641 | 0,469 | -0,140 | -0,150 | -0,325 | 0,283 | 0,287 | 0,163 | 0,333 | 0,329 | -0,217 | -0,259 | 1,000 | 0,167 | 0,251 | 0,315 | 0,429 |
| T décolo | -0,426 | 0,071 | 0,315 | 0,095 | -0,169 | -0,167 | 0,205 | 0,178 | 0,107 | -0,130 | -0,275 | -0,009 | 0,114 | 0,049 | 0,111 | 0,141 | -0,009 | -0,646 | 0,167 | 1,000 | 0,097 | -0,028 | 0,013 |
| V1 | -0,020 | 0,247 | -0,147 | -0,209 | -0,159 | 0,223 | 0,162 | 0,015 | -0,174 | 0,202 | -0,188 | 0,160 | 0,172 | 0,003 | 0,153 | 0,292 | -0,115 | -0,125 | 0,251 | 0,097 | 1,000 | 0,285 | 0,205 |
| V2 | 0,151 | 0,525 | 0,228 | 0,278 | 0,319 | 0,110 | 0,350 | 0,262 | -0,211 | -0,026 | -0,189 | 0,506 | 0,104 | -0,055 | 0,169 | 0,145 | 0,318 | 0,289 | 0,315 | -0,028 | 0,285 | 1,000 | 0,720 |
| V3 | -0,058 | 0,481 | 0,356 | 0,519 | 0,300 | -0,099 | 0,429 | 0,247 | -0,048 | -0,036 | -0,205 | 0,364 | 0,081 | 0,021 | 0,183 | 0,163 | 0,275 | 0,216 | 0,429 | 0,013 | 0,205 | 0,720 | 1,000 |



**Master ST CAC Agiq**

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

**Nom et prénom: JHILAL Fayssal**

**Année Universitaire : 2010/2011**

**Titre:** *Modélisation statistique pour la maitrise de procédé de carbonatation du jus sucré*

# Résumé

Le projet de fin d'études effectué de 1er février au 31 Mai a été motivé par le besoin d'appliquer mes connaissances scientifiques dans le procédé de carbonatation.

Profitant de leur expertise et dans un souci d'augmentation de la productivité, j'ai soumis le sujet intitulé : MODELISATION STATISTIQUE POUR LA MAITRISE STATISTIQUE DE PROCEDE DE CARBONATATION DU JUS SUCRE.

L'objectif principal de ce présent travail est de trouver un modèle mathématique permettant la prédiction l'état de marche et la maitrise statistique de procédé de la carbonatation de jus du sucre.

Pour réaliser ce travail nous avons passé par trois étapes:

D'abord nous avons élaboré un bilan massique permettant de savoir les quantités consommées et les quantités produites et de relever les paramètres régissant la carbonatation.

Ensuite, nous collecter des données et nous les avons traité par ACP. Puis nous avons élaboré et validé un modèle de régression linéaire multiple.

Enfin nous avons construit un tableau de bord de suivie de la carbonatation en exploitant le modèle postulé.

**Mots clés :** Carbonatation, bilan massique, ACP, régression linéaire multiple.