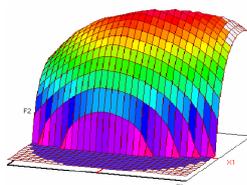


Année Universitaire : 2013-2014



**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

**Evaluation statistique et étude comparative du**  
**rendement des clarificateurs de la mélasse**

**Présenté par:**

**TOUZANI Fatima Zahra**

**Encadré par:**

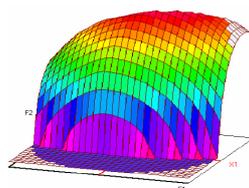
- M<sup>r</sup> A.BENNANI Entreprise « LESAFFRE-MAROC »
- M<sup>r</sup> E.H.ALILOU FST Fès

**Soutenu Le 18 Juin 2014 devant le jury composé de:**

- M<sup>r</sup> H.CHTIOUI
- M<sup>r</sup> A.BOULAHNA
- M<sup>r</sup> E.H.ALILOU

Stage effectué à : LESAFFRE-MAROC

ROC



## Master ST CAC Agiq

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

**Nom et prénom: TOUZANI FATIMA ZAHRA**

**Année Universitaire : 2013/2014**

**Titre: EVALUATION STATISTIQUE ET ETUDE COMPARATIVE DES RENDEMENTS DES CLARIFICATEURS DE LA MELASSE**

#### Résumé

Ce projet de fin d'étude effectué au sein de la société LESAFFRE-Maroc numéro 1 mondial de fabrication des levures de boulangerie et d'améliorants de panification, a été motivé par le besoin d'approfondir mes connaissances dans le domaine de la levurière

Profitant de leur expertise et dans un souci d'augmentation de la productivité, nous avons soumis le sujet intitulé : EVALUATION STATIQUE ET ETUDE COMPARATIVE DES RENDEMENTS DES CLARIFICATEURS DE LA MELASSE au service qualité en charge de mon stage.

Pendant toute la période de stage, le travail a été séquencé en trois parties, la première concerne une étude statistique sur la fidélité de la méthode choisie pour l'évaluation des rendements de chaque clarificateur et une étude comparative au niveau du rendement entre les trois clarificateurs, quand à la deuxième partie elle représente une étude basée sur l'influence de quelques paramètres physicochimiques, afin de déterminer lesquels d'entre eux influencent sur le rendement de la clarification . La dernière partie traite l'étude sur le débouillage, pour quantifier les pertes entraînées par les boues, au niveau du saccharose, afin de proposer une méthode de réduction de ces pertes.

**Mots clés : Levure ; mélasse ; clarification ; statistique ; saccharose**

# Sommaire

<b>Introduction Générale .....</b>	<b>1</b>
1. LESAFFRE MAROC .....	2
2. Produits et marques de référence .....	2
3. Organigramme de l'entreprise.....	2
4. Présentation du laboratoire de contrôle de qualité de la société :.....	3
<b>Première partie : La levure de panification et sa chaîne de production .....</b>	<b>3</b>
<b>I. Levure de panification .....</b>	<b>4</b>
I.1 Définition .....	4
I.2 Ultra-structure des levures .....	4
I.3 La reproduction de la levure .....	5
I.4 Mode de vie de la levure .....	5
I.4.1 Développement de la levure.....	5
I.4.2 Paramètres influençant l'activité levurienne.....	6
<b>II. Fabrication de la levure de panification.....</b>	<b>7</b>
<b>Deuxième partie : procédé générale du traitement de la mélasse .....</b>	<b>9</b>
<b>I. Mélasse de canne et de betterave .....</b>	<b>10</b>
I.1 Définition .....	10
I.2 Les types de Mélasse .....	10
I.3 Composition chimique de la mélasse .....	10
I.4 Les différentes étapes du traitement de la mélasse.....	12
I.4.1 Dilution :.....	12
I.4.2 Clarification: .....	12
I.4.3 Stérilisation : .....	12
I.4.4 Refroidissement : .....	13
<b>II. La Clarification des boues de la mélasse par centrifugation.....</b>	<b>13</b>
II.1 Définition : .....	13
II.2 Description du procédé :.....	13
II.3 Vitesse de séparation (Vs) :.....	13
II.4 Les facteurs influents sur le fonctionnement de la centrifugeuse: .....	14
<b>Troisième partie : Problématique et méthodologie résultante .....</b>	<b>15</b>
<b>I. Identification des objectifs industriels.....</b>	<b>16</b>
<b>II. Méthode d'évaluation statistique des rendements des clarificateurs .....</b>	<b>16</b>
II.1 La Méthode statistique d'Echantillonnage : .....	16

II.2	Evaluation statistiques des mesures et de la méthode d'analyse: .....	15
II.2.1	Etude de la fidélité de la méthode : .....	17
<b>Quatrième partie : Matériel et méthode .....</b>		<b>21</b>
<b>I. Le clarificateur à assiette .....</b>		<b>22</b>
I.1	Présentation des appareils : .....	22
I.1.1	SPHX 157 : .....	22
I.1.2	SB 80 : .....	22
I.1.3	SB 60.....	23
I.2	Méthode de fonctionnement .....	23
I.3	Evaluation des performances des clarificateurs à assiettes .....	24
I.4	Méthode expérimentale d'échantillonnage .....	24
<b>II. Méthode de mesure la teneur des boues présente dans la MD : .....</b>		<b>25</b>
II.1	Définition : .....	25
II.2	Matériel utilisé : .....	25
II.3	Mode opératoire : .....	25
<b>III. Optimisation des paramètres de centrifugation .....</b>		<b>26</b>
III.1	Durée de centrifugation optimale de la MD .....	26
<b>IV. Résultats des tests statistiques sur les rendements des clarificateurs.....</b>		<b>28</b>
IV.1	Objectif du travail : .....	28
IV.2	Échantillonnage Systématique : .....	28
IV.3	Clarificateur SB80 : .....	30
IV.3.1	3.1. Résultats des rendements de la clarification .....	30
IV.3.2	Test de normalité « Shapiro et Wilk »: .....	30
IV.3.3	Test des points aberrants « GRUBBS »: .....	31
IV.3.4	Test d'homogénéité des variances « COCHRAN»: .....	31
IV.3.5	Etude de répétabilité de la méthode : .....	32
IV.4	Clarificateur SPHX 157 : .....	34
IV.4.1	Résultats des rendements de la clarification .....	34
IV.4.2	Test de normalité : .....	34
IV.4.3	Test des points aberrants « GRUBBS »: .....	35
IV.4.4	Test d'homogénéité des variances « COCHRAN »: .....	35
IV.5	Clarificateur SB60: .....	36
IV.5.1	Résultats des rendements de la clarification .....	36
IV.5.2	5.2. Test de normalité : .....	37
IV.5.3	5.3. Test des points aberrants : .....	37

IV.5.4	5.4 Test d'homogénéité des variances : .....	37
IV.6	Etude comparative entre le rendement des trois clarificateurs : .....	37
IV.6.1	Comparaison statistique (ANOVA à un facteur) : .....	37
<b>V.</b>	<b>Détermination des paramètres influençant sur le rendement des clarificateurs : .....</b>	<b>39</b>
V.1	Objectif : .....	39
V.2	Les résultats des mesures effectués : .....	39
V.2.1	Potentiel d'hydrogène : pH.....	39
V.2.2	Densité : .....	39
V.2.3	Taux des boues à l'entrée du clarificateur : .....	40
V.2.4	Débit de clarification de la mélasse : .....	40
V.3	Interprétation des résultats .....	41
<b>VI.</b>	<b>L'Evaluation des pertes en Saccharose lors de la clarification de la mélasse.....</b>	<b>41</b>
VI.1	Objectif : .....	41
VI.2	Détermination des taux de saccharose : .....	42
VI.3	Résultats et interprétations : .....	42
VI.4	Quantification des pertes en sucres dans les boues de débouillage : .....	44
VI.4.1	Objectif : .....	44
VI.4.2	Résultats pour le clarificateur SPHX 157 : .....	44
	<b>Conclusion Technique .....</b>	<b>46</b>
	<b>Conclusion Générale.....</b>	<b>47</b>
	<b>ANNEXES .....</b>	<b>49</b>

## Liste des figures :

Figure 1 : organigramme de l'entreprise LESAFFRE-MAROC .....	2
Figure 2 : Schéma des composantes de la levure de boulanger ( <i>Saccharomyces Cerevisiae</i> ).....	5
Figure 3 : La betterave sucrière .....	10
Figure 4 : La canne à sucre .....	10
Figure 5 : Variation du % de l'efficacité en fonction du temps de clarification .....	22
Figure 6 : Variation du % de l'efficacité en fonction du temps de clarification .....	22
Figure 7 : Variation du % de l'efficacité en fonction du temps de clarification .....	23
Figure 8 : Schéma d'un clarificateur auto débourbeur.....	23
Figure 9 : courbe des taux des boues sédimentées en fonction de la durée de centrifugation .....	26
Figure 10 : courbe de séchage des boues dans l'étuve en fonction du temps .....	27
Figure 11 : courbe de corrélation entre le pH et le Rdt (%).....	39
Figure 12 : courbe de corrélation entre la densité et le Rdt % .....	40
Figure 13 : Courbe de corrélation entre le Rdt (%) et le B-E (%) .....	40
Figure 14 : Courbe de corrélation entre le Rdt (%) et le Débit.....	41
Figure 15 : Structure chimique de saccharose .....	42
Figure 16 : Représentation graphique du taux de saccharose en fonction du temps à l'entrée et la sortie du clarificateur et au débouillage .....	43

## Liste des tableaux :

Tableau 1 : composition en % massique des matières sèches totales de la mélasse .....	11
Tableau 2 : Taux des boues sédimentées en fonction de la durée de centrifugation.....	26
Tableau 3 : Résultats de rendement du clarificateur SB80 et paramètres statistiques .....	30
Tableau 4 : paramètres du test de SHAPIRO & WILK .....	31
Tableau 5 : Test de GRUBBS simple .....	31
Tableau 6 : Test de COCHRAN .....	31
Tableau 8 : Tableau d'étude de la répétabilité .....	32
Tableau 7 : Test de GRUBBS simple .....	32
Tableau 9 : Résultats de rendement du clarificateur SPHX 157 et paramètres statistiques.....	34
Tableau 10 : paramètres du test de SHAPIRO & WILK .....	34
Tableau 11 : Test de GRUBBS simple .....	35
Tableau 12 : Test de COCHRAN .....	35
Tableau 13 : Résultats de rendement du clarificateur SB60 et paramètres statistique.....	36
Tableau 14 : paramètres du test de SHAPIRO & WILK .....	37
Tableau 15 : Test de GRUBBS simple .....	37
Tableau 16 : Test de COCHRAN .....	37
Tableau 17 : récapitulatif des rendements des trois clarificateurs .....	38
Tableau 18 : ANOVA à un facteur .....	38
Tableau 19 : Variation du rendement de clarification en fonction du pH.....	39
Tableau 21 : Variation du Rdt (%) en fonction du B-E (%) .....	40
Tableau 20 : variation du rendement en fonction de la densité.....	40
Tableau 22 : Variation du Rdt (%) en fonction du débit.....	41
Tableau 23 : le taux de saccharose à l'entrée et à la sortie de clarificateur et au débouage .....	43

## Introduction Générale

L'industrie de la levure est la plus ancienne dans le domaine des biotechnologies. C'est néanmoins une industrie de pointe qui a bénéficié de tous les progrès scientifiques. Ses produits résultent d'un travail de recherche et de développement permanent. Les techniques de la génétique classique ont permis une adaptation des souches aux besoins des panifications Marocaines et aussi du monde entier.

Les procédés de culture sont progressés par une meilleure connaissance de la biologie et de la physiologie cellulaire. La maîtrise des matières premières et des procédés de fabrication, l'automatisation poussée, le contrôle de la logistique, sont les garants de la qualité des produits.

Donc, pour s'assurer de la conformité du produit et la qualité de la production, la méthode qui semble la plus évidente à priori est d'instaurer un contrôle de façon à éliminer les éléments défectueux.

Pour se faire, une amélioration et une évaluation continue de ces facteurs est recommandée à fin d'avoir la qualité recherchée et au meilleur cout.

Toutefois la clarification de la mélasse, principale source du carbone de la levure, est une étape sensible et déterminante lors de sa production industrielle.

Vue la forte importance de cette étape de la production levurière, le Sujet « *L'évaluation Statistique du rendement des clarificateurs de la mélasse* » m'a été proposé durant mon stage au sein de la société LESAFFRE.

La partie expérimentale de cette étude est divisée en 3 parties :

- ❖ **Première partie :** une étude statistique sur la fidélité de la méthode choisie pour l'évaluation des rendements de chaque clarificateur, aussi une étude comparative au niveau du rendement entre les trois clarificateurs.
- ❖ **Deuxième partie :** une étude basée sur l'influence de quelques paramètres physicochimiques tels que : la densité, le pH, la quantité des boues à l'entrée dans la Mélasse diluée, le débit, afin de déterminer lesquels d'entre eux influencent sur le rendement de la clarification.
- ❖ **Troisième partie :** une étude sur le débouillage, qui représente le résidu de la clarification, afin de quantifier les pertes entraînées par les boues, au niveau des sucres, et proposer à la fin une méthode de réduction de ces pertes.

Mon stage s'est déroulé entre deux services : service de production et service de qualité. Donc avant tout développement, il sera utile de présenter l'entreprise, son domaine d'activité et son organisation, ainsi d'avoir des connaissances sur la levure et sa chaîne de production.

Ensuite nous dressons l'objectif de notre étude, son contexte et sa problématique, la méthodologie de travail, des résultats et discussions afin d'en ressortir avec une conclusion.

## 1. Présentation de l'entreprise

Le groupe agroalimentaire LESAFFRE est le leader mondial dans le domaine de la levure de panification. Fort de ses connaissances approfondies de la levure et de ses compétences pointues en biotechnologies, LESAFFRE intervient également dans les domaines de la nutrition santé humaine et animale.

Symbole de proximité et de fidélité, l'hirondelle est l'emblème fédérateur du groupe LESAFFRE à travers le monde.



### 1. LESAFFRE MAROC

En 1993, la société SODERS (créée en 1975) a été majoritairement détenue par le groupe Français LESAFFRE, renommée « LESAFFRE-Maroc ». Elle présente la première entreprise privatisée du Maroc bénéficiant de l'expertise du leader mondial dans la fabrication de la levure de panification.

Son siège est situé au quartier industriel SIDI BRAHIM Fès. Elle produit environ 30.000 tonnes de levures par an avec un effectif de 200 personnes et un capital de 30.800.000 DH. Elle est subdivisée en un site de production à Fès et un BANKING CENTER à Casablanca. Ce dernier site constitue une vitrine des produits LESAFFRE où les boulangers peuvent suivre des formations et des démonstrations applicables à leur métier.

### 2. Produits et marques de référence

LESAFFRE-MAROC est spécialisé dans la fabrication de levure fraîche « levure pressée » conditionnée en pain de 500 g et dans la production de levure sèche conditionnée en sachet de 50, 125, 500 g. Ce dernier type se subdivise en deux produits :

- La **SPI** : levure sèche instantanée.
- La **SPH** : levure sèche à réhydrater.

Il fabrique et commercialise la levure fraîche sous la marque **Jaouda**, **Rafaa** et **Nevada** pour la sèche.

Les améliorants de panifications sont spécialisés sous les marques **Ibis bleu** et **Magimix**. Tout ceci est produit, conditionné, contrôlé et distribué par une organisation d'entreprise bien ficelée.

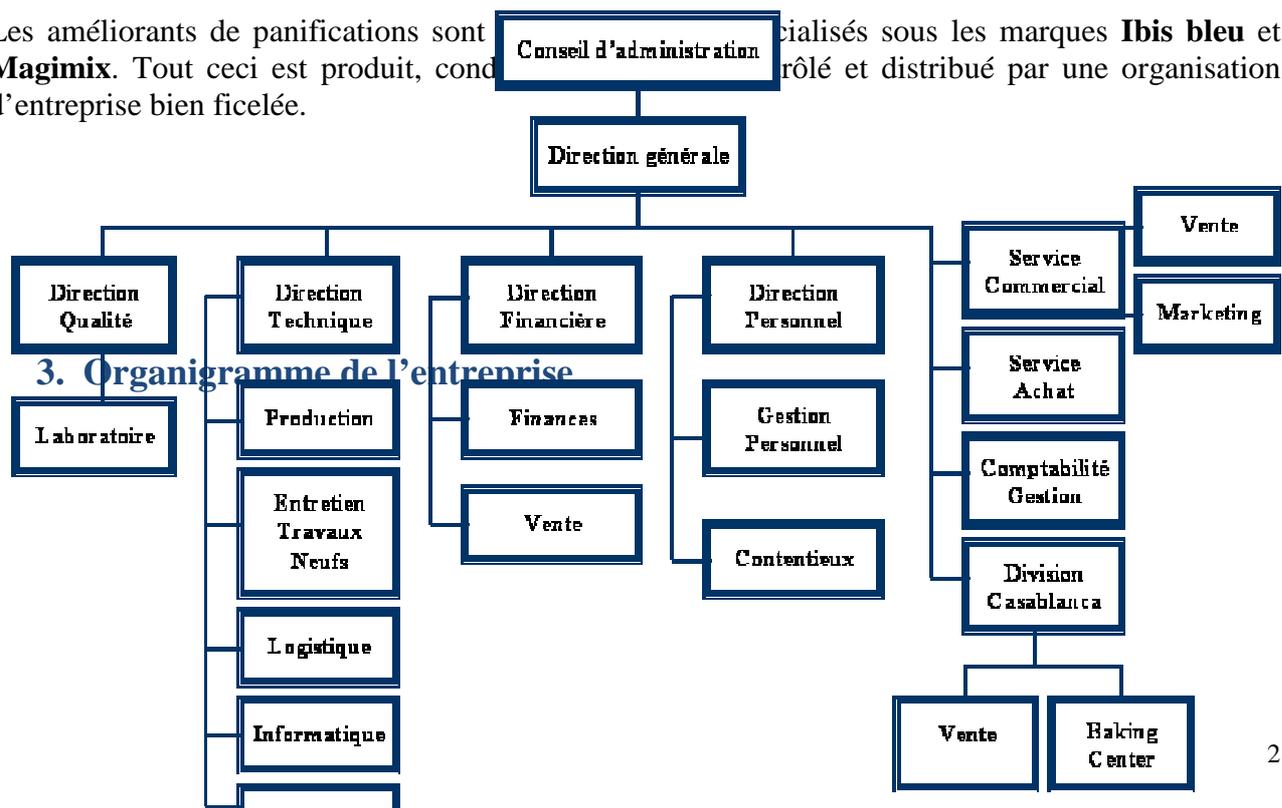


Figure 1 : Organigramme de l'entreprise LESAFFRE-MAROC

#### **4. Présentation du laboratoire de contrôle de qualité de la société :**

Le service qualité est l'un des départements les plus importants de la chaîne de production. Il se charge du suivi du bon déroulement de la politique « Qualité » de l'entreprise, de faire respecter les normes que doivent suivre les produits fabriqués.

Le laboratoire d'analyse physico-chimique est équipé de matériels sophistiqués, alimenté de différents types d'eaux utilisées selon les besoins, et fait appel à un personnel qualifié effectuant quotidiennement des analyses physico-chimiques et veillant toujours à bien respecter les consignes du responsable de laboratoire qui lui-même participe à l'application du plan de contrôle et une efficace démarche qualité par la surveillance instantanée et le climat favorable.

Il est divisé en trois parties :

- Salle de panification où s'évalue la force panaire
- Salle de stockage où se trouvent tous les matériels et les produits initiaux.
- Salle d'analyse physico-chimique « analyse d'azote et phosphate, la mélasse, l'eau »

# **Première partie : La levure de panification et sa chaîne de production**

## I. Levure de panification

### I.1 Définition

La levure est un champignon microscopique unicellulaire de la famille des ascomycètes. La levure utilisée en boulangerie appartient au genre **Saccharomyces** (affinité pour le sucre), espèce **Cerevisiae**.

La levure **Saccharomyces Cerevisiae** a un cycle biologique particulier. Elle est capable de se multiplier sous deux formes : une forme diploïde ( $2n = 32$  chromosomes) et une forme haploïde ( $1n = 16$  chromosomes).

Les cellules de la levure sont sphériques ou ovales et mesurent environ 1/100 ème de millimètre (à  $10\mu\text{m}$ ).

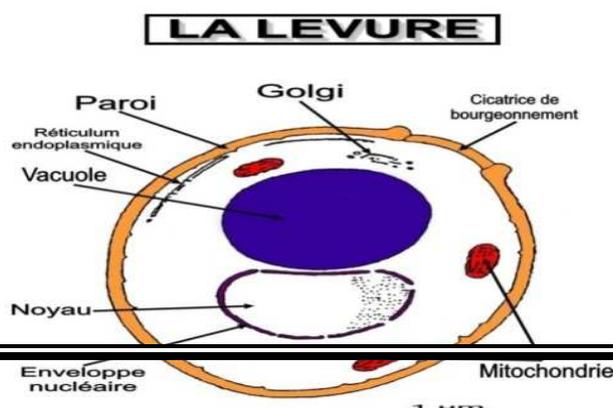
Dans 1 gramme de levure en pain (culture de levures, concentrée puis pressée), il y a 5 à 12 milliards de cellules

En effet, elle a la particularité de transformer les sucres naturellement présents dans la farine en alcool (évaporeré à la cuisson) et en gaz carbonique.

### I.2 Ultra-structure des levures

Les cellules observées au microscope se présentent bien comme des êtres unicellulaires avec :

- **Une paroi cellulaire** externe qui protège la cellule de certaines agressions du milieu extérieur et permet la conservation ;
- **Une membrane cellulaire** qui double la paroi cellulaire intérieurement et qui joue un rôle prépondérant dans les échanges de la cellule avec le milieu extérieur ;
- **Le cytoplasme** qui est le constituant intérieur de la cellule. Il renferme en suspension des éléments qui assurent la transformation des aliments. On y trouve aussi des vacuoles contenant des réserves de tréhalose et des mitochondries qui sont les centres de respiration de la cellule.
- Enfin, **le noyau** qui organise rigoureusement l'activité générale de la cellule. Il contient l'ADN, qui porte les gènes caractérisant précisément les qualités spécifiques d'une levure par



rapport à une autre. C'est par ce noyau qu'est assurée la reproduction de la cellule.

**Figure 2 : Schéma des composantes de la levure de boulanger (*Saccharomyces Cerevisiae*)**

**Les enzymes présentes dans la cellule de levure au niveau du cytoplasme jouent un rôle capital dans les pâtes levées:**

- **La maltase**, qui agit sur la transformation du maltose en glucose
- **L'invertase**, qui agit sur la transformation du saccharose en glucose et fructose
- **La zymase**, qui agit sur la transformation du glucose et fructose en dioxyde de carbone et éthanol (gaz de rejet de la fermentation alcoolique).

### **I.3 La reproduction de la levure**

Dans les cuves de fermentation, la multiplication de la levure se fait par bourgeonnement (reproduction asexuée). Une maîtrise totale de la production de cellules à l'échelon microscopique et une pratique de l'hygiène absolue sont indispensables.

Les constituants de la cellule se dédoublent pour former un bourgeon qui augmente progressivement de volume. Le noyau se divise et le noyau fils migre dans l'excroissance (bourgeon). Le bourgeon arrivé à maturité se détache.

Ainsi d'une cellule initiale, il résulte deux cellules identiques. A leur tour, chacune des deux cellules génère d'autres cellules et ainsi de suite, tant que la nourriture et les conditions de milieu restent satisfaisantes.

### **I.4 Mode de vie de la levure**

#### *I.4.1 Développement de la levure*

Pour son développement, la levure de boulanger a besoin de composés carbonés source de carbone et d'énergie, de composés azotés réduits sous forme d'ammonium. D'éléments minéraux variés, vitamines et facteurs de croissance.

La levure a la particularité de pouvoir vivre en présence ou en absence d'air : ces deux processus énergétiques sont la respiration et la fermentation. Elle se nourrit de glucose et de fructose (sucres simples).

#### **1-En présence d'air (aérobiose) ou milieu aérobique**

La levure respire : elle dégrade les sucres simples (en C6) présents dans son milieu de vie, par un métabolisme oxydatif qui conduit à la formation d'eau, de gaz carbonique et une grande quantité d'énergie (vie, croissance et multiplication), selon la réaction :



Cette voie métabolique est très énergétique et permet aux cellules une importante multiplication.

#### **2-En absence d'air (anaérobiose) ou milieu anaérobique**

Grâce aux enzymes (les zymases), la levure fermente. Les enzymes dégradent les sucres simples (en C6) présents dans son milieu de vie, par un métabolisme fermentatif qui conduit à la formation de

gaz carbonique, d'alcool et un peu moins d'énergie. Ce métabolisme fermentatif moins énergétique que le métabolisme oxydatif, affecte la multiplication cellulaire mais a l'avantage de permettre à la levure de survivre même en anaérobiose.



## I.4.2 Paramètres influençant l'activité levurienne

### I.4.2.1 L'hydratation

L'eau facilite l'activité de la levure en améliorant la mobilité des cellules de levure, en dissolvant les constituants fermentescibles et en assurant le contact entre les enzymes et le substrat.

La baisse d'hydratation opérée pour maintenir le niveau de consistance lorsqu'on incorpore certains ingrédients comme la matière grasse ou le sucre, diminue l'activité levurienne ( $\Rightarrow$  on augmente l'apport de levure pour compenser cette diminution d'activité)

### I.4.2.2 Le pH

L'activité enzymatique ne peut se faire qu'à des pH donnée.

Quand à la levure la plage optimale de pH se situe entre 4,6 et 6.

### I.4.2.3 La température

La température optimale de culture des levures se situe en général entre 25 et 30 °C, mais comme les autres micro-organismes, les levures peuvent être classées en levures psychrophiles, mésophiles et thermophiles. D'une façon générale, les levures ne sont pas thermorésistantes. La destruction cellulaire commence dès 52°C.

### I.4.2.4 La pression osmotique et la force ionique

Le sel et les sucres augmentent la pression osmotique et modifient (diminuent) de ce fait l'activité levurienne. Cette augmentation de la pression osmotique conduit à la diffusion de l'eau intracellulaire vers l'extérieur de la cellule, donc à une déshydratation.

Les sucres cependant, à des doses inférieures à 10%, active la fermentation.

D'autre part, la dissociation du sel dans l'eau (sous forme ionique  $\text{Na}^+$  et  $\text{Cl}^-$ ), contribue à diminuer les activités enzymatiques, donc le fonctionnement de la levure.

### I.4.2.5 La concentration en alcool

L'augmentation de la concentration en alcool au cours de la fermentation freine progressivement l'activité levurienne.

## II. Fabrication de la levure de panification

⇒ La fabrication de la levure se fait en six étapes :

### 1<sup>ère</sup> étape: Fermentation de la levure Mère

Chaque mois, la société LESAFFRE Maroc reçoit de la France deux souches de *Saccharomyces Cerevisiae*. Une destinée à la levure fraîche et l'autre à la levure sèche.

Ces souches sont ensemencées dans des tubes dans un milieu nutritif spécifique à la croissance des levures pour préparer 60 tubes par mois (30 tubes pour chaque souche).

#### 1-« Ensemencement » :

A partir de la souche pure reçue du laboratoire central, la levure est d'abord ensemencée en tubes et ballons pour constituer l'inoculum, source biologique de la production industrielle.

L'inoculum est destiné à être propagé dans des cuves de tailles croissantes.

On transvase le contenu des tubes à essais initial dans un petit cône appelé « **van Lear** » dont le milieu nutritif très riche (sucre, Vitamine, sels ..... ) rendra possible une première multiplication et donc la production de nombreuses cellules exactement identiques, puis, on les déplace dans le plus grand cône appelé « **Carlsberg** » où elles se multiplient à nouveau.

#### 2-« Pré-fermentation » :

Après l'incubation dans la cuve de 800L le moût obtenu passe à la cuve du pré fermentation, dans laquelle la levure commence pour la première fois à s'adapter à la mélasse comme milieu nutritif. L'étape de culture pure se déroule en fermentation batch stérile, c'est-à-dire que tous les nutriments sont dans le fermenteur avant stérilisation et inoculation par les souches de levures.

Le milieu contient :

- Mélasse, Eau, Urée et les sulfates d'ammonium, les phosphates, chlorure de Magnésium, et les vitamines que la levure nécessite pour sa multiplication.

#### 3-« Fermentation » :

Après la pré-fermentation on passe à la fermentation qui se fait dans des grandes cuves. Dans cette étape l'alimentation en mélasse et les autres ingrédients (**Phosphate d'ammonium ou d'ammoniaque** : source d'azote ou de phosphate) et **L'oxygène** (pour favoriser le développement de la biomasse) est continue. Après un temps de 17h, on aura une grande population de levure sous forme liquide qu'on appelle le moût.

La fermentation se fait en présence d'oxygène pour minimiser la formation d'alcool car celui-ci donne une couleur désagréable à la levure.

### 2<sup>ème</sup> étape: Extraction de la levure-mère

En fin de fermentation, par centrifugation, la levure est séparée des résidus de mélasse non fermentés (matières organiques et minérales) accumulés dans le fermenteur. Cette opération peut être répétée plusieurs fois, avec un lavage d'eau. La levure obtenue est la levure-mère.

### 3<sup>ème</sup> étape: Fermentation pour l'obtention de la levure commerciale

Chaque cuve estensemencée par de la levure-mère, avec des apports précis de mélasse, de sels nutritifs et d'air, et des contrôles stricts de température et de pH pour assurer le bon développement et le bon équilibre de la cellule. La fermentation commerciale dure environ 16 heures.

### 4<sup>ème</sup> étape: Extraction

En fin de fermentation, le mélange est de nouveau centrifugé pour séparer la levure des résidus de mélasse. Cette opération peut être répétée plusieurs fois, avec un lavage à l'eau. On obtient alors de la levure-crème.

### 5<sup>ème</sup> étape: Stockage

La crème obtenue après la séparation est acidifiée par l'acide sulfurique à pH = 2 pour éviter la contamination, et stockée à 4°C pour ralentir le métabolisme cellulaire.

### 6<sup>ème</sup> étape: Déshydratation

A la sortie des centrifugeuses, la levure-crème contient encore plus de 30 % d'eau extracellulaire. Cette eau est éliminée sur un tambour rotatif sous vide.

Sous l'action du vide, l'eau traverse la couche et la levure se dépose sur celle-ci sous forme de gâteau. Des rampes de lavage éliminent ensuite le sel du gâteau de levure. Une fois devant le couteau racleur, le vide cesse, l'air comprimé est renvoyé à contre-courant par la valve de distribution facilitant le décrochage du gâteau. La levure est coupée sous forme de parallépipèdes selon un poids entré en consigne (500g).

# **Deuxième partie : procédé générale du traitement de la mélasse**

## I. Mélasse de canne et de betterave

**La mélasse**, matière première indispensable pour la production de la levure !

La production de la levure dépend fortement de la mélasse, co-produit de la production de sucre, pour assurer la croissance de ce micro-organisme, donc une fermentation rentable.

**Il faut une tonne de mélasse pour produire environ une tonne de levure !**

### I.1 Définition

La mélasse, est un résidu du raffinage du sucre extrait de la canne à sucre (ou parfois de la betterave), que l'on trouve souvent sous forme de poudre marron et visqueux ou d'un sirop très épais et également très visqueux.

Elle contient 40 à 50% de sucre, très riche en minéraux « potassium, calcium, magnésium, phosphore » ce qui n'est pas le cas du saccharose.

C'est une substance très nutritive pour les levures et les bactéries dans les fermenteurs.

Sa richesse en composés nutritifs pour les levures nécessite son utilisation comme substrat essentiel dans l'industrie de la fermentation contrairement au saccharose qui est très calorifique.

### I.2 Les types de Mélasse

La société LESAFFRE utilise deux types de mélasse (40% betterave+ 30% canne) pour la nutrition (source de carbone) de la levure.



Figure 4 : La canne à sucre



Figure 3 : La betterave sucrière

**La mélasse de la canne à sucre** : coproduit constitué par le résidu sirupeux recueilli lors de la fabrication ou du raffinage du sucre provenant des cannes à sucre.

Elle a une forte appétence due à l'odeur et contient généralement plus de sucre que la mélasse de betterave (53 à 54%).

**La mélasse de betterave** : coproduit constitué par le résidu sirupeux recueilli lors de la fabrication ou du raffinage du sucre provenant de betteraves sucrières.

Elle est légèrement moins riche en sucre (48%), elle est moins appétence que celle de la canne à sucre.

### I.3 Composition chimique de la mélasse

<b>Composition type de mélasses (en % massique des Matières sèches totales)</b>		
<b><u>matière première</u></b>	<b><u>Mélasse de betterave</u></b>	<b><u>Mélasse de canne</u></b>
<b>sucre totaux</b>	<b>66,5</b>	<b>73,1</b>
Saccharose	63,5	45,5
Raffinose	1,5	5,5
Sucre inverti	0	22,1
Autres	1,5	5,5
<b>Composés organiques totaux</b>	<b>23</b>	<b>15,2</b>
Aminoacides	3	0
Bêtime	5,5	0
Autres formes d'Azote	0	3,1
Acides organiques	5,5	7
Pectines, etc.	5	2,7
<b>Composés minéraux totaux</b>	<b>10,5</b>	<b>11,7</b>
K <sub>2</sub> O	6	5,3
Na <sub>2</sub> O	0,2	0,1
CaO	0,2	0,2
MgO	0,2	1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ;FeO <sub>3</sub>	0,1	0
SiO <sub>2</sub>	0,1	0
Cl	1,7	1,1

**Tableau 1 : composition en % massique des matières sèches totales de la mélasse**

Quelque soit l'origine de la mélasse, betterave ou canne, La teneur en sucres totaux est sensiblement la même (comprise entre 66,5 et 73,1% de MS), mais présente quelques écarts suivant le procédé industriel appliqué aux mélasses.

La composition de la matière organique « non sucré » est assez différente suivant l'origine des mélasses. Dans les mélasses de betterave normales, la moitié de cette matière organique correspond à des matières azotées totales solubles (8 à 15% de la MS) dont la majeure partie se trouve sous forme de bêtime (5 à 7% de la MS).

Dans les mélasses, les matières azotées sont en quantités plus importantes (de 15 à 20% de la MS).

En revanche, dans les mélasses de canne, cette fraction azotée est réduite à environ 5% de la MS.

## I.4 Les différentes étapes du traitement de la mélasse

L'approvisionnement en mélasse du site de production se fait par camion. La mélasse est ensuite pompée vers les différents tanks de stockage (quatre pour la mélasse issue de betterave et les trois autres pour celle de la canne)

Une homogénéisation assurée par des pompes est très nécessaire.

Afin qu'elle convienne à une bonne fermentation, elle doit subir un prétraitement comprenant plusieurs phases :

### I.4.1 Dilution :

La mélasse brute pose des problèmes d'engorgement lors de sa circulation dans la conduite, pour faire face à ce problème la société **LESAFFRE** débute le traitement de la mélasse par une dilution, jusqu'à obtention de la concentration souhaitée.

Pour effectuer cette tâche on introduit dans une cuve la mélasse brute (40% betterave+30% canne) qui provient de deux grandes cuves de stockage, cette mélasse est très visqueuse donc elle nécessite un échauffement pour diminuer sa viscosité, l'échauffement s'effectue par le contact de la mélasse avec la vapeur d'eau injectée (3,5bar) et grâce à l'eau chaude ajoutée (66°C) pour faciliter le mouvement de la mélasse.

Ainsi, vu le manque de source en Mélasse, la société **LESAFFRE** a procédé à la dilution un pourcentage de 30% de sucre en poudre (source de Carbone) pour compenser ce manque.

### I.4.2 Clarification:

Puis on passe à la clarification de la mélasse diluée (MD) à l'aide d'un clarificateur qui élimine tous les dépôts non désirés comme les colloïdes et les boues.

La matière première non traitée contient des substances qui inhibent la croissance des organismes et peuvent conduire à des problèmes dans la fiabilité du processus de fermentation. Il s'agit notamment du sable, du calcium et des protéines provenant de la récolte de sucre lui-même ou à partir de la production de sucre. C'est pourquoi les substances indésirables doivent être retirées de la mélasse par la clarification.

A la fin la mélasse monte vers le haut et les impuretés descendent vers les égouts. La mélasse sortie des clarificateurs, appelée mélasse diluée clarifiée (MDC) est stockée provisoirement dans une cuve MDC.

### I.4.3 Stérilisation :

La stérilisation à la vapeur a pour but d'éliminer tous les germes ou les contaminants en portant la mélasse(MDC) et le sucre dilué à une température de 130°C. Il ya deux paramètres à contrôler au cours de cette opération :

- ◆ *La température dans le stérilisateur.*
- ◆ *Le temps de contact.*

La MDC+ SD est introduite dans un échangeur à plaques à 70°C, ou un échange de chaleur entre la mélasse stérilisée à 130°C et celle clarifiée à 70°C a lieu.

Cet échange de chaleur mélasse-mélasse permet d'élever la température de la MDC +SD à 90°C avant qu'elle subisse la stérilisation ce qui atténue sa sévérité.

La MDC + SD sort de l'échangeur, sous l'effet de la vapeur d'eau injectée, sa température s'élève à 130°C puis passe à travers un serpentin, caractérisé par la conservation de la chaleur, pendant Quelques seconde, durée nécessaire pour tuer tous les micro-organismes présents dans la mélasse.

La MDCS + SD obtenue passe dans l'échangeur à plaque (MDC/MDCS) afin d'être refroidie et préchauffé la MDC.

Le stockage de la MDCS + SDS se fait à une température de 90°C dans deux cuves de capacité de 30 m<sup>3</sup>.

#### I.4.4 Refroidissement :

Avant d'être utilisée dans la fermentation, la MDCS + SDS passe dans des refroidisseurs, qui sont des échangeurs thermique à plaques mélasse / eau froide, la mélasse se refroidie ainsi que l'eau se réchauffe qui sera utilisée dans la dilution par la suite.

## II. La Clarification des boues de la mélasse par centrifugation

### II.1 Définition :

Il s'agit d'une opération unitaire de séparation de particules (solides ou liquides) dispersées dans un liquide grâce à la force centrifuge obtenue par une rotation rapide du bol qui contient le produit.

### II.2 Description du procédé :

Parmi le grand nombre de séparations mécaniques pouvant être effectuées par centrifugation, on peut citer les deux techniques les plus courantes : la clarification et la sédimentation.

- La **clarification** est l'opération qui consiste à enlever une phase solide d'une phase liquide, soit pour récupérer la phase liquide seule, soit pour récupérer la phase solide seule, soit pour récupérer les deux phases bien séparées.
- La **séparation** est l'opération qui consiste à séparer deux phases liquides.

Des machines centrifuges effectuent ces deux séparations grâce à la mise en rotation **autour d'un axe vertical** d'un récipient appelé « **bol** ».

Le bol est dit **clarificateur** s'il permet de séparer un solide en suspension dans une phase liquide ; il est dit **séparateur** s'il permet de séparer deux phases liquides.

### II.3 Vitesse de séparation (Vs) :

La décantation statique est la séparation de particules par rapport à un fluide, séparation qui S'effectue grâce au mouvement des particules sous l'action d'un champ de gravité. En utilisant la loi de Stokes, la vitesse limite de séparation **Vs** peut-être calculée à partir des paramètres suivants :

- diamètre de la particule **dp** (m)
- masse volumique de la particule **pp** (Kg.m-3)
- masse volumique du fluide porteur **pf** (Kg.m-3)
- viscosité dynamique du fluide **η** (Pa.s)
- accélération de la pesanteur **g** (m.s-2)

$$v_c = \frac{d_p^2 * (\rho_p - \rho_r)}{18 * \eta} * g \text{ (m.s}^{-1}\text{)}$$

L'équation ci-dessus montre que la vitesse d'une particule est déterminée par les caractéristiques Physiques de la particule et du liquide où elle se trouve :

- Plus le diamètre de la particule est grand, plus la vitesse de sédimentation est grande.
- Plus la viscosité du liquide est faible, plus la vitesse de sédimentation est grande.

#### II.4 Les facteurs influents sur le fonctionnement de la centrifugeuse:

→ Principaux paramètres concernant le produit à traiter :

- taille des particules ;
- viscosité du produit ;

Certaines techniques peuvent être employées pour modifier les caractéristiques du produit (réchauffage, utilisation d'agents flocculant, d'agents mouillants...)

→ Principaux paramètres concernant la centrifugeuse :

- force appliquée (vitesse, diamètre du bol...);
- surface de la séparation (nombre d'assiettes, diamètre du bol...)

# **Troisième partie : Problématique et méthodologie résultante**

## I. Identification des objectifs industriels

La clarification est une étape clé du traitement de la mélasse, elle présente un point critique qui nécessite un contrôle continu de la quantité de boue entrante et sortante au niveau du laboratoire de contrôle de qualité, afin de connaître rigoureusement l'efficacité du clarificateur.

Pour cela nous avons été amenés à adopter et développer une méthode fidèle d'évaluation, et un traitement statistiques des mesures de son rendement afin d'avoir une interprétation et conclusion fiables.

Dans le cas étudié, pour la société LESAFFRE, il s'agit de réduire le volume maximal des boues contenu dans la mélasse diluée avec un minimum de perte en sucre.

Les trois clarificateurs de l'industrie « **Alfa Laval, SB60, SB80** » traitent la mélasse brute diluée afin de permettre la récupération d'une mélasse brute clarifiée et obtenir des rendements plus élevés.

L'objectif ne s'arrête pas à la quantité du produit final mais aussi à sa qualité.

En outre, Parmi les contraintes industrielles, on trouve :

- ⇒ La matière première elle-même « la Mélasse » : les boues dans la mélasse brute sont variables et présentent des caractéristiques physiques et biologiques complexes, et ils sont composés de corps inhibiteurs de la croissance et la production de la levure, et influencent la simulation des sucres et d'autres nutriments.

## II. Méthode d'évaluation statistique des rendements des clarificateurs

L'objectif ultime et commun de la société LESAFFRE, d'avoir une bonne fermentation et par conséquent une bonne reproductivité, nous amène à suivre et connaître rigoureusement l'efficacité des clarificateurs.

Pour cela nous avons été amenés à adopter et développer une méthode d'évaluation et de mesure de ses rendements afin de dégager une interprétation et conclusion fiable.

### II.1 La Méthode statistique d'Echantillonnage :

En statistique, un échantillon est un ensemble de spécimens censé être représentatif d'une population. L'objectif est d'obtenir une meilleure connaissance de la population par l'étude du seul échantillon.

L'acte de sélection s'appelle ***l'échantillonnage***.

Il existe deux types de méthodes d'échantillonnage : L'échantillonnage probabiliste et l'échantillonnage non probabiliste. La différence entre les deux tient au fait que dans le cas de l'échantillonnage probabiliste chaque unité a une « chance » d'être sélectionnée et que cette chance peut être quantifiée, ce qui n'est pas vrai pour l'échantillonnage non probabiliste

Dans ce cas d'étude, l'échantillonnage choisi est **Systematique**, ou un échantillonnage par intervalle qui est probabiliste, afin d'avoir des prélèvements dans toute la période de fonctionnement du clarificateur.

L'E.SYS signifie qu'il existe un écart, ou un intervalle, entre chaque unité sélectionnée qui est incluse dans l'échantillon.

### II.2 Evaluation statistiques des mesures et de la méthode d'analyse:

Avant de pouvoir estimer le rendement du clarificateur, d'abord il est nécessaire de mener une évaluation statistique sur les mesures obtenues et aussi **la fidélité** de la méthode d'analyse choisie, afin de s'assurer que les résultats d'analyses obtenues sont significatifs.

### II.2.1 Etude de la fidélité de la méthode :

La fidélité est l'étroitesse de l'accord entre les résultats d'essais indépendants obtenus dans des conditions bien établies.

Statistiquement parlant, la fidélité (la dispersion) d'une méthode s'exprimera par la variance (ou l'écart-type) expérimentale d'une série de mesure d'un même échantillon, quelquefois par le coefficient de variation.

La notion de fidélité d'une méthode comporte deux aspects :

➤ **La répétabilité** : La répétabilité exprime la Fidélité pour les mêmes conditions opératoires (même opérateur, même laboratoire, même matériel, même méthode) sur des échantillons identiques dans un court intervalle de temps.

➤ **La reproductibilité** : c'est la fidélité dans des conditions de reproductibilité.

Si au moins un des éléments cités précédemment change on parle de conditions de reproductibilité.

**Remarque** : Vu que les conditions sont inchangeables, on ne parlera pas de reproductibilité.

⇒ ***Pour évaluer la répétabilité d'une méthode on procède comme suit :***

#### II.2.1.1 Vérification de la normalité

Elle permet d'affirmer que les observations sont bien dispersées autour de la moyenne, c'est-à-dire la répartition des points expérimentaux suit la loi normale.

Pour étudier la normalité, on distingue plusieurs tests :

- Tests graphiques : Droite de Henry pour  $N < 21$
- Histogramme pour  $N \geq 21$
- Tests statistiques : Test de Shapiro et Wilk pour  $3 \leq N \leq 42$
- Test du  $\chi^2$  pour  $N \geq 43$

(N est le nombre total de mesure)

### **Test de Shapiro et Wilk :**

#### **Principe**

On pose les deux hypothèses suivantes :

- **H<sub>0</sub>** : les données forment une distribution qui n'est pas significativement différents d'une loi normale «proviennent d'une population normale ».
- **H<sub>1</sub>** : la distribution est significativement différente d'une loi normale.
- ◆ Les n observations expérimentales ont été au préalable rangés par ordre de valeur croissante.
- ◆ On calcule la moyenne de cette série de mesures  $\bar{Y}$
- ◆ On calcule le nombre **T<sub>n</sub>** défini par :

$$T_n = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$$

- ◆ On calcule les différences suivantes :

$$d_1 = y_n - y_1$$

$$d_2 = y_{n-1} - y_2$$

$$d_i = y_{n-i+1} - y_i$$

- ◆ On calcule alors le nombre **W** défini par :

$$W = \frac{\left( \sum_{j=1}^{j=p} a_j d_j \right)^2}{T_n} \quad \text{Où les coefficients } a_j \text{ sont donnés par une table.}$$

- ◆ On choisit un risque (5 % ou 1 %) et on compare la valeur de W à une valeur **W<sub>crit</sub>**, dite valeur critique, lue dans la table de Shapiro et Wilk.

### **Règle de Décision :**

- Si **W > W<sub>crit</sub>** on accepte, au risque choisi, l'hypothèse de normalité de la série de mesure.
- Si **W < W<sub>crit</sub>** on rejette l'hypothèse de normalité de la série de mesure.

## II.2.1.2 Vérification des points aberrants

### **Test de Grubbs**

#### **Principe :**

Le test de Grubbs permet de détecter les valeurs aberrantes en termes de dispersion de moyennes. Le principe de ce test est de comparer les valeurs absolues des écarts réduits. Ce test présente un intérêt considérable parce qu'il permet le rejet de deux points aberrants dans une série de mesures.

Après classification des n mesures par ordre croissant, on vérifie si la plus grande valeur ou la plus petite est aberrante.

- ◆ On calcule le rapport suivant:

$$G_i = \frac{\text{Max } |Y_i - \bar{Y}|}{S_y}$$

Avec :

$Y_i$  = point de mesure le plus éloigné de la moyenne.

$\bar{Y}$  = la moyenne des mesures.

$S_y$  = écart type des mesures.

On lit les valeurs critiques dans la table de **Grubbs** simple pour n mesures aux risques de 5 et 1 %.

### Règle de Décision :

- ⇒ Si la plus grande des deux rapports est supérieure à la valeur lue dans la table de **Grubbs** au risque d'erreur choisi, la donnée est considérée comme aberrante ou suspecte.

## II.2.1.3 Homogénéité des variances

### ✚ Test de COCHRAN

#### Principe

Le test de **COCHRAN** permet de détecter les valeurs aberrantes en termes de dispersion et il va s'appliquer sur les écarts types des mesures.

Les deux hypothèses en concurrence sont :

- $H_0$  : les écarts-types sont du même ordre de grandeur.
- $H_1$  : le maximum des écarts-types est significativement plus grand que les autres.

La statistique à calculer est :

- Le rapport entre la somme des variances

$$C_{obs} = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{j=1}^p S_j^2}$$

plus grande des variances et la est le suivant :

### Règle de décision :

On compare  $C_{obs}$  avec  $C_{crit}$  lue sur la table de **Cochran** pour un risque  $\alpha$  généralement choisi à 5 %.

- Si  $C_{obs} \leq C_{crit}$ , alors on accepte l'hypothèse selon laquelle les variances des populations sont égales entre elles.
- Si  $C_{obs} \geq C_{crit}$ , on rejette l'hypothèse d'égalité des variances, la série de variance la plus élevée sera rejetée.

#### II.2.1.4 L'écart type de répétabilité : ( $S_r$ )

Selon la norme ISO 5725 la limite de répétabilité noté **r** « écart maximum qu'un laboratoire peut obtenir au niveau de confiance 95% entre 2 résultats obtenus sur un même échantillon pour une même méthode, un même analyste, un même appareil, pendant un court intervalle de temps ».

Avec :

$$\mathbf{r = 2,83 \times s_r \quad \text{limite de répétabilité à 95 \%}}$$

Où  $S_r$  : l'écart-type de répétabilité

$$\mathbf{S_r = [SCE / (N - p)]^{0,5}}$$

# Quatrième partie : Matériel et méthode

## I. Le clarificateur à assiette

Vue sa forte consommation de Mélasse, presque 3900 tonnes mensuellement, la société LESAFFRE dispose de trois clarificateurs à assiette.

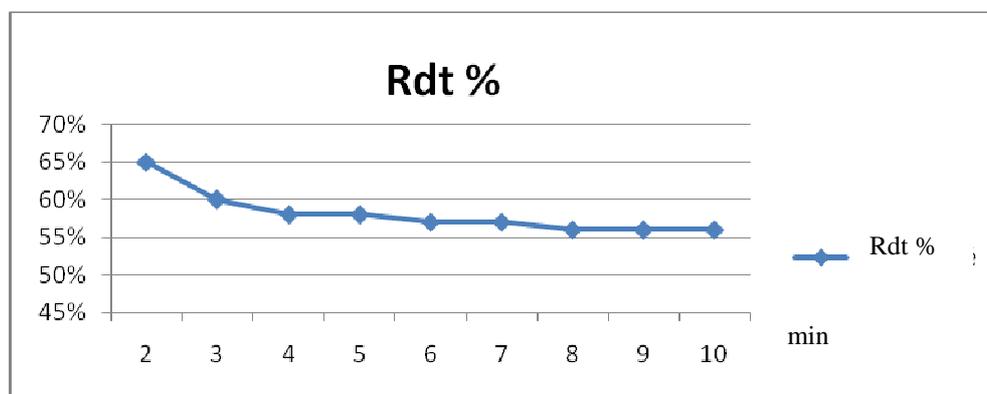
### I.1 Présentation des appareils :

#### I.1.1 SPHX 157 :

Le clarificateur **SPHX 157** est un clarificateur à assiette avec évacuation périodique des boues, son volume de bol 60 L. Son débit varie entre 9,9-11 m<sup>3</sup> / h selon les besoins de fermentations.

Son cycle de clarification dure 10 min à 4000tr/min.

Afin de connaître le comportement du Rdt du clarificateur, au cours du temps de clarification, on fait un prélèvement des échantillons chaque minute de l'entrée et sortie du clarificateur.



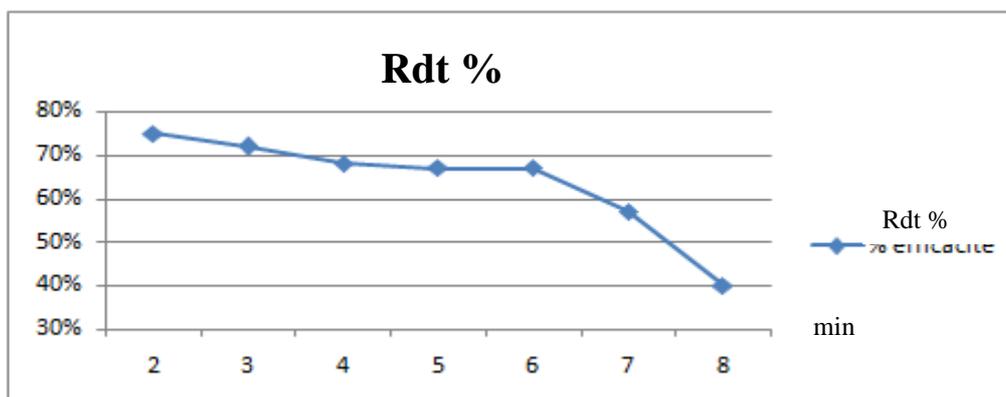
**Figure 5 :** Variation du Rdt % en fonction du temps de clarification

- D'après les résultats illustrés sur la courbe de variation, nous observons que le rendement du clarificateur diminue aux trois premières minutes de la clarification, alors qu'elle reste presque constante durant le reste du temps.

#### I.1.2 SB 80 :

Le clarificateur **SB 80** est un clarificateur à assiette avec évacuation périodique des boues, son volume de bol 30 L. Son débit d'entraînement de mélasse est de 9 m<sup>3</sup> / h.

Son cycle de clarification dure 8 min.



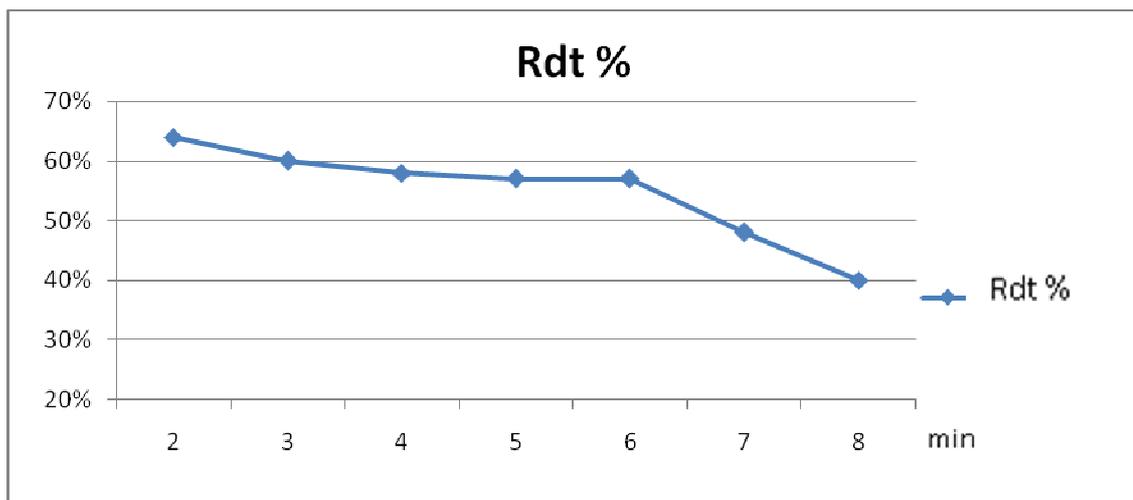
**Figure 6 :** Variation du Rdt % en fonction du temps de clarification

- D'après les résultats illustrés sur la courbe de variation, nous observons que le rendement du clarificateur diminue au fur et à mesure que le temps de clarification augmente.

### I.1.3 SB 60

Le clarificateur **SB 60** est un clarificateur à assiette avec évacuation périodique des boues, son volume de bol 30 L. Son débit varie entre 7-10 m<sup>3</sup> / h selon les besoins de fermentations.

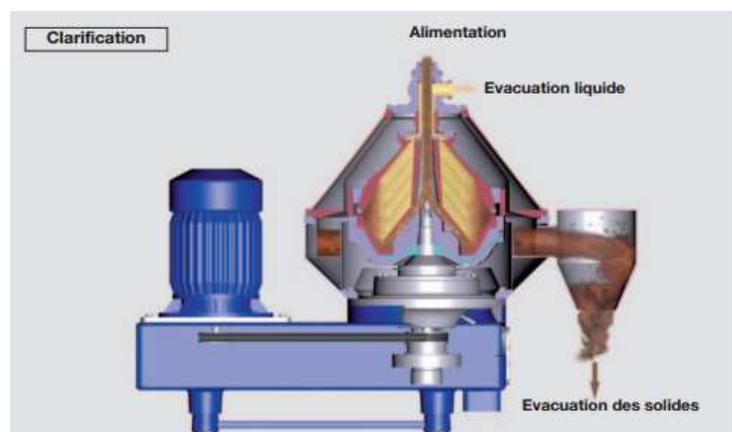
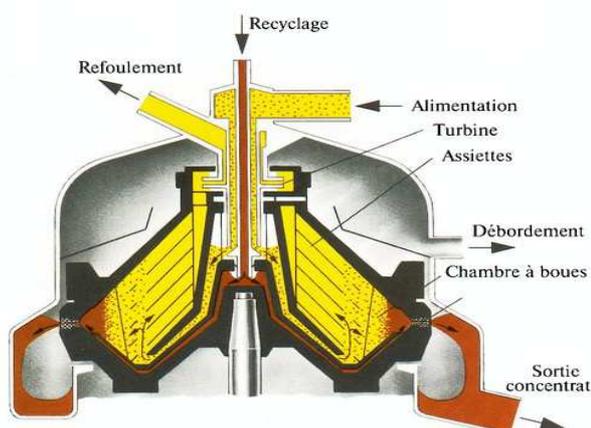
Son cycle de clarification dure 8 min.



**Figure 7 :** Variation du % de l'efficacité en fonction du temps de clarification

- D'après les résultats illustrés sur la courbe de variation, nous observons que le rendement du clarificateur diminue au fur et à mesure que le temps de clarification augmente.

## I.2 Méthode de fonctionnement



**Figure 8 :** Schéma d'un clarificateur auto débourbeur

*Le fonctionnement d'un clarificateur auto-débourbeur à assiettes est indiqué comme suit :*

- La mélasse à clarifier est introduite dans le bol via un tube d'alimentation fixe et elle est accélérée à pleine vitesse par le distributeur
- Le flux de la mélasse se divise en de nombreuses couches minces en passant par l'empilement d'assiettes dans le bol et forme ainsi une grande superficie de séparation
- La séparation des solides et du liquide se déroule dans la pile d'assiettes
- En raison de la force centrifuge, la phase lourde « débris ou saletés en suspension », est plaquée sur la face inférieure des assiettes et glisse le long de celles-ci et va s'accumuler en périphérie du bol, zone appelé chambre à boues.
- La MDC s'écoule de la pile d'assiettes vers une turbine et elle est évacuée sous pression par cette turbine
- Un système hydraulique dans la partie inférieure du bol permet d'évacuer à l'intervalle régulier les solides séparés à pleine vitesse
- Dans le cas de séparation liquide solide, il est nécessaire de procéder périodiquement au débouage, c'est-à-dire à l'évacuation du sédiment accumulé dans la chambre à boues
- Cette opération est semi-continue dans le cas de bol auto-déboueur où le bol s'ouvre périodiquement pour permettre l'évacuation des sédiments les plus compacts, utilisé pour des suspensions de concentration en solides de 0.1 à 10 %.

### I.3 Evaluation des performances des clarificateurs à assiettes

L'évaluation du bon niveau de fonctionnement des clarificateurs à assiettes est quantifiée par la détermination des taux des boues à l'entrée et à la sortie des clarificateurs de mélasse par centrifugation au niveau laboratoire.

L'expression du rendement de clarificateur est alors exprimée en pourcentage massique selon la relation suivante :

$$\text{Rdt (\%)} = 100 - \frac{[\% \text{ des boues à la sortie}]}{[\% \text{ des boues à l'entrée}]} \times 100$$

### I.4 Méthode expérimentale d'échantillonnage

L'échantillonnage est effectué à partir des vannes d'échantillonnage à la fois à l'entrée et à la sortie des clarificateurs au cours du cycle de clarification.

Compte tenu des méthodes d'analyses utilisées au laboratoire d'analyse, une quantité collectée de 500 à 600 ml est suffisante.

L'échantillonnage est fait à la sortie du clarificateur, afin d'obtenir un échantillon moyen de la MDC, nous effectuons quatre à cinq prélèvements successifs de 100 ml, nous modulons le temps d'attente entre les différents prélèvements selon la durée du cycle de clarification de chaque appareil « en générale ce temps est de 2 min ».

Les échantillons prélevés sont ensuite mélangés, la mesure est réalisée sur ce mélange.

Une prise d'échantillon est appliquée juste à l'entrée du clarificateur.

A partir de cette méthode, il est possible d'obtenir le taux des boues dans la MD avant et après clarification.

## **II. Méthode de mesure la teneur des boues présente dans la MD :**

### **II.1 Définition :**

La teneur des boues présentes dans la mélasse diluée entrante et sortante du clarificateur, est obtenue à la suite d'un processus de centrifugation et de séchage spécifié. Elle s'exprime en pour cent ou en gramme par litre.

### **II.2 Matériel utilisé :**

- Centrifugeuse de laboratoire permettant une séparation nette des phases, munie de pots de 80 ml.
- Etuve dont la température peut être maintenue à  $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ .
- Balance analytique d'une précision de 0,1 mg.
- Dessiccateur
- Agitateur.

### **II.3 Mode opératoire :**

- Avant l'analyse, l'échantillon est homogénéisé sur un agitateur
- Remplir trois tubes de centrifugation préalablement séchée à  $105^{\circ}\text{C}$  jusqu'à masse constante, refroidie dans le dessiccateur et les pesées, par 30g de la MD (entrée et sortie).
- Centrifuger les échantillons pendant 30 minutes dans la centrifugeuse du laboratoire.
- Vider le surnageant contenu dans les pots de centrifugation pour avoir juste les boues.
- Sécher ensuite les tubes et leurs contenu à  $105^{\circ}\text{C}$  jusqu'à une masse constante, dans une étuve à  $106^{\circ}\text{C}$  pendant 80 min.
- On laisse égoutter le culot pendant 10 min à la température ambiante.
- A la sortie de l'étuve on les met au dessiccateur pendant 20 min et on les pèse ensuite.

La différence de masse avant et après le processus de séchage est utilisée pour calculer la teneur en matière sèche qui s'exprime selon la relation :

$$C_s = \frac{(m_c - m_a)}{(m_b - m_a)} * 100 (\%)$$

Avec :

- $C_s$  est la teneur en matière sèche de l'échantillon de boues en pour cent ou en grammes par Kg
- $m_a$  est la masse de la capsule d'évaporation, en gramme ;
- $m_b$  est la masse de la capsule d'évaporation contenant l'échantillon de boues, en gramme ;
- $m_c$  est la masse de la capsule d'évaporation contenant la matière sèche de l'échantillon de boues, en grammes ;

### III. Optimisation des paramètres de centrifugation

L'objectif essentiel étant la détermination de conditions adéquates à la quantification optimale des taux des boues présents dans la MD avant et après clarification, qui doivent être rigoureusement respectées.

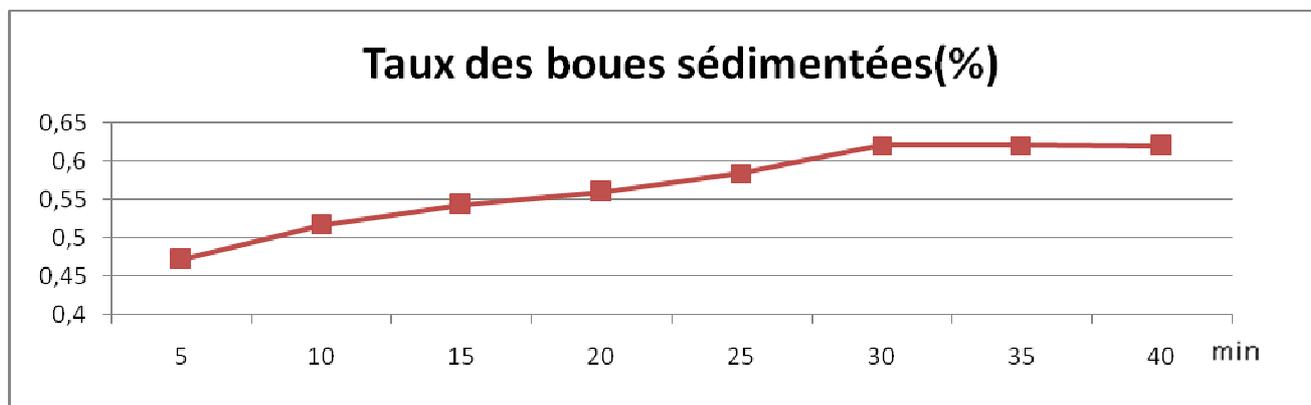
Donc avant de procéder au calcul des rendements des clarificateurs, il est nécessaire de fixer les paramètres « Temps de centrifugation, la durée de séchage et la prise d'échantillon » de la méthode adoptée.

#### III.1 Durée de centrifugation optimale de la MD

Afin d'obtenir la durée de centrifugation optimale de centrifugation « le temps nécessaire d'avoir le maximum de boues sédimentés, une étude effectuée sur le taux de boues sédimentés en fonction de la durée de centrifugation sur 16 échantillons prélevés de la même MD.

Durée de centrifugation (min)	Boues (%)	Moyenne (%)	Durée de centrifugation (min)	Boues (%)	Moyenne (%)
5	0.472	0.471	25	0.580	0.584
	0.470			0.588	
10	0.515	0.516	30	0.618	0.621
	0.517			0.625	
15	0.540	0.543	35	0.620	0.621
	0.545			0.623	
20	0.561	0.560	40	0.619	0.620
	0.559			0.621	

**Tableau 2 :** Taux des boues sédimentées en fonction de la durée de centrifugation



**Figure 9 :** courbe des taux des boues sédimentées en fonction de la durée de centrifugation

- La courbe montre que la stabilisation de la sédimentation des boues « impuretés » présents dans la MD se fait à partir de 30 min de centrifugation
- Donc ,30 min est la durée optimale pour pouvoir sédimenter la totalité de boues présentes dans la MD.

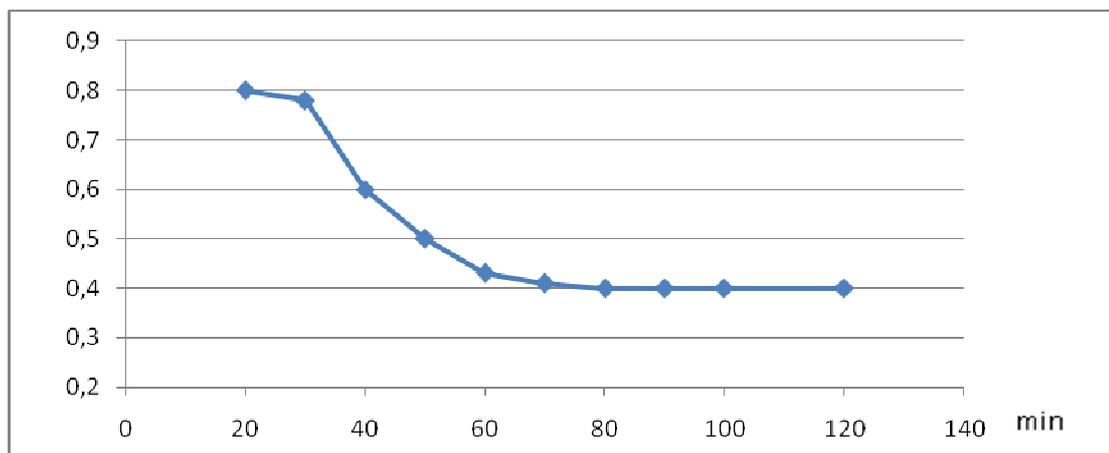
### III.2 Préparation de l'échantillon moyen:

Afin d'avoir un échantillon représentatif pour de chaque cycle de clarification, **un échantillon moyen** serai un mélange préparé à partir des prélèvements de volumes identiques effectués au bout de chaque 2 min de clarification (entrée et sortie).

### III.3 Durée de séchage du culot

C'est le temps nécessaire au culot dans l'étuve (106°C) pour la stabilisation de son poids.

C'est-à-dire pour ce débarrassé de toutes traces d'eau, donc la masse obtenue serai une masse par matière sèche, masse nette des boues sans inclusion d'autre élément.



**Figure 10** : courbe de séchage des boues dans l'étuve en fonction du temps

- La courbe ci-dessus apporte des indications sur l'état d'avancement du séchage des boues.
- d'après la courbe obtenue, on remarque que la stabilisation de la masse ce fait à partir de 80 min de séchage.

## IV. Résultats des tests statistiques sur les rendements des clarificateurs

### IV.1 Objectif du travail :

Le but de cette étude est de :

- Vérifier statistiquement et confirmer que plus que la moitié des boues contenues dans la mélasse à l'entrée des clarificateurs est évacuée, donc un rendement supérieur à 50% pour assurer un bon rendement des fermenteurs.
- S'assurer qu'on travaille avec une mélasse qui répond aux normes recommandées.
- Faire une étude comparative entre les rendements des 3 clarificateurs.
- Etudier les causes de la variation des rendements des 3 clarificateurs.
- Cette évaluation statistique serait un point de départ en vue d'une optimisation.

### IV.2 Échantillonnage Systématique :

Afin d'avoir des échantillons représentatifs, la démarche qu'on a suivie pour sélectionner un échantillon systématique est la suivante :

❖ *Détermination de la taille de notre population N ;*

⇒ *Pour le Clarificateur SPHX 157 :*

- ✓ Chaque cycle de clarification « 10 min =600 s» est un échantillon p.
- ✓ L'étude est menée sur une période de 5 heures = 18000 s.
- ✓ Le nombre d'échantillon N qu'on a dans cette période :  $N = (18000/600)$   
 $N = 30$  cycles de clarification dans une période de 5 heures.
- ✓ Détermination de **n** la taille de l'échantillon qu'on veut prendre, c-à-dire le nombre d'individu que doit comporter l'échantillon, dans notre cas on a choisi  $n=3$ .

❖ *L'intervalle K est déterminé comme suit :*

$$K=N/n = 30/3= 10.$$

Avec ce pas on peut construire une série d'échantillon de la façon suivante :

On choisi un nombre d qui est entre 1 et K.

**d** : est le 1<sup>er</sup> échantillon

**d+k** : est le 2<sup>ème</sup> échantillon

**d+2k** : est le 3<sup>ème</sup> échantillon

Avec d un nombre appartient à l'intervalle [1, k] ;

Nos intervalles sont répartis comme suit :

✓ [1, 11,21] ou [2, 12,22]..... [10, 20,30]

⇒ *Pour le clarificateur SB 80 et SB 60:*

- ✓ Chaque cycle de clarification « 8 min =480 s» est un échantillon p.
- ✓ Le nombre d'échantillon  $N=(18000/480)= 37$  cycles de clarification.
- ✓  $K=12$

Nos intervalles sont répartis comme suit :

- ✓ [1, 13,25] ou [2, 14,26]..... [13, 25,37].

**Remarque :** il faut que la liste soit bien brassée et qu'il n'y ait pas de régularité dans le rangement des individus, qui conduira à choisir le même cycle de clarification par jour.

### IV.3 Clarificateur SB80 :

#### IV.3.1 3.1. Résultats des rendements de la clarification

Les résultats obtenus après avoir récolté dix échantillons sont mentionnés dans le tableau ci-dessous, trois répétitions sont effectuées sur chaque échantillon moyen issu de chaque prélèvement.

**Remarque :**

- Dans toute la partie qui suit, le calcul des différentes valeurs statistiques sera évalué à l'aide du tableur « Excel » ;

	% B-E	% B-S	% R	Rdt Moy %	Ecart Type	Variance
<b>1</b>	0,899	0,421	53,17	53,69	<b>2,01</b>	<b>4,03</b>
	0,946	0,417	55,91			
	0,923	0,443	52			
<b>2</b>	1,107	0,394	64,4	64,13	0,33	0,11
	1,076	0,391	63,76			
	1,09	0,39	64,22			
<b>3</b>	0,965	0,459	52,43	52,25	0,74	0,55
	0,983	0,463	52,89			
	0,972	0,472	51,44			
<b>4</b>	0,931	0,406	56,39	56,22	0,18	0,03
	0,928	0,408	56,03			
	0,914	0,404	56,23			
<b>5</b>	1,131	0,296	73,82	73,89	0,19	0,04
	1,105	0,286	74,11			
	1,112	0,292	73,74			
<b>6</b>	1,046	0,286	72,65	72,61	0,35	0,12
	1,016	0,275	72,93			
	1,052	0,292	72,24			
<b>7</b>	1,088	0,309	71,55	70,86	0,69	0,48
	1,124	0,326	70,86			
	1,16	0,343	70,17			
<b>8</b>	1,196	0,36	69,48	68,79	0,69	0,48
	1,232	0,377	68,79			
	1,268	0,394	68,1			
<b>9</b>	1,033	0,218	78,89	78,77	0,25	0,06
	1,016	0,214	78,93			
	1,046	0,215	78,48			
<b>10</b>	1,012	0,222	78,06	77,7	0,39	0,15
	1,057	0,24	77,29			
	1,061	0,236	77,75			

**Tableau 3 :** Résultats de rendement du clarificateur SB80 et paramètres statistiques

#### IV.3.2 Test de normalité « Shapiro et Wilk »:

Afin d'étudier la normalité des résultats de notre population, on établit les paramètres du test sur le tableau ci-dessous :

Test de SHAPIRO & WILK				
$\bar{Y}$	Tn	$\sum(a_i*d_j)^2$	W obs	Wcrit(5%,10)
64,7	984,66	874,18	0,887	0,842

Tableau 4 : paramètres du test de SHAPIRO & WILK

**Décision:**

- $W_{obs} > W_{crit}(5\%,10) \implies$  On accepte l'hypothèse  $H_0$  de normalité, et on rejette  $H_1$

IV.3.3 Test des points aberrants « GRUBBS »:

On détermine les paramètres du test de GRUBBS, pour déterminer les valeurs aberrantes et les éliminer par la suite. Dans notre cas,  $\bar{Y} = 64,70$  et  $\sigma = 10,46$

Le tableau suivant illustre les résultats :

TEST des points aberrants "GRUBBS SIMPLE"			
		G1 obs	G1 crit
Yi max	78,6	1,329	2,29
Yi min	52,18	1,197	

Tableau 5 : Test de GRUBBS simple

**Décision:**

- $G_a < G$  lue  $\implies$  l'hypothèse  $H_0$  est vérifiée donc les valeurs extrêmes sont significativement correctes.

IV.3.4 Test d'homogénéité des variances « COCHRAN »:

TEST DE COCHRAN			
$s^2_{max}$	$p$ $\sum_{i=1} s_i^2$	$C_0$ calculé	$C(5\%,10,3)$
4,030	6,040	0,667	0,445

Tableau 6 : Test de COCHRAN

**Décision:**

- $C_0 \text{ calculé} > C$  lue (5%,10,3)  $\implies$  l'ensemble des variances des différents niveaux ne sont pas homogènes . Donc on doit chercher s'il ya des valeurs aberrantes derrière cette non homogénéité.

⇒ Recherche des points aberrants au niveau des variances : « test de GRUBBS Simple »

TEST des points aberrants "GRUBBS SIMPLE"			
		G1 obs	G1 crit
Yi max	4,03	2,808	2,29
Yi min	0,03	0,469	

Tableau 7 : Test de GRUBBS simple

⇒ G calculé = 2,808 > G crit (5%,10) lu sur la table qui est égale à 2,29 ; donc la valeur 4.03 est une valeur aberrante, alors on doit éliminer la première série « la source de la non homogénéité »

IV.3.5 Etude de répétabilité de la méthode :

Séries	$n_i$	$n_i^2$	$y_{ij}$	$y_i$	$n_i (y_i - \bar{y})^2$	$S_i^2$	$(n_i-1).S_i^2$
1	3	9	64,4	64,13	53,68	0,1089	0,2179
			63,76				
			64,22				
2	3	9	52,43	52,25	777,95	0,549	1,0981
			52,89				
			51,44				
3	3	9	56,39	56,22	442,14	0,0325	0,0651
			56,03				
			56,23				
4	3	9	73,82	73,89	91,85	0,0379	0,0758
			74,11				
			73,74				
5	3	9	72,65	72,61	54,19	0,1204	0,2409
			72,93				
			72,24				
6	3	9	71,55	70,86	18,8	0,4761	0,9522
			70,86				
			70,17				
7	3	9	69,48	68,79	0,56	0,4761	0,9522
			68,79				
			68,1				
8	3	9	78,89	78,77	325,1	0,062	0,1241
			78,93				
			78,48				
9	3	9	78,06	77,7	261,89	0,1501	0,3002
			77,29				
			77,75				
9	27		68,36		2026,17		4,0263
P	N		moyenne		SCE <sub>a</sub>		SCE <sub>r</sub>

Tableau 8 : Tableau d'étude de la répétabilité

SCE <sub>r</sub>	N	P	Ni	Sr	R
4,026	27	9	3	0,45	1,27

• **Décision:**

⇒ l'écart maximal au niveau de confiance de 95% entre les mesures du rendement de clarification obtenus est de **1,27** dans les conditions de répétabilité, qui est relativement faible pour une analyse qui ne demande pas une grande précision

- ⇒ la différence absolue entre deux résultats successifs est inférieure à  $r$   
donc l'hypothèse  $H_0$  de répétabilité de la méthode est acceptée, La méthode adoptée est répétable,  
⇒ donc le choix d'un échantillonnage systématique a donné des résultats significatifs.

## IV.4 Clarificateur SPHX 157 :

### IV.4.1 Résultats des rendements de la clarification

	% B-E	% B-S	% R	Rdt Moy %	Ecart Type	Variance
1	0,879	0,348	60,4	61,06	0,59	0,35
	0,883	0,342	61,26			
	0,884	0,34	61,53			
2	1,159	0,323	68,67	69,18	0,47	0,22
	1,171	0,356	69,59			
	1,169	0,359	69,28			
3	2,188	0,488	77,69	76,83	1,12	1,26
	2,171	0,494	77,24			
	2,173	0,531	75,56			
4	2,151	0,479	77,73	78,74	0,98	0,96
	2,191	0,464	78,82			
	2,171	0,441	79,68			
5	2,407	0,506	78,97	78,75	1,15	1,32
	2,474	0,5	79,78			
	2,446	0,55	77,51			
6	0,448	0,279	37,72	37,7	0,52	0,27
	0,471	0,291	38,21			
	0,46	0,289	37,17			
7	0,483	0,29	39,95	39,74	0,52	0,27
	0,481	0,288	40,12			
	0,465	0,283	39,14			
8	0,458	0,287	37,33	37,07	0,27	0,07
	0,455	0,282	36,8			
	0,453	0,285	37,08			
9	0,459	0,247	46,18	46,04	0,53	0,28
	0,451	0,246	45,45			
	0,469	0,251	46,48			
10	0,453	0,239	47,24	45,96	1,3	1,69
	0,448	0,248	44,64			
	0,45	0,243	46			

Tableau 9 : Résultats de rendement du clarificateur SPHX 157 et paramètres statistiques

### IV.4.2 Test de normalité :

Test de SHAPIRO & WILK				
$\bar{Y}$	Tn	$\sum(a_i*d_j)^2$	W obs	Wcrit(5%,10)
57,11	2813,580	2382,57	0,847	0,842

Tableau 10 : paramètres du test de SHAPIRO & WILK

**Décision:**

➤  $W_{obs} > W_{crit} (5\%, 10)$ , On accepte l'hypothèse  $H_0$  de normalité, et on rejette  $H_1$

TEST des points aberrants "GRUBBS SIMPLE"			
		G1 obs	G1 crit
Yi max	78,75	1,228	2,29
Yi min	37,07	1,135	

IV.4.3 Test des points aberrants « GRUBBS »:

TEST DE COCHRAN			
	P		
$s^2_{max}$	$\sum_{i=1}^p s_i^2$	$C_0$ calculé	$C_{(5\%, 10, 3)}$
	i=1		
1,690	6,693	0,253	0,445

Tableau 12 : Test de COCHRAN

Tableau 11 : Test de GRUBBS simple

**Décision:**

➤  $G_a < G_{lue} \implies$  l'hypothèse  $H_0$  est vérifiée donc les valeurs extrêmes sont significativement correctes.

IV.4.4 Test d'homogénéité des variances « COCHRAN »:

**Décision:**

➤  $C_0 \text{ calculé} < C_{lue} (5\%, 10, 3) \implies$  donc on accepte l'homogénéité des variances des 10 séries d'où une dispersion non hétérogène commune aux trois répétitions de toutes les séries.

## IV.5 Clarificateur SB60:

### IV.5.1 Résultats des rendements de la clarification

	% B-E	% B-S	% R	RDR Moy %	Ecart Type	Variance
1	0,429	0,182	57,57	57,67	0,09	0,01
	0,421	0,178	57,71			
	0,426	0,18	57,74			
2	0,422	0,173	59	59,64	0,78	0,61
	0,428	0,169	60,51			
	0,419	0,17	59,42			
3	0,483	0,208	56,93	56,34	0,59	0,35
	0,481	0,21	56,34			
	0,485	0,212	55,75			
4	0,459	0,174	62,09	62,22	0,26	0,07
	0,451	0,169	62,52			
	0,469	0,178	62,04			
5	0,392	0,162	58,67	58,38	0,43	0,18
	0,399	0,168	57,89			
	0,396	0,164	58,58			
6	0,424	0,176	58,49	58,95	0,55	0,3
	0,42	0,173	58,8			
	0,418	0,169	59,56			
7	0,393	0,16	59,28	59,31	0,03	0
	0,386	0,157	59,32			
	0,391	0,159	59,33			
8	0,397	0,168	57,68	58,35	0,62	0,38
	0,39	0,162	58,46			
	0,399	0,164	58,9			
9	0,412	0,167	59,46	58,6	0,74	0,55
	0,409	0,171	58,19			
	0,404	0,169	58,16			
10	0,392	0,176	55,1	55,57	0,85	0,73
	0,389	0,169	56,55			
	0,396	0,178	55,05			

Tableau 13 : Résultats de rendement du clarificateur SB60 et paramètres statistique

IV.5.2 5.2. Test de normalité :

Test de SHAPIRO & WILK				
$\bar{Y}$	Tn	$\sum(a_i*d_j)^2$	W obs	Wcrit(5%,10)
58,503	29,981	28,481	0,950	0,842

Tableau 14 : paramètres du test de SHAPIRO & WILK

**Décision:**

- $W_{obs} > W_{crit}(5\%,10)$ , On accepte l'hypothèse  $H_0$  de normalité, et on rejette  $H_1$ .

IV.5.3 5.3. Test des points aberrants :

TEST des points aberrants "GRUBBS SIMPLE"			
		G1 obs	G1 crit
Yi max	62,22	2,035	2,29
Yi min	55,57	1,609	

Tableau 15 : Test de GRUBBS simple

**Décision:**

- $G_{obs} < G_{crit} \implies$  l'hypothèse  $H_0$  est vérifiée donc les valeurs extrêmes sont significativement correctes.

IV.5.4 5.4 Test d'homogénéité des variances :

TEST DE COCHRAN			
$s^2_{max}$	$P$ $\sum_{i=1}^2 s_i^2$	$C_0$ calculé	$C_{(5\%,10,3)}$
0,730	3,180	0,228	0,445

Tableau 16 : Test de COCHRAN

**Décision:**

- $C_0 \text{ calculé} < C \text{ lue}(5\%,10,3) \implies$  donc l'ensemble des variances des différents niveaux sont homogène.

## IV.6 Etude comparative entre le rendement des trois clarificateurs :

IV.6.1 Comparaison statistique (ANOVA à un facteur) :

On désire savoir si le rendement moyen issu de chaque clarificateur est le même, ou il ya une différence significatif entre eux.

### Rappel statistique :

- On applique le test d'Hypothèse (test bilatéral) :
  - ⇒ H0 : il n'y a pas une différence entre le rendement moyen des trois clarificateurs
  - ⇒ H1 : il y a une différence au niveau du rendement des trois clarificateurs.

Nous avons remplis le tableau suivant avec les données obtenus 29 rendements moyens répartis sur 3 échantillons indépendants.

	Rdt (%) SB 80	Rdt(%) SPHX157	Rdt(%) SB 60
	52,25	37,07	55,57
	56,22	37,7	56,34
	64,13	39,74	57,67
	68,79	45,96	58,35
	70,86	46,04	58,38
	72,61	61,23	58,6
	73,89	69,37	58,95
	77,7	76,69	59,31
	78,77	78,43	59,64
		78,75	62,22
<b>Rdt moy =</b>	<b>68,36</b>	<b>57,10</b>	<b>58,50</b>

Tableau 17 : récapitulatif des rendements des trois clarificateurs

⇒ On procède à une ANOVA sur Excel, le tableau retenu est le suivant :

<b>ANALYSE DE VARIANCE</b>						
<i>Source des variations</i>	<i>SCE</i>	<i>DDL</i>	<i>CM</i>	<i>F</i>	<i>P-value</i>	<i>F crit</i>
Entre Groupes	436,823	2,000	218,412	1,560	<b>0,229</b>	3,369
A l'intérieur des groupes	3641,092	26,000	140,042			
Total	4077,915	28,000				

Tableau 18 : ANOVA à un facteur

⇒ **Conclusion statistique :**

- La valeur de P-value étant largement supérieure au seuil de signification 0,05 ; on conserve donc l'hypothèse nulle (pas de différence significative entre les échantillons).

⇒ **Conclusion de l'expérience :**

- pour cette série de mesures, on peut conclure que les trois clarificateurs ne diffèrent pas significativement par leur rendement moyen avec un seuil de signification de 5%.
- On constate que les trois clarificateurs ont un bon rendement de valeur supérieur à 50 %, donc c'est un bon résultat mais reste pas assez satisfaisant pour la société.
- Le clarificateur SB 80 représente le meilleur rendement, donc un taux minimal des boues dans la MDC.

## V. Détermination des paramètres influençant sur le rendement des clarificateurs :

### V.1 Objectif :

Afin de bien comprendre le phénomène de la clarification et de déterminer les paramètres influençant le rendement des clarificateurs et savoir la source de sa variation, on a essayé avec les facteurs qu'on a pu mesurer de faire un suivi du comportement de rendement en fonction de chaque paramètre.

- Paramètres physico-chimique de la mélasse : Densité, potentiel d'hydrogène, le taux de boues à l'entrée du clarificateur.
- Paramètres de fonctionnement de clarificateur : Débit de clarification de la mélasse.

### V.2 Les résultats des mesures effectués :

#### V.2.1 Potentiel d'hydrogène : pH

Le pH (potentiel d'hydrogène) mesure la concentration en ions  $H^+$ .

Il permet d'apprécier l'acidité ou bien l'alcalinité de la mélasse, il traduit ainsi la balance entre acide et base sur une échelle de 0 à 14.  $pH = -\log [H_3O^+]$

La variation du rendement de la clarification est donnée devant le tableau ci-dessous :

pH	Rdt%
5,08	76,69
5,09	78,43
5,11	37,7
5,16	69,37
5,18	61,23
5,25	78,75
5,87	37,07
5,9	39,74
6,1	45,96
6,13	46,04

Tableau 19 : Variation du rendement de clarification en fonction du pH

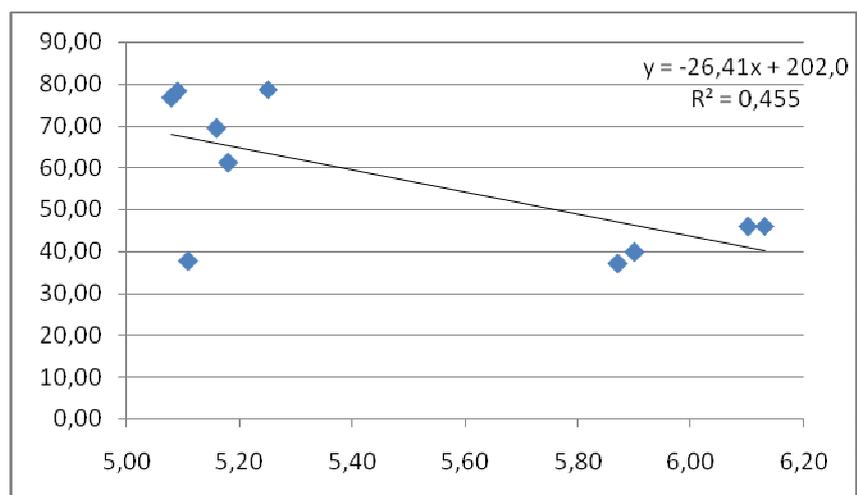


Figure 11 : courbe de corrélation entre le pH et le Rdt (%)

#### V.2.2 Densité :

La densité d'un corps est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence. Le corps de référence est l'eau pure à 4 °C pour les liquides et les solides. Pour mesurer la densité de la MD nous utilisons le densimètre.

Densité	Rdt (%)
1,183	39,74
1,185	76,69
1,19	37,7
1,191	69,37
1,194	46,04
1,196	61,23
1,199	45,96
1,199	78,75
1,201	37,07
1,211	78,43

Tableau 20 : variation du rendement en fonction de la densité

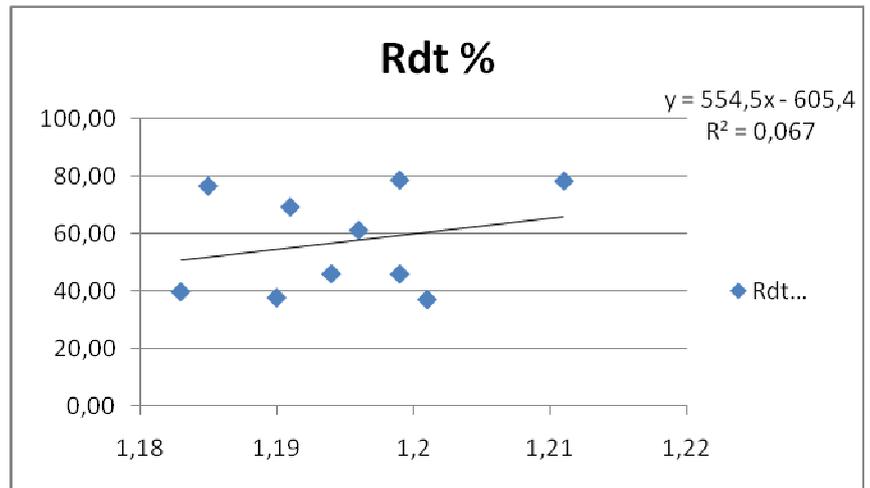


Figure12 : courbe de corrélation entre la densité et le Rdt %

### V.2.3 Taux des boues à l'entrée du clarificateur :

Il s'agit de la teneur des boues « **impuretés, MES, colloïdes** » présentes dans la mélasse diluée entrante au clarificateur, est obtenue à la suite d'un processus de séchage spécifié. Elle s'exprime en pour cent (%).

% Boues-E	Rdt %
0,45	45,96
0,454	37,07
0,46	37,7
0,46	46,04
0,476	53,35
0,871	61,23
1,14	69,37
2,194	76,69
2,214	78,43
2,442	78,75

Tableau 21 : Variation du Rdt (%) en fonction du B-E (%)

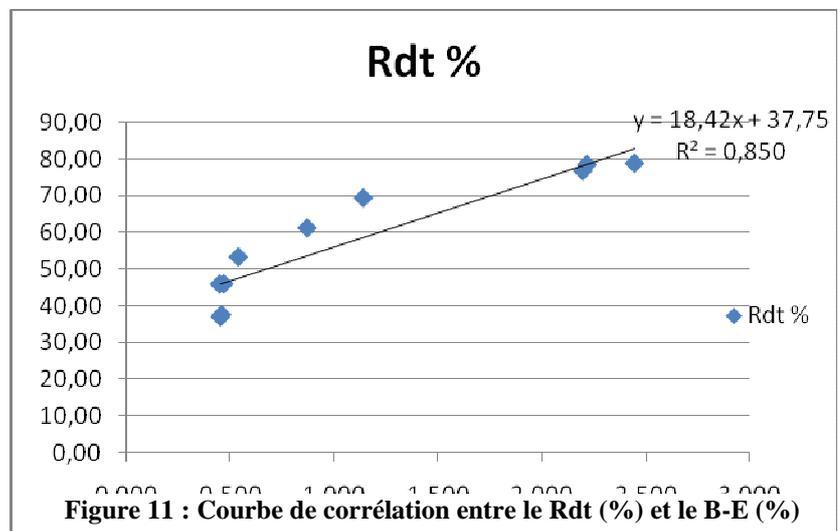
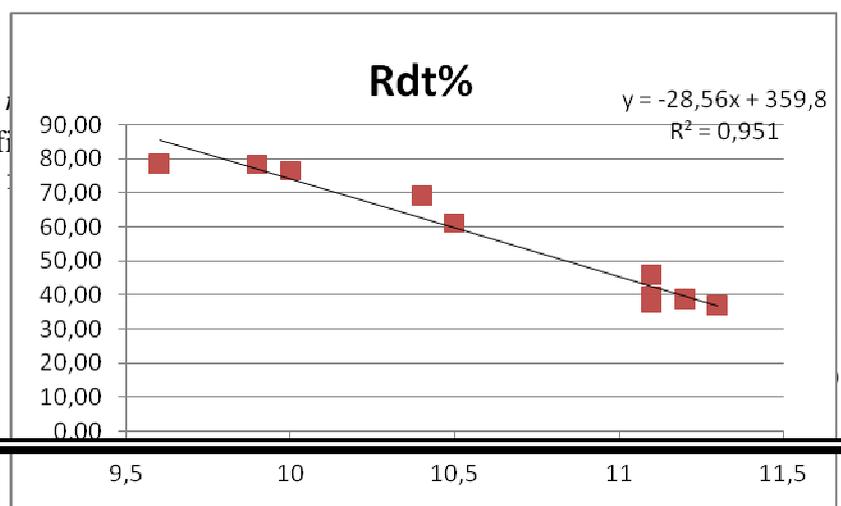


Figure 11 : Courbe de corrélation entre le Rdt (%) et le B-E (%)

Débit	Rdt (%)
9,6	78,75
9,9	78,43
10	76,69
10,4	69,37
10,5	61,23
11	46,04
11,1	39,74
11,1	37,7
11,2	38,96
11,3	37,07

de la clarification des



### V.3 Interprétation des résultats

⇒ D'après les graphes de variation du pH, et la densité, on peut confirmer qu'il n'y a pratiquement aucune influence de ces deux facteurs sur le rendement de ces clarificateurs.

⇒ Par contre, les courbes de variation taux de boues dans la MD et le débit de la clarification de mélasse en fonction du rendement, montrent qu'il y a corrélation entre ces paramètres et la performance de la clarification, donc il y a une interférence :

- Le rendement augmente, au fur et à mesure, que le pourcentage des boues de la MD est élevé.

Tableau 22 : Variation du Rdt (%) en fonction du débit

Figure 12 : Courbe de corrélation entre le Rdt (%) et le Débit

- le rendement de la clarification diminue, tandis que le débit de la clarification de la mélasse augmente, cela montre que le rendement et le débit sont inversement proportionnels.

⇒ Les autres facteurs influençant sur le rendement des clarificateurs :

- Pour les clarificateurs SB 80 et SB 60 : la diminution du rendement du clarificateur tout au long des 8 min est due à la saturation du clarificateur, cela veut dire que le dépôt des boues a chargé le bol, et la mélasse diluée clarifiée (MDC) sortante de clarificateur est encore chargée des impuretés ce qui risque de nuire à la qualité du produit fini. Donc on suggère qu'on doit diminuer le temps de clarification à 6 min. D'où il faut toujours contrôler le réglage du temps de débouillage en calculant en permanence le taux des impuretés pour éviter le passage des boues vers la mélasse diluée clarifiée.
- Pour le clarificateur SPHX 157 : une mélasse à l'entrée du clarificateur moyennement chargée en boues, aux environs de [0.450 %], donne un pourcentage des boues à la sortie de l'appareil au niveau de la MDC d'environ de [0.250%], avec un rendement inférieur à 50 %.

On peut donc en conclure que ce clarificateur a une capacité limite qui ne lui permet pas de donner un pourcentage des boues inférieur à [0.250 %] avec un rendement plus élevé.

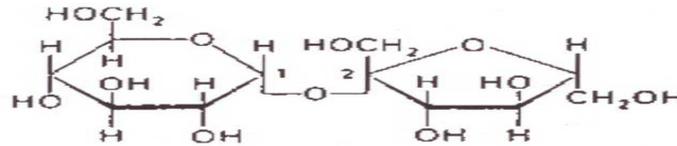
## VI. L'Évaluation des pertes en Saccharose lors de la clarification de la mélasse

### VI.1 Objectif :

Pour atteindre l'objectif de notre sujet, on fait sur la mélasse à l'entrée et à la sortie du clarificateur et au débouillage qui est le résidu de la clarification des analyses afin de quantifier les pertes entraînées par les boues, au niveau des sucres, et proposer à la fin une méthode de réduction de ces pertes.

## VI.2 Détermination des taux de saccharose :

**Saccharose** : C'est un diholoside qui à la formule chimique  $C_{12}H_{22}O_{11}$ , c'est le sucre de table extrait de la betterave sucrière et de la canne à sucre. L'emploi de saccharose comme substrat de fermentation est déjà ancien.



### ➤ Mode

### opérateur :

Dans une fiole de 200 ml on pèse environ 20 g de mélasse et on ajoute quelques ml d'acétate de plomb basique en agitant, puis on complète à 200 ml avec l'eau distillée, et on filtre notre solution à l'aide d'un papier filtre et on récupère le filtrat.

### ➤ Calcul du taux du saccharose :

A l'aide d'un Polarimètre on mesure la polarisation c'est-à-dire l'angle de rotation  $\alpha_1$ .

Le taux du saccharose est calculé par l'équation suivante :

$$\text{Taux du saccharose (\%)} = (\alpha_1 * 1,1 * 0,77 / PE) * 100$$

Avec :

$\alpha_1$  : l'angle de rotation

1,1 : facteur de dilution

0.77: constante de l'appareil

Pe : prise d'essai

## VI.3 Résultats et interprétations :

### ⇨ Résultats du dosage des sucres :

Les résultats obtenus par l'analyse physico-chimique de la mélasse avant et après la clarification et au débouillage, sont présentés comme suivant :

- taux du saccharose :

échantillon	Saccharose (%)		
	Entrée	Sortie	Débouillage
1	27.00	26	15,6
2	26,98	26	16,63
3	27	24,6	14,32
4	28,27	27,03	19,34
5	27,93	27,13	16,32
6	28,61	27,04	11,24
7	24,79	22,76	22,4
8	28,79	28,27	13,17
9	28,63	27,85	17,44
10	28,11	27,6	14,57

Tableau 23 : le taux de saccharose à l'entrée et à la sortie de clarificateur et au débouillage

	Entrée	Sortie	Débouillage
moyenne	27.61	26.42	16.10
Ecart-type	1.21	1.67	3.16

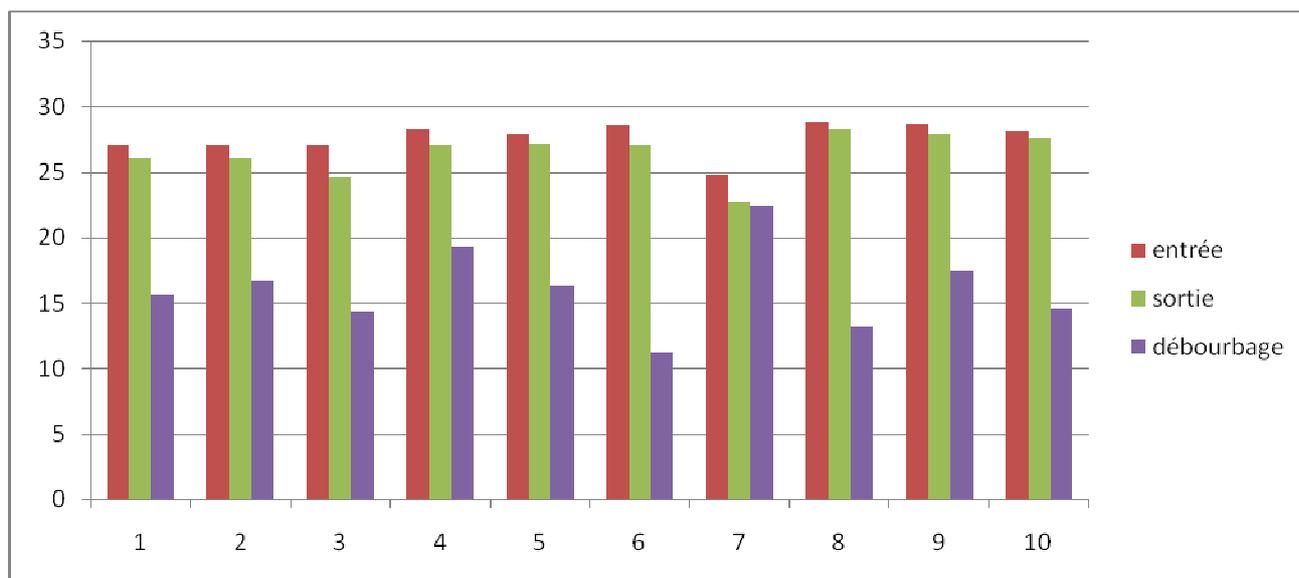


Figure 14 : Représentation graphique du taux de saccharose en fonction du temps à l'entrée et la sortie du clarificateur et au débouillage

### ⇒ Interprétations :

- D'après les résultats d'analyses de sucres obtenus, on remarque toujours l'existence d'un écart significatif entre la MD à l'entrée et la sortie du clarificateur, cette différence se traduit par des pertes en sucre au niveau du débouillage.
- La variation du taux de sucre au niveau de la MD à l'entrée du clarificateur est justifiée par le fait que :

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

## VI.4 Quantification des pertes en sucres dans les boues de débouillage :

### VI.4.1 Objectif :

Cette partie a pour objectif, la quantification des pertes en sucres dans les boues de débouillage.

D'abord la consommation mensuelle moyenne, de la société LESAFFRE, en mélasse est de l'environ de 3900 tonnes et le dosage des sucres effectué précédemment dans les boues de débouillage de la mélasse clarifiée est égal à 16.67%.

Donc à partir de ces données, on peut quantifier les pertes mensuelles en sucres présents dans la mélasse qui passe dans les boues de débouillage.

### VI.4.2 Résultats pour le clarificateur SPHX 157 :

- ⇒ Le clarificateur utilisé se débarrasse de 50 litres des boues après chaque débouillage toutes les 10 min, et le débit d'entraînement de la mélasse est égal à 10.5 m<sup>3</sup>/h, donc on déduit que 1.75 m<sup>3</sup> de mélasse est clarifiée.
- ⇒ le nombre de fois de débouillage (N) nécessaire pour clarifier les 3900 tonnes de mélasse (charge mensuelle) peut être donné par la formule suivante :

$$N = \frac{[\text{Consommation mensuelle(Kg)}]}{[\text{Masse de MDC après un seul débouillage(Kg)}]}$$

- ⇒ la densité de la mélasse égale à 1.194 → Un volume égal à 1.75 m<sup>3</sup> de mélasse est équivalent à une masse égale à 2095.45 kg de mélasse « 1.194x1.75x1000 = 2095.45 kg »
- ⇒ Donc N = 3900000 / 2095.45 = 1866 : c'est le nombre de fois de débouillage nécessaire pour clarifier les 3900 tonnes de mélasse mensuellement.
- ⇒ Le volume total de boues rejetées au cours d'un mois :

$$50 \text{ (L)} \times 1866 = 93300 \text{ (L)}$$

⇒ La masse totale de boues rejetées au cours d'un mois :

$$1.194 \times 93300 = 111400 \text{ kg}$$

⇒ La quantité de sucres présents dans les 111400 kg de boues rejetées égale à :

$$(111400 \times 16.10) / 100 = 18570 \text{ kg}$$

⇒ Donc 17935 Kg de Saccharose rejeté chaque mois.

**Commentaire :**

- on trouve 17935 kg de Saccharose perdu chaque mois, qui passe dans les boues après la clarification, est qu'est rejeté dans les égouts, ce qu'est énorme !

## Conclusion Technique

La recherche d'une évaluation fiable du rendement des trois clarificateurs de la mélasse, nous a permis d'adopter une approche méthodologique concernant la méthode de mesure du rendement. Ce qui nous a conduit à l'étude de la fidélité de la méthode et vu que son seuil de répétabilité est faible, il en est sorti que notre méthode est maîtrisable vis-à-vis des influences aléatoires.

L'étude comparative a montrée que les trois clarificateurs ne diffèrent pas significativement par leur rendement moyen avec un risque d'erreur de 5%. Ainsi que les testes statistiques ont confirmés que le rendement moyen des trois clarificateurs est supérieur à 50 %, [64.7% ; 58.50% ; 57.11%], résultats pas très satisfaisante pour l'entreprise qui cause une productivité et rentabilité moyenne engendrée par les inhibiteurs encore présents dans la mélasse clarifiée et la non maîtrise des paramètres de fonctionnement de la clarification. Aussi les quantités importante en saccharose ; entraînées par le débouillage et rejetées par la suite dans les égouts.

Afin d'apporter un palliatif à cette défaillance plusieurs solutions ont été envisagées :

### A court termes :

- Selon les moyens de la société, la possibilité d'achat d'un clarificateur à assiette avec un bol plus volumineux afin d'éviter le colmatage et l'accumulation des boues limitant la fin de la clarification ; cas du clarificateur **SB80** et **SB60**.
- L'évaluation des pertes en sucres à montrée que le surnageant de ces boues rejetées dans les égouts lors du débouillage, contiendraient 16,10 % de Saccharose, donc la construction d'un bassin de décantation des boues rejetées, ce qui n'est rien vis-à-vis de l'intérêt que ce sucre revêt à la fermentation des levures. Ce bassin permettra de décanter sans apport d'énergie extérieure car sous l'effet de la pesanteur ou au plus ajouter quelques agents de floculation et de précipitation pour accélérer la décantation. Mais l'inquiétude qui subsiste est l'impact de ces agents sur la croissance des levures.
- La réalisation d'une opération de rinçage du clarificateur avant chaque débouillage par l'intermédiaire de l'eau chaude adoucie. Cette opération a pour but de récupérer par solubilisation un maximum de sucres restant dans les boues destinées au rejet.

### Moyen et Long terme :

Une optimisation par un plan d'expérience est nécessaire afin de maîtriser la clarification et déterminer les réglages donnant un rendement optimal.

Ainsi les paramètres déterminant du rendement, sont subdivisés en deux types :

- Paramètres physicochimique de la mélasse :
  - Densité de la mélasse ;
  - Taille des particules ;
  - Viscosité ;
  - Et température ;
  
- Paramètres de la machine :
  - Force centrifuge (vitesse de rotation, durée de centrifugation...)
  - Surface de la clarification (nombre et surface des assiettes, diamètre du bol,...)
  - Débit d'alimentation.

## Conclusion Générale

Le marché sur lequel est positionnée LESAFFRE-Maroc est en pleine augmentation. La dynamique de la population est en perpétuel changement.

Pour satisfaire toute cette clientèle nombreuse et exigeante, la compagnie se doit de mettre en œuvre de nouvelles stratégies allant dans le sens des attentes de la clientèle en termes de qualité et de quantité ; quantité pour éviter les ruptures commerciales et rentabiliser son investissement et qualitativement la force fermentaire et la sécurité du produit.

Dans ce sens, une bonne maîtrise de la clarification s'avère être déterminante dans la limitation des pertes et dans l'image de marque de l'entreprise.

Cette vision de la limitation des pertes dues aux toxiques dans la mélasse a déterminé les objectifs de notre sujet de stage.

Au terme de ce stage, et d'après les différentes analyses effectuées sur les données collectées nous pouvons affirmer que le rendement moyen des trois clarificateurs est aux environs de 60%, avec des pertes en saccharose de 16.10 %. Globalement les résultats obtenus ne sont pas assez satisfaisants pour la société.

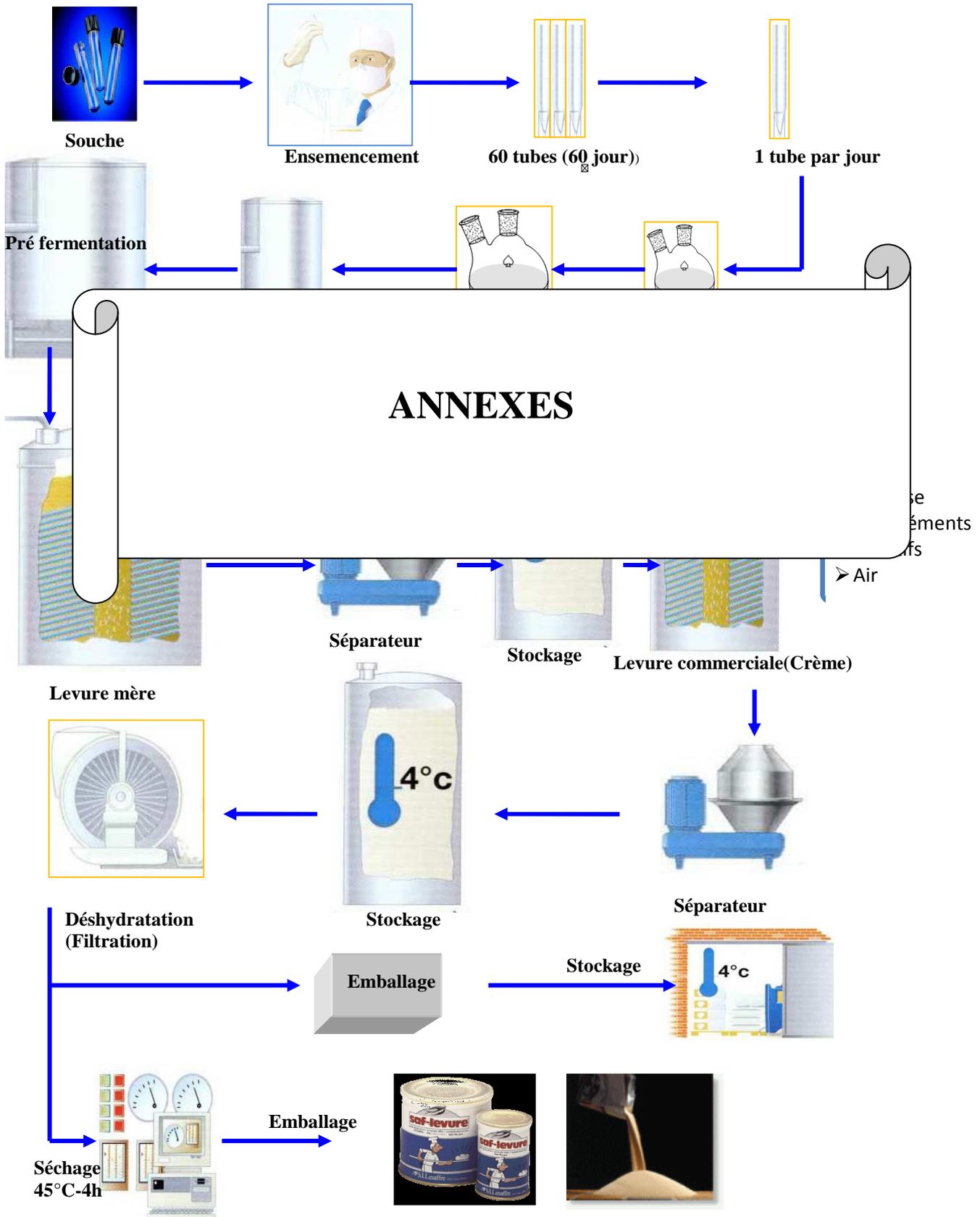
Une analyse plus détaillée de ces résultats du rendement, nous a permis de déterminer ses différentes origines : la matière première elle-même « Mélasse », le manque de réglage adéquat des paramètres influençant la clarification et le volume du bol du clarificateur.

Ces solutions que nous avons proposées ne pourront être efficaces sans la ferme volonté et l'engagement sans faille de la direction .Elle sera la garante de la mise en place effective de ces mesures, de leur suivi et elle jugera de leur efficacité. L'engagement total de la direction sera la garantie de l'allocation des différents moyens nécessaires à l'efficacité des actions recommandées dans ce présent rapport.

Ces travaux méritent d'être poursuivis afin de vérifier l'efficacité de toutes les mesures proposées

A la lumière des analyses faites, le bilan de ce stage s'avère extrêmement positif, car il nous a permis de perfectionner et de confronter nos connaissances théoriques, la relation humaine. Ce stage nous a permis d'améliorer nos connaissances en matière de l'évaluation statistique de procédés.

Toutes ces connaissances viennent s'ajouter aux connaissances acquises durant notre formation.



**Annexe 1 : Schéma du procédé de fermentation de la levure**

