



***Filière Ingénieurs
Industries Agricoles et Alimentaires***

**MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'obtention du Diplôme d'ingénieur d'état**

**Optimisation de la conduite d'épuration
raffinerie et amélioration du rendement
de décoloration de la refonte raffinée**

Présenté par :

✧ **CHARIF Redouane**

Encadré par :

✧ **Mr. Khalid DERRAZ (FSTF)**

✧ **Mr. Abdeslem AGGADI (SURAC)**

Soutenu le 24 juin 2014 devant le jury composé de :

✧ **Mr. A. TAHRI JOUTI**

✧ **Mr. H. SOUHA**

✧ **Mr. K. DERRAZ**

Stage PFE ingénieur effectué à SURAC Maroc

Année Universitaire 2013 / 2014

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens en premier lieu, à exprimer ma profonde gratitude ainsi que toute ma reconnaissance à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Je remercie **Mr. H. MOUNIR**, le directeur général de la SURAC ainsi que **Mr. A. LAKHAL**, le directeur de l'usine de m'avoir accepté en stage au sein de la SURAC.

Je souhaite exprimer mes remerciements les plus sincères à **Mr. A. AGGADI**, responsable d'exploitation de SURAC KSIBIA, pour l'encadrement, l'aide, l'assistance, le temps précieux et les conseils qu'il m'a prodigué tout au long de ce travail avec une très grande sympathie et générosité.

Je remercie **Mr. K. DERRAZ**, d'avoir accepté de m'encadrer ainsi que pour son soutien, sa disponibilité et surtout son encouragement.

Je remercie **Mr. A. TAHRI JOUTI** et **Mr. H. SOUHA**, pour m'avoir honoré par leur présence et pour avoir accepté de juger ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à **Mr. MOUHID** et **Mlle. H. EDOUBLALI**, pour le partage de leurs connaissances et leur aide à la réalisation de ce travail.

Mes sincères et vifs remerciements à tous les **opérateurs** de la station d'épuration, au **personnel** du laboratoire de contrôle et à tout le **personnel** de SURAC KSIBIA, qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce projet.

Sommaire

Sommaire	2
Liste des figures	5
Liste des Tableaux	6
Liste des annexes.....	7
Introduction :.....	9
CHAPITRE I : GENERALITES.....	11
I. La filière sucrière au Maroc	11
1) L'évolution de la production sucrière	11
2) Objectifs de l'industrie sucrière.....	12
3) Présentation du groupe COSUMAR	13
4) Présentation de SURAC-Ksibia.....	14
a) Historique du SURAC-Ksibia	14
b) La situation géographique.....	15
c) Statut juridique et économique :	15
II. Présentation de la matière première	17
III. Les propriétés du saccharose	17
1) Propriétés physique du saccharose.....	18
a) La solubilité	18
b) Le point de fusion :.....	18
c) Pouvoir rotatoire :	18
2) Propriétés chimiques du saccharose.....	19
a) Décomposition du saccharose	19
i. Hydrolyse acide.....	19
ii. L'hydrolyse enzymatique	19
iii. Décomposition acide	19
iv. Décomposition alcaline	20
b) Fermentation :.....	21
c) Réaction de brunissement non enzymatique	21
i. La caramélisation :	21
ii. Réaction de Maillard :	21
IV. Les Colorants du sucre	23
1) Les colorants de la matière première.....	23
2) Les colorants formés lors du processus de fabrication	23

CHAPITRE II : Présentation de l'Épuration raffinerie	25
1) Chaulage	27
2) Carbonatation.....	27
a) Conduite de la carbonatation.....	27
b) Effet de la présence d'électrolytes.....	29
c) Réactions chimiques de la carbonatation	29
3) Réchauffage	30
4) Filtration.....	30
CHAPITRE III : Paramètres influençant d'épuration raffinerie	32
I. Quelques paramètres influençant la carbonatation :.....	32
1) Chaulage :	32
2) Richesse du gaz CO₂ :.....	32
3) Température :	32
4) Le brix :	33
5) Coloration de la refonte brute :.....	33
6) pH de refonte :.....	33
II. Les analyses effectuées au laboratoire :.....	34
1) Détermination du Brix.....	34
2) Alcalinité.....	34
3) La coloration :.....	34
4) Teneur en saccharose (polarisation)	35
5) Détermination de la pureté :	35
6) Détermination des cendres :	35
CHAPITRE IV : Le projet	36
1) Sélection des facteurs qui influencent le taux de décoloration calco-carbonique	37
2) Suivis des facteurs et réponses	37
3) Plan d'expérience : étude des facteurs sélectionnés	39
4) Etude de certains procédés de décoloration	47
i. Essai de décoloration au noir végétal.....	47
ii. Intervention au niveau de la répartition du gaz	50
Conclusion et recommandations.....	54
Références bibliographiques	55
Les annexes	56

Liste des figures

Figure 1 : évolution de produit et de parts de marché.....	11
Figure 2 : l'évolution de la production sucrière.....	12
Figure 3 : les sucreries marocaines.....	14
Figure 4 : diagramme de fabrication sucrière.....	16
Figure 5 : Courbe de solubilité du saccharose.....	18
Figure 6 : Schéma d'inversion du saccharose.....	19
Figure 7 : décomposition du saccharose en présence d'acides.....	20
Figure 8 : Décomposition des hexoses en acide lactique.....	20
Figure 9 : les différentes étapes de la réaction de Maillard.....	22
Figure 10 : diagramme du procédé de l'épuration raffinerie.....	26
Figure 11 : chaudière de carbonatation.....	28
Figure 12 : diagramme de procédé de carbonatation.....	31
Figure 13 : diagramme d'Ishikawa.....	37
Figure 14 : Etude des résidus de la réponse : Y1 : taux de décoloration Résidus.....	42
Figure 15 : Etude des résidus de la réponse : Y2 : Alcalinité sortie Résidus.....	43
Figure 16 : Etude graphique en 2D Variation de la désirabilité dans le plan : T°, Al	45
Figure 17 : photo de confirmation du passage de noir végétale.....	49
Figure18 : coupe transversale d'une chaudière de carbonatation type Putsch.....	51
Figure 19 : coupe longitudinale d'une chaudière de carbonatation type Putsch.....	51
Figure 20 : modification de l'aspect architectural de la chaudière de carbonatation de la SURAC KSIBIA pour une optimisation de l'utilisation et l'amélioration de performance....	52

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Composition de la canne à sucre.....	17
Tableau 2 : Tableau de suivis de facteurs et réponses.....	38
Tableau 3 : Plan de Doehlert pour établir un modèle du second degré avec trois facteurs....	39
Tableau 4 : Domaine Expérimental.....	40
Tableau 5 : Réponse(s) expérimentale(s).....	41
Tableau 6 : Plan d'expérimentation.....	41
Tableau 7 : Matrice d'expériences.....	41
Tableau 8 : Plan d'expérimentation.....	42
Tableaux 9 : Analyse de la variance : réponse Y1 : taux de décoloration.....	42
Tableau 10 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y1: taux de décoloration.	42
Tableaux 11 : Analyse de la variance : réponse Y2 : Alcalinité sortie.....	43
Tableaux 12 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y2: Alcalinité sortie.....	44
Tableaux 13 : résultats de décoloration de la Refonte carbonatée filtrée au noir végétale.....	48

Liste des annexes

Annexes 1, 4, 7, 10, 13, 16, 19, 22, 25, 28, 31, 34, 37: tableaux des paramètres de la refonte brute à des alcalinités, températures et temps de séjour différents56-67

Annexe 2 : tableau de suivi de l'alcalinité de la refonte brute au cours de la carbonatation pour la détermination de la durée nécessaire.....56-67

Annexes 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 24, 27, 30, 33, 36, 39: Tableaux des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée à des alcalinités, températures et des temps de séjour différents.....56-67

Annexes 5, 8, 11, 14, 17, 20, 23, 26, 29, 32, 35, 38: Tableaux du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de chaque carbonatations.....56-67

Abréviations

CTCS : Centre Technique de la Canne à Sucre

IAV Hassan II: Institut agronomique et vétérinaire Hassan II

SURAC Sucrierie raffinerie de cannes

ICUMSA : Commission International d'Uniformisation des Méthodes d'Analyse de Sucre

Introduction :

Le sucre (saccharose) est extrait de la canne à sucre ou de la betterave sucrière. Ces plantes possèdent la particularité d'avoir comme glucide de réserve le saccharose, résultant de la synthèse chlorophyllienne.

La culture de la canne nécessite de forts taux d'ensoleillement et de chaleur, son rendement peut atteindre 70 t/ha. La richesse en sucre de canne varie selon les pays de 11% à 16%. En effet la qualité technologique de la canne ne dépend pas uniquement de sa teneur en sucre polarisable, qui peut être surestimée par la présence d'autres substances qui polarisent dans le même sens que le saccharose dans les cas de cannes séjournées ou dégradées, mais également des impuretés physiques qui accompagnent la canne (les feuilles, les bouts blanc, les racines et le sable), de sa teneur en fibre, ainsi que de sa composition chimique. La variabilité de ces caractères ont fait l'objet de plusieurs thèmes de recherche par le CTCS, l'ISERF, l'IAV Hassan II et la SURAC.

L'effet nuisible des impuretés se traduit par :

- Une augmentation des teneurs de non-sucre dont l'effet négatif se répercute sur les stations d'épuration et de cristallisation, consommation des réactifs, pertes du sucre.
- Réduction du rendement d'extraction par l'augmentation des fibres,
- Une augmentation de la coloration,
- Bouchages et usures du matériel.

La sucrerie est une industrie de séparation, qui permet d'isoler le sucre des autres constituants de la canne ou de la betterave. Cette séparation est rendue possible grâce à la succession d'opérations unitaires :

- * L'atelier de « Réception et de préparation » permet de préparer (hacher) la canne en fibre filiforme pour faciliter l'extraction du jus
- * Broyage de la canne dans une batterie de cinq moulins sous pression permet d'extraire le sucre contenu dans les cellules mais également une partie non négligeable des non sucres, le résidu de la canne (bagasse) est envoyé à la chaufferie pour la production d'énergie
- * L'étape « d'épuration sucrerie » permet d'enlever les matières végétales en suspension dans le jus et les non-sucre organique ou inorganiques (impuretés) dissous ou colloïdal, et de neutraliser le jus par chaulage fractionné avec double réchauffage.
- * Les étapes de concentration par « évaporation » et de « cristallisation sucrerie » qui donne lieu à un changement d'état physique et la formation d'une phase solide cristallisée. Les cristaux formés possèdent une structure géométrique bien définie et régulière.
- * L'étape de « l'épuration raffinerie » a pour but d'éliminer le maximum des impuretés et des colorants résiduels contenus dans les cristaux de sucre brut du 1^{er} jet de la cristallisation sucrerie.

- * L'étape de « Cristallisation raffinerie » permet la production du sucre blanc tel que nous le consommons.
- * Les étapes de « séchage » de « conditionnement » et de « stockage » parachèvent ce long chemin parcouru depuis la canne.

Le présent travail se propose d'apporter une contribution à l'amélioration de la qualité des sirops par le biais de l'optimisation de l'épuration raffinerie.

Ce travail est scindé en deux parties:

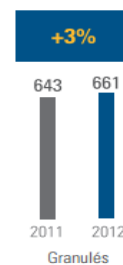
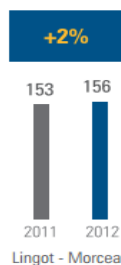
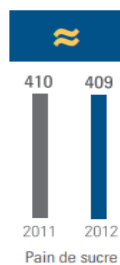
- Une partie bibliographique rappelant certaines notions et concepts pour la compréhension des phénomènes qui interviennent au cours du processus de la carbonatation
- Une partie expérimentale qui comporte l'étude des paramètres susceptibles d'influencer la carbonatation et la filtration, ainsi que La réalisation des expériences de carbonatation à l'échelle de laboratoire pour optimiser la conduite d'épuration raffinerie :
 - Suivi continu des différents paramètres et recherche des sources de problème
 - Essais d'autres procédés afin d'améliorer le rendement de décoloration de refonte raffinée

CHAPITRE I : GENERALITES

I. La filière sucrière au Maroc

A partir de la production locale en canne et betterave à sucre, le Maroc produit 466.000 tonnes de sucre raffiné [B] En 2009, cette quantité n'a couvert que 45% des besoins en sucre du pays. Pour satisfaire ses besoins le Maroc comble le reste en important du sucre brut de canne. A ce titre le Maroc est donc le 4^{ème} plus gros importateur de sucre d'Afrique avec un volume se situant entre 650.000 et 700.000 tonnes de sucre brut annuel. [C]

Évolution par segment de produit & de parts de marché (en milliers de T)

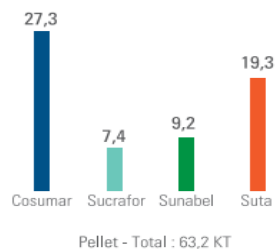
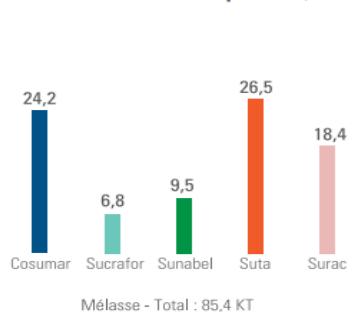


Activité agricole

Sucre blanc extrait / tonnages traités



Évolution Production co-produits (en KT)



Mélasse - Total : 85,4 KT

Pellet - Total : 63,2 KT

Figure 1 : évolution de produit et de parts de marché (en milliers de T) [2]

1) L'évolution de la production sucrière

La filière sucrière a été mise en place au début des années 1960. Elle a longtemps été considérée comme le symbole d'une réussite de substitution à l'importation poursuivie par l'état marocain depuis l'indépendance. A l'entrée des années 1990, avec une production de sucre blanc de l'ordre de 450 000 tonnes/an, elle permet effectivement une couverture des besoins nationaux de 65%. Mais ces dernières années, le taux d'autosuffisance connaît un tassement régulier: la consommation en sucre atteint environ un 1.2 millions de tonnes par an, 46% de ces quantités sont couvertes par la production des sucreries nationales et 54% proviennent des importations de sucre brut raffiné à Casablanca. Ce fléchissement résulterait de la baisse relative de l'offre (baisse des rendements et abandon de la culture par certains producteurs en lien avec l'affaiblissement de l'intérêt économique) et surtout de l'augmentation de la demande (croissance démographique). La consommation

de sucre est en effet importante, avec un chiffre annoncé supérieur à 35 kg par an et par habitant elle dépasserait sans doute le niveau de la consommation française qui est de l'ordre de 25kg par an et par habitant (Consommation directe). [1]



Figure 2 : l'évolution de la production sucrière [2]

2) Objectifs de l'industrie sucrière

- Extraire de la betterave et de la canne à sucre le maximum de sucre,
- Rendement le plus élevé de la raffinerie,
- Répondre aux impératifs du 21^{ème} siècle :
 - Consommation d'énergie minimale
 - Préservation d'environnement
 - Des conditions de travail optimales

C'est dans ces objectifs que le groupe de la COSUMAR a entrepris un programme de mise à niveau des usines, augmentation des capacités et passage des sucreries en production du sucre blanc.

Le nouveau Contrat programme 2013 – 2020

Un nouveau contrat-programme portant sur la période 2013-2020 est envisagé afin de contribuer à la sécurité alimentaire du pays, et de jouer un rôle stratégique dans l'économie et le développement socio-économique de l'amont agricole.

Ce contrat vise la réalisation d'un taux de couverture à hauteur de 62% à l'horizon 2020 à travers l'amélioration des superficies emblavées en cultures sucrières, avec 77 500 ha pour la

betterave et 28 200 ha pour la canne à sucre, l'amélioration des indicateurs de performance notamment le sucre à l'hectare qui atteindra 12 T/ha en 2020. COSUMAR prévoit d'investir 5 milliards de DHs dans ce projet. [2]

3) Présentation du groupe COSUMAR

COSUMAR a été Créé en 1929 par la société Saint-Louis de Marseille sous le nom de (compagnie sucrière de Marseille), la compagnie marque ses sacs par l'image de la panthère.

Aujourd'hui COSUMAR est un groupe Marocain, filiale de la Société nationale d'investissement, assure la production, le conditionnement et la commercialisation du sucre sous quatre formes : le Pain de sucre, le Lingot et le Morceau, le sucre en granulés. La production s'effectue selon deux procédés :

- La transformation de la plante sucrière plantée localement, canne à sucre et betterave à sucre, en sucre blanc
- Le raffinage de sucre brut acheté depuis le marché mondial en sucre blanc.

Il est devenu l'unique opérateur sucrier marocain après l'acquisition de SUTA, SUCRAFOR, SUNABEL et SURAC en 2005. Il est constitué de Cinq sucreries :

❖ COSUMAR SA

Raffinerie de Casablanca, produit le pain de sucre, le lingot et le morceau et le granulé sous la marque « Panthère/Enmer ». La production par cette raffinerie représente plus de 50% de la production totale du sucre.

Les Sucrerie des Doukkalas (deux sites Sidi Bennour et Zemamra): procèdent à la transformation de la betterave, avec une capacité de 15 000 tonnes de betterave par jour, et au conditionnement des produits finis, pellets et mélasse. La campagne betteravière démarre en Mai et s'étale en moyenne sur une période de 3 mois.

❖ SUNABEL

Premier acteur économique de la région du Gharb-Loukkos, SUNABEL est formé de deux unités de production Machraa Bel Ksiri qui existent depuis 1968 et Ksar EL Kebir, crée en 1978. Commercialisés sous les marques « EL BELLAR », SUNABEL produit du sucre granulé, du lingot et morceau, ainsi que les coproduits pellets et mélasse.

La campagne betteravière démarre en Mai et se termine en moyenne en juillet.

❖ SUTA

SUTA, situé à Ouled Ayad dans la région du Tadla, elle produit du pain de sucre, du sucre granulé et le lingot, conditionnés sous la marque « Palmier », et des coproduits; pellets, pulpe et mélasse. La campagne betteravière démarre en Mai et se termine en moyenne en juillet.

❖ SUCRAFOR

Située dans la province de Nador, SUCRAFOR est l'unique sucrerie créée en 1972 dans la région de l'Oriental.

Elle possède une capacité de transformation de 3 000 tonnes de betteraves par jour et produit du sucre blanc granulé conditionné en 2 kg et 50 kg sous la marque « La Gazelle », et des coproduits tels que les pellets et la mélasse

La campagne betteravière démarre en Mai et s'étale en moyenne sur une période de 3 mois.

❖ SURAC

SURAC est constitué de deux unités industrielles : Machraa Bel Ksiri, qui existe depuis 1975, Ksibia, crée en 1980. [E]



Figure 3 : les sucreries marocaines [2]

4) Présentation de SURAC-Ksibia

« SUCRERIE DE DAR- GUEDDARI »

a) Historique du SURAC-Ksibia

Avant janvier 1997, la SURAC a été constituée d'une seule unité, celle de « DAR - GUEDDARI » qui a été créée en 1980 sur une superficie de 10 hectares et avec un capital de 100.000.000 DH; pendant cette période deux autres sucreries existaient dans la région en l'occurrence la sucrerie nationale de canne de Sebou à Mchraa Belksiri SUNACAS qui a démarrée en 1975, et la sucrerie raffinerie de cannes de loukkous SUCRAL qui a démarré en 1984.

A partir de janvier 1997, il y a avait une fusion absorption par la SURAC du Gharb des deux autres sociétés à savoir : la Sucrerie Nationale de Canne du Sebou « SUNACAS » et la Sucrerie et Raffinerie de Canne du Loukkos « SUCRAL »; le groupe a eu un capital de 296.926.800 DH.

La sucrerie de DAR - ELGADDARI est la deuxième sucrière de cannes au Maroc, Elle possède une capacité de traitement journalière de 3500 tonnes/ jour et une capacité annuelle de 500.000 Tonnes de cannes.

b) La situation géographique

Le site de SURAC-Ksibia est situé à proximité du village de DAR- GADDARI sur l'axe Sidi Yahia du Gharb et Mchràa Belksiri à 25Km de la ville de Mchràa Belksiri, et à 50 km de la ville de Kenitra. La SURAC fait partie du groupe COSUMAR depuis 2005.

c) Statut juridique et économique :

Identité : SURAC-Ksibia SA

Domaine d'activité : l'industrie agro alimentaire, la production du sucre de canne.

Produits fabriqués :

- Sucre granulé en papier de 1 Kg
- Sucre granulé en papier de 2 Kg
- Sucre granulé en sac de 50 Kg
- Sucre en morceaux en paquet de 1 Kg
- Sucre en lingots en paquet de 1 Kg
- Des coproduits tels que la mélasse et la bagasse.

SURAC est une société anonyme dont le siège est sis à Casablanca avec un capital de 256.926.800,00 DH et fait un chiffre d'affaires annuel de l'ordre 720.000.000,00DH, Elle emploie plus de 111 permanents. Son effectif peut aller jusqu'à 160 ouvriers intérimaires en périodes de campagne (La campagne de canne débute en janvier et s'étale sur une période de six mois selon les conditions climatiques), Et pendant la période d'inter campagne le nombre d'intérimaires se réduit à 40-50 ouvriers

Elle commercialise sa production sous la marque « **AL KASBAH** »

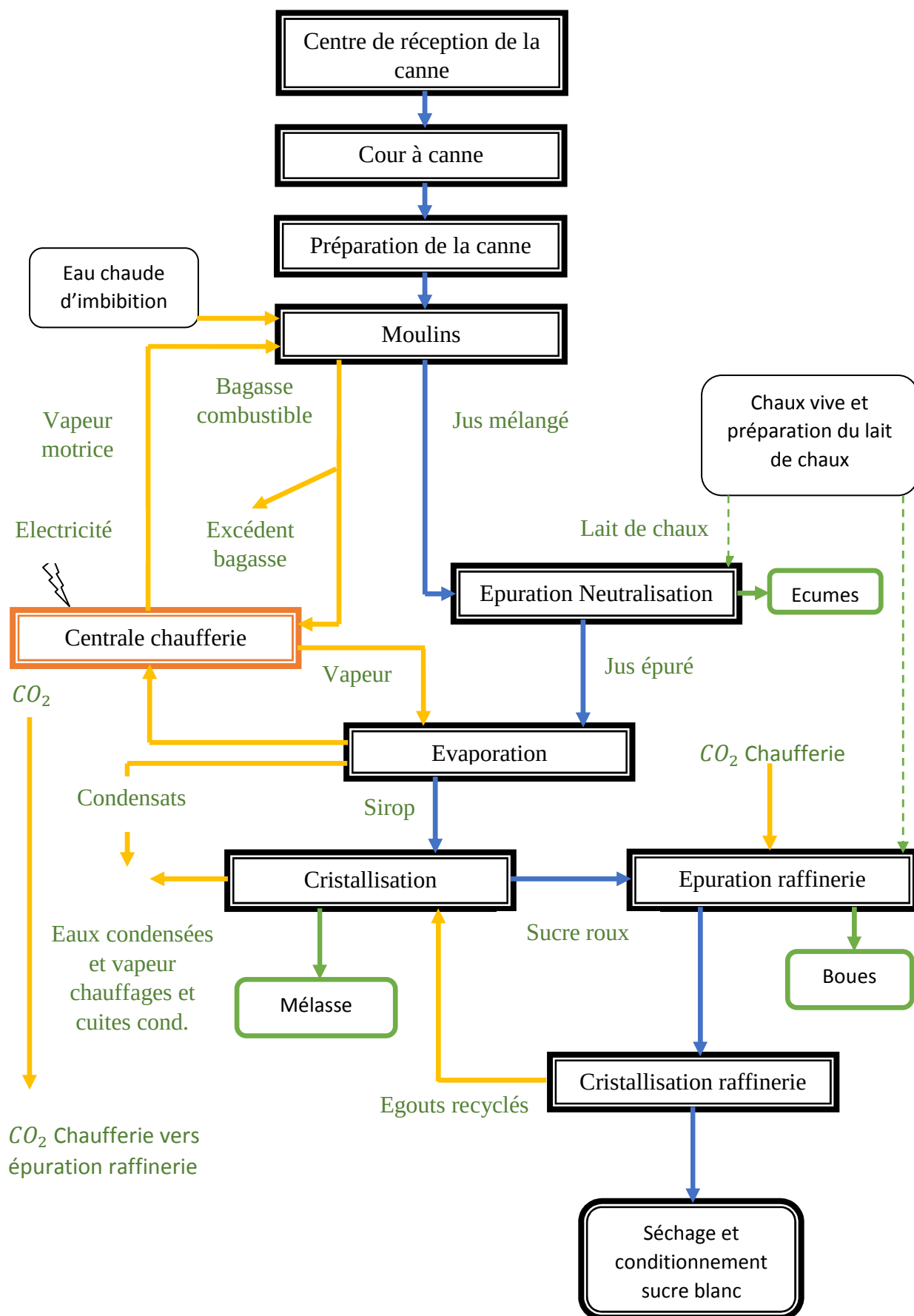


Figure 4 : diagramme de fabrication sucrière

II. Présentation de la matière première

Le terme canne à sucre désigne un ensemble d'espèces de plantes de la famille des *Poaceae* et du genre *Saccharum*. Elles sont cultivées pour leurs tiges, dont on extrait du sucre. Ce sont les premières plantes cultivées au plan mondial avec près de 23% de la masse totale produite en agriculture dans le monde.

La canne à sucre est une grande graminée tropicale herbacée à port de roseau, d'une hauteur allant de 2 à 5 mètres.

La composition en % canne, est donnée en moyenne, pour des cannes saines, loyales et marchandes :

- Matière sèche insoluble et soluble (MS) : 29 à 30 %
 - La partie des MS insoluble est composée de la cellulose, appelée fibre, la fibre après broyage et extraction du jet est transformée en bagasse (fibre + eau + sucre + impuretés).
La fibre est formée de 40% de cellulose, 33% d'humicellulose, 22% de la lignine et auxquelles s'ajoutent d'autres composées 5%
 - La partie des MS dissoutes en solution dans l'eau est composée de sucre saccharose, sels minéraux, les composées organique azotées et non azotées, le sucre inverti glucose et fructose.
 - Les sucres réducteurs sont en proportions plus élevées dans la canne que dans la betterave. Le glucose joue un rôle important dans la récupération du sucre, il remplace le saccharose dans le complexe sucre-sel-eau au niveau de la mélasse, ce qui nécessite une épuration à un pH moins élevé, plus proche de la neutralité, pour éviter les risques de dégradation des sucres réducteurs.
- Eau : 70 à 71 %

Tableau 1 : Composition de la canne à sucre

composés	Sucre totaux	Saccharose	Fructose	Glucose	a. aconitique	a. citrique	
Concentration g/l	210.5	205.95	0.7	3.5	0.12	0.12	
composés	Cendres	N	Phosphore	K	Ca	Mg	Mn
Concentration g/l	2.5	0.15	0.07	1.31	0.31	0.27	0.02

Le jus de canne (ou vesou) riche en saccharose est énergétique, stimulant et très nutritif (Un verre de Jus (100 ml) vous apporte des vitamines B1, B2, B3 et C, du calcium, du phosphore, du fer et Une bonne dose d'énergie !!).

III. Les propriétés du saccharose

Le saccharose est produit par photosynthèse par un certain nombre de plantes saccharifères : canne à sucre et betteraves sucrières sont utilisées industriellement, et c'est ainsi qu'il est devenu dans le langage courant synonyme de sucre.

1) Propriétés physique du saccharose

a) La solubilité

L'une des propriétés fondamentales du saccharose est sa grande solubilité dans l'eau. Celle-ci est due à la structure spécifique de la molécule du saccharose qui favorise la formation de liaison hydrogène avec les molécules d'eau.

La solubilité croît significativement avec la température, mais elle est également fonction de la quantité et de la nature des autres molécules présentes en solution (impuretés et non-sucre). [3. Page 11]

Le sucre est très soluble dans l'eau : à température ambiante, on peut dissoudre jusqu'à 200g de sucre dans 100g d'eau, on obtient ainsi une concentration de 66%. Et plus la température augmente, plus la quantité dissoute augmente.

On peut dépasser la limite de solubilité soit en refroidissant la solution (malaxage), soit en enlevant de l'eau par évaporation (cuites), soit en combinant l'évaporation et le refroidissement (malaxage sous vide). En sursaturation, le sucre est potentiellement cristallisable.

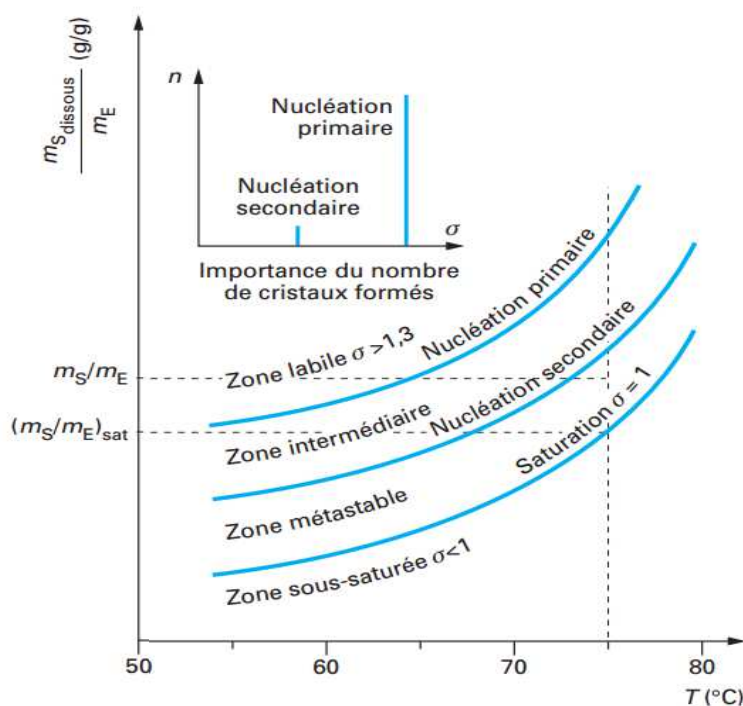


Figure 5 : Courbe de solubilité du saccharose

b) Le point de fusion :

La valeur du point de fusion généralement admise est de 186°C, le point de fusion est un moyen de s'assurer de la nature d'une substance, la nature d'impureté résiduelle ou de faible quantité de saccharose non cristallin peut modifier le résultat. [3. Page 6]

c) Pouvoir rotatoire :

Le saccharose en solution est une molécule optiquement active (chirale), en effet, elle a pour propriété de dévier le plan de la lumière polarisée vers la droite. C'est une substance

dextrogyre, Cette déviation est fonction de la nature et la proportion des éléments en solution. [3. Page 13]

Le pouvoir rotatoire dextrogyre du saccharose est : $\alpha_{20^\circ/D} = +66^\circ$

2) Propriétés chimiques du saccharose

a) Décomposition du saccharose

i. Hydrolyse acide

L'hydrolyse du saccharose en présence d'un acide, appelée « inversion » provoque la transformation du saccharose en un mélange équimolaire de glucose et fructose. La solution obtenue prend le nom de sucre inverti en raison du changement de signe du pouvoir rotatoire, qui passe du positif (Dextrogyre) vers négatif (Lévogyre). Cette inversion n'est pas réversible.

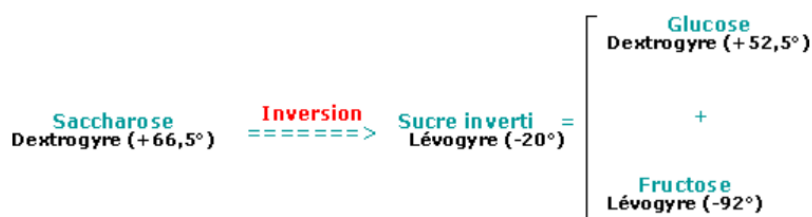


Figure 6 : Schéma d'inversion du saccharose

Les composés d'inversion du sucre (glucose et fructose) peuvent se dégrader en donnant des colorants appelés : produits de dégradation alcaline des hexoses. (PDAH) [3. Page 15]

La réaction d'inversion est fonction de :

- Température
- pH (l'inversion est moins importante lorsque le pH est compris entre 7,5 et 8,5)
- Temps de séjour

ii. L'hydrolyse enzymatique

Le saccharose peut s'hydrolyser facilement sous l'action d'une enzyme (invertase) à pH 4,5. Cette enzyme hydrolyse spécifiquement les liaisons β -D Fructofuranosique :



iii. Décomposition acide

En milieu acide de $\text{pH} \leq 6$, la molécule de saccharose se décompose par hydrolyse en D-glucose et D-fructose. La décomposition des hexoses se poursuit par la perte de molécules d'eau et la formation d'hydroxyméthyl-furfural :

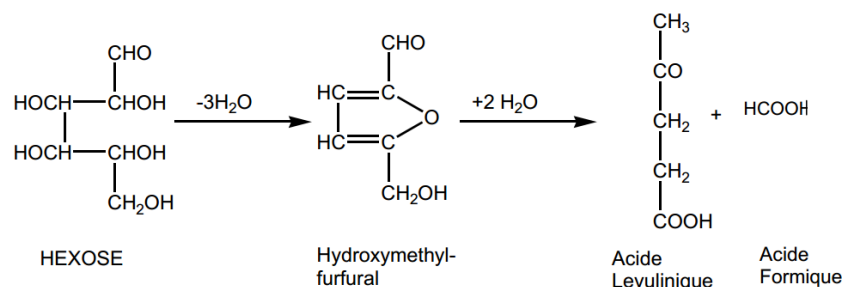


Figure 7 : décomposition du saccharose en présence d'acides [3. Page 16]

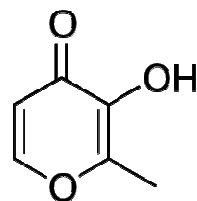
iv. Décomposition alcaline

La décomposition du saccharose en milieu alcalin débute par une étape de rupture de la liaison glycosidique et formation de D-glucose et D-fructose.

A haute température (environ 100°C) et toujours en milieu alcalin, les monosaccharides se transforment en glycéraldéhyde puis acide lactique selon le mécanisme décrit dans la figure

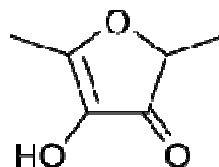
Alcalinité et coloration :

L'alcalinité du saccharose s'accompagne d'un changement de couleur allant du jaune au brun. Cette coloration peut être attribuée à la présence de PDAH (produits de dégradation alcaline des hexoses). Dans les jus sucrés industriels, les deux composés présents, issus de la caramélisation sont :



Maltol

(3-hydroxy-2-methyl-4H-pyran-4-one)



Furaneol

4-Hydroxy-2,5-dimethyl-3(2H)-furanone

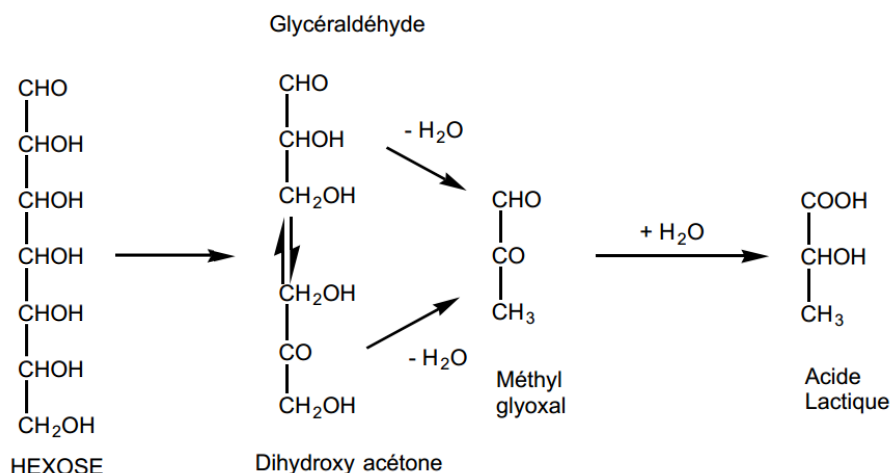
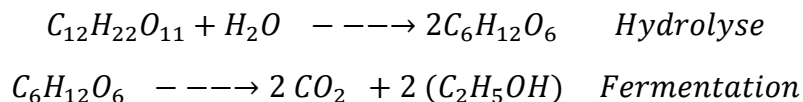


Figure 8 : Décomposition des hexoses en acide lactique [3. Page 17]

b) Fermentation :

Le saccharose est fermentescible, il sert de substrat aux micro-organismes qui vont produire une grande variété de produits organiques dont l'alcool éthylique. [3. Page 18]

La fermentation s'effectue selon la réaction suivante :



c) Réaction de brunissement non enzymatique

i. La caramélisation :

C'est un phénomène courant en sucrerie, il se produit lorsque le saccharose est chauffé au delà de son point de fusion en présence d'un catalyseur acide.

La réaction de caramélisation de saccharose fait intervenir une dissociation du disaccharide en glucose et fructose suivie d'une recombinaison variant en fonction du traitement thermique ou de l'acidité.

Les caramels sont nuisibles par leur coloration en plus du sucre perdu.

ii. Réaction de Maillard :

La réaction de Maillard est la réaction d'un sucre réducteur avec un groupement α -aminé. Ses étapes sont complexes et aboutissent à la formation de **composés carbonylés** très réactifs (furfurals, réductones ...), ainsi que des **mélanoïdines** (des pigments polymères bruns ou noir insolubles, de poids moléculaire élevé). [3. Pages 18,19 et 20]

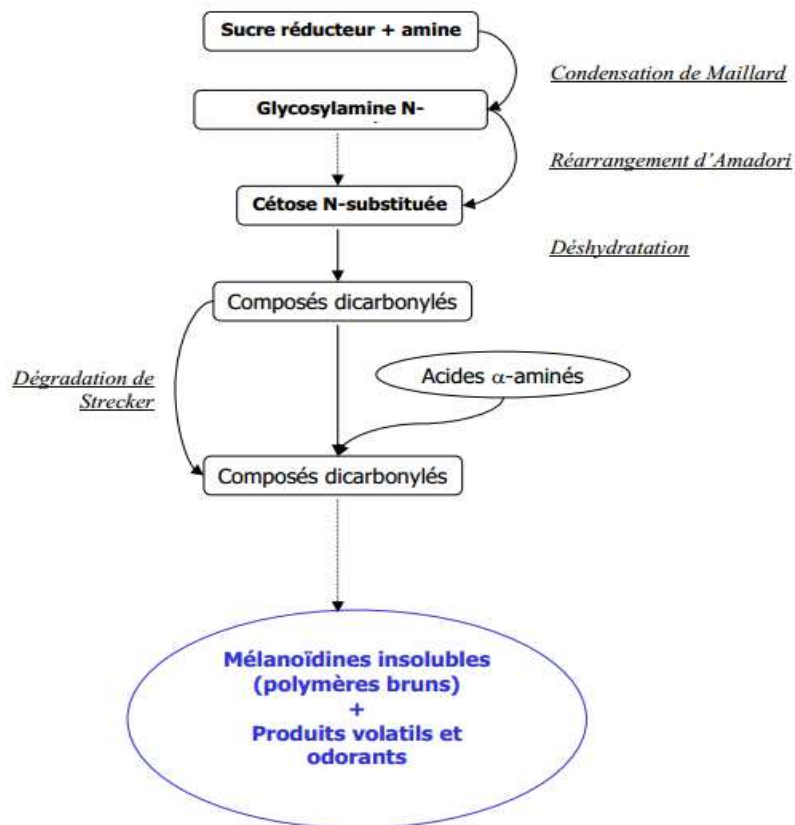


Figure 9 : les différentes étapes de la réaction de Maillard

La cinétique de la réaction de Maillard dépend de plusieurs facteurs : la nature des sucres réducteurs, des acides aminés, le pH, la température et la teneur en eau.

IV. Les Colorants du sucre

La coloration est due à des produits qui peuvent provenir de la matière première (canne à sucre), ou se former au cours du processus de raffinage.

Ces colorants sont des composés organiques, se présentant sous forme de macromolécule polymérisée de haut poids moléculaire. Des analyses ont montré que le poids moléculaire des colorants varie entre 8000 et 13.000 g/mol, et que les différents groupes de colorant présent dans le sirop ont des caractéristiques spectrales très voisines.

Par ailleurs, les matières colorantes exercent des effets néfastes sur le processus de fabrication du sucre. En effet, au cours de l'épuration la formation de matières colorantes à poids moléculaire élevé affecte négativement la décantation et la filtration de refonte. Au niveau de l'évaporation, la caramélisation entraîne en plus des pertes en sucre, des dépôts qui perturbent le transfert de chaleur et engendrent une consommation excessive d'énergie.

De même la cinétique de cristallisation se trouve entravée par la présence de matières colorantes.

En technologie sucrière, la coloration pourrait avoir deux origines possibles : soit apportée par la matière première, soit formée au cours du processus de fabrication du sucre.

1) Les colorants de la matière première

Ce sont les pigments présents dans la canne : la chlorophylle, la xanthophylle, le carotène et les anthocyanes. Parmi ces pigments seuls les anthocyanes ont un effet néfaste et participent à la coloration des refontes brutes. [5,6]

2) Les colorants formés lors du processus de fabrication

* Les mélanines

Sous l'action d'une enzyme dite polyphénoloxydase, l'oxydation des composés phénolique aboutit à la formation de produits colorés appelés mélanines. Les substrats sensibles à l'action enzymatique sont la tyrosine et la dihydroxyphénol-alanine. [7,6]

* Les composés Fer-polyphénols

Les polyphénols réagissent avec le fer (Fe^{3+}) pour donner un complexe responsable de la coloration verdâtre du jus, signalons que ces colorants sont éliminés au cours de l'épuration [7, 8,6]

* Les produits de la dégradation alcaline des hexoses (PDAH)

Ces colorants résultent de la dégradation des hexoses en milieu alcalin et par action de la température. Cette dégradation conduit aussi à la formation d'acides (acide lactique, acétique, formique, etc. ...) [9,6]

* Les caramels

Un chauffage du saccharose à température élevée aboutit au développement d'une coloration jaune brunâtre. La structure ainsi que le mécanisme de formation de ces colorants est mal connus, mais on pense que ces produits sont obtenus par des réactions de déshydratation et de

condensation du sucre à température élevée avec un dégagement de produits volatiles tels que : CO₂, acide formique, acétone, ...

* **Les mélanoïdines**

Ces substances correspondent aux produits de la réaction de Maillard. Elles résultent de l'interaction entre amino-acide et un sucre réducteur.

CHAPITRE II :

Présentation de l'Épuration raffinerie

L'épuration raffinerie est une étape intermédiaire entre la cristallisation sucrerie et la cristallisation raffinerie. Il a pour but d'éliminer le maximum des impuretés et des colorants incrustés dans le cristal du sucre brut issu de la cristallisation sucrerie.

Le sucre roux produit à l'usine de SURAC MACHRAA-.BELAKSIRI et/ou importé sont refondus puis envoyés au bac de refonte où ils vont être mélangés à la refonte du sucre A produit à SURAC KSIBIA ; à partir de ce bac le circuit de l'épuration raffinerie va débiter en adoptant le procédé suivant :

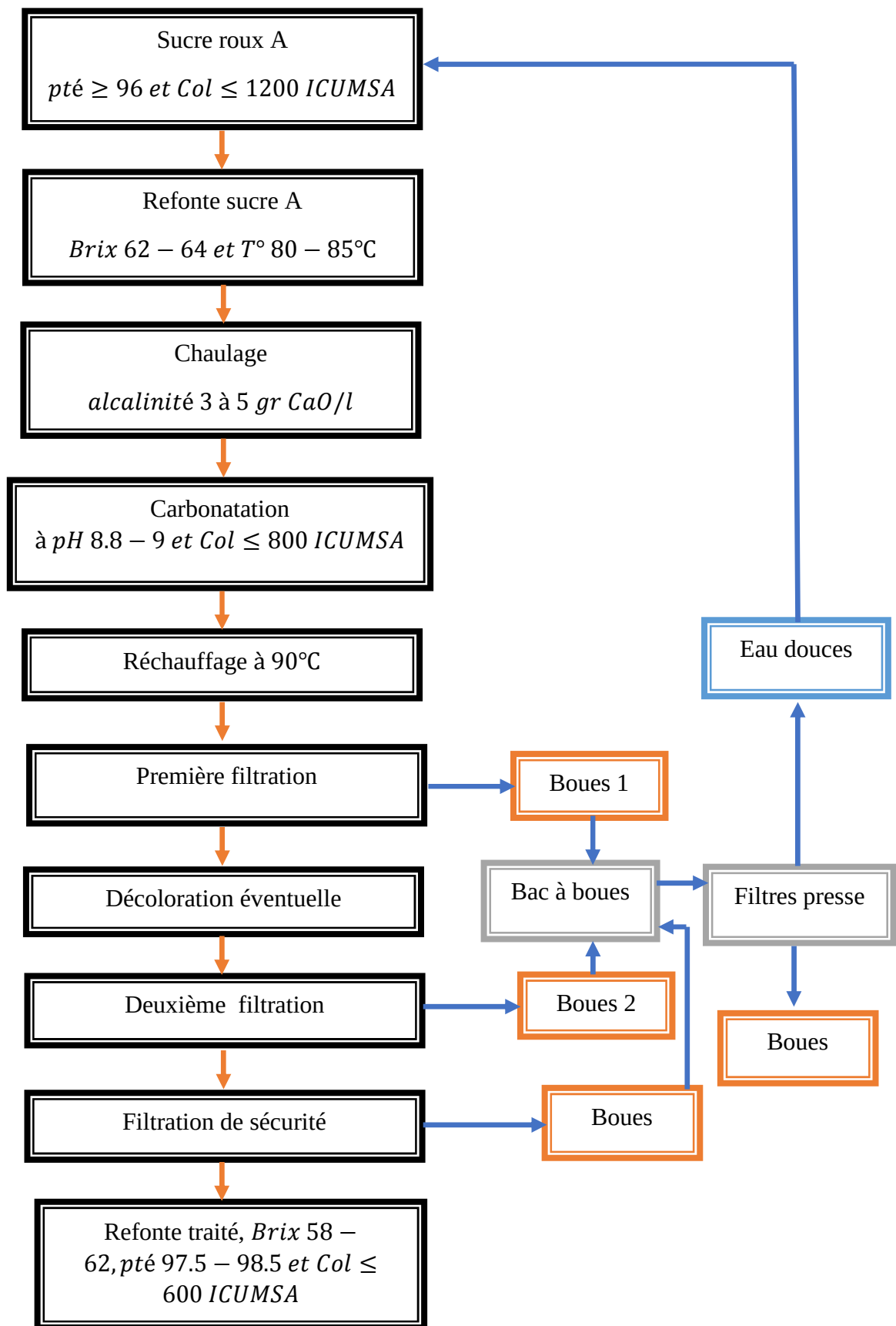


Figure 10 : diagramme du procédé de l'épuration raffinerie

1) Chaulage

Selon la qualité du sirop de refonte, un chaulage massif est réalisé portant l'alcalinité entre 3,5 et 5,5 gCaO/L. Le but de cette opération est de décolorer et épurer le sirop de refonte chaulé, par fixation de non sucre sur le carbonate de chaux précipité par action du gaz carbonique récupéré des fumées de la chaufferie. Ainsi que de former grâce au carbonate de calcium précipité, un adjuvant de filtration facilitant le passage du sirop sur les filtres. De réguler par neutralisation ménagée de la chaux le pH du sirop à 8.6 ± 0.2 (valeur mesurée à 20°C au laboratoire).

2) Carbonatation

La carbonatation est perçue comme un processus d'adsorption. En effet ; durant la carbonatation, la précipitation du carbonate de calcium commence par la formation de saccharate carbonaté ($Sucre - Ca - CO_3 - Ca - Sucre$) qui se dissocie par l'hydrolyse et l'avancement de la carbonatation en donnant du carbonate de calcium positivement chargé ($Ca^+ - CO_3 - Ca^+$) comme composé intermédiaire durant la phase préliminaire de la carbonatation, ce composé agit comme adsorbent effectif durant le processus de carbonatation. L'adsorption maximale est accompagnée d'une certaine alcalinité résiduelle du sirop carbonaté. En cas de sur-carbonatation, le phénomène d'adsorption est perdu et ne peut être restauré : redissolution du sel formé entraînant une mauvaise filtration et la recoloration du sirop (formation de bicarbonate).

a) Conduite de la carbonatation

Il s'agit de faire barboter le dioxyde de carbone (CO_2 récupérer à partir du fumée de la chaudière) dans la refonte afin d'avoir la meilleure efficacité de réaction. Ce mélange s'effectue dans des «chaudières» de carbonatation, appelées ainsi car la réaction exothermique provoque la vaporisation d'une fraction de l'eau du jus avec émission de vapeur.

Dans les carbonatations conventionnelles, une circulation de la refonte est assurée par une pompe afin d'accroître le temps de séjour de celui-ci et ainsi, d'améliorer l'efficacité de la réaction. Des agitateurs peuvent aussi être ajoutés. Le réglage de la première carbonatation est généralement effectué à partir d'une mesure en ligne du pH et d'un contrôle régulier de l'alcalinité du jus à la sortie par dosage chimique. [4]

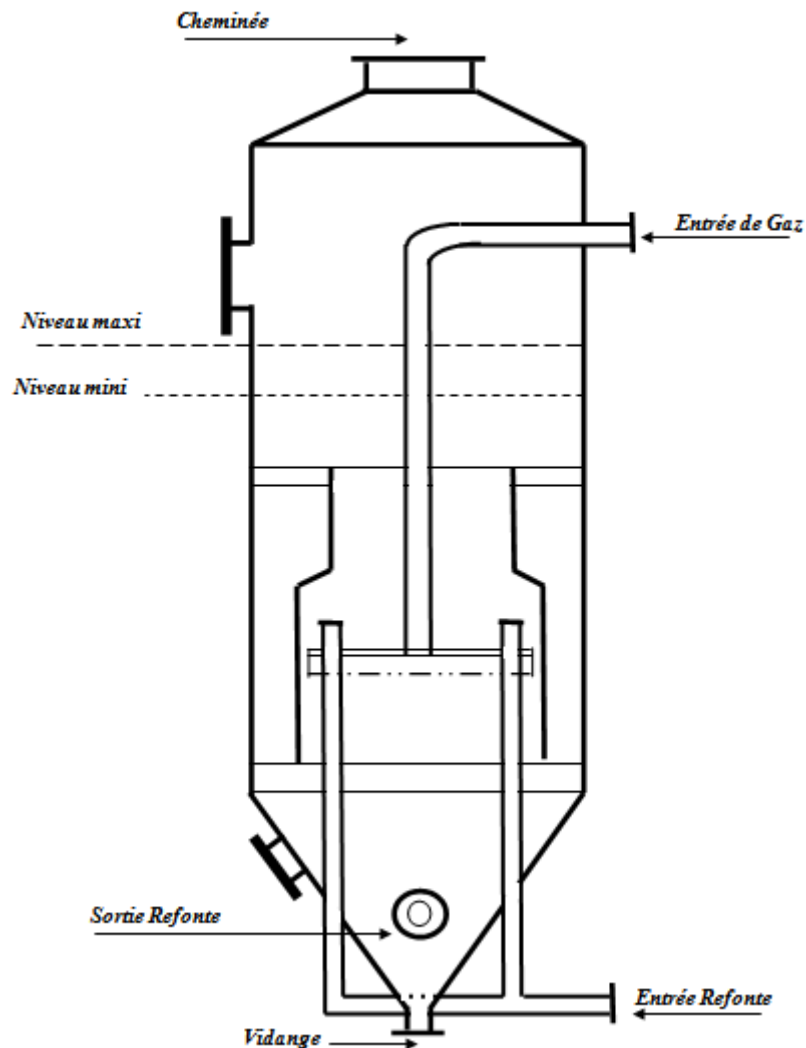


Figure 11 : chaudière de carbonatation [bureau de méthode de SURAC]

Les propriétés des chaudières de carbonatation :

1^{ère} carbonatation :

- Marque : FCB
- Diamètre intérieur : 3250 mm
- Hauteur : 5000 mm
- Volume : 45 m³

2^{ème} carbonatation :

- Marque : FCB
- Diamètre intérieur : 3250 mm
- Hauteur : 5000 mm
- Volume : 45 m³

3^{ème} carbonatation :

- Marque : FCB
- Diamètre intérieur : 2600 mm
- Hauteur : 4000 mm
- Volume : 42 m³

- Débit de gaz traité : 3100 Nm³ / heure
- Capacité de bac de refonte carbonatée : 10 m³
- Capacité de bac de refonte carbonatée réchauffée : 20 m³ [bureau de méthode de SURAC]

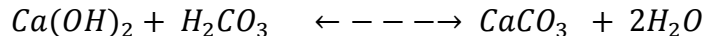
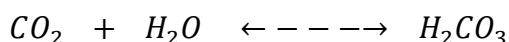
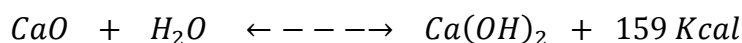
b) Effet de la présence d'électrolytes

La présence de certains électrolytes dans le sirop à carbonater conduit à une certaine compétition avec les substances colorées pour la surface d'adsorption. Ainsi une petite quantité de citrate provoque une augmentation drastique de la couleur résiduelle. Le même effet est observé pour les sulfates, phosphates et autres anions, mais dans des proportions moindres. Cependant, ces effets peuvent être contrebalancés par un ajout supplémentaires de chaux ; toutefois la forme sous laquelle le carbonate de calcium précipite est déterminante pour les opérations ultérieures (SMOLENSKI et AL). C'est pourquoi, il faut veiller à la qualité du sirop de refonte brute.

c) Réactions chimiques de la carbonatation

L'action de la chaux combinée à celle du gaz carbonique (CO₂) permet l'élimination des impuretés dissoutes dans la refonte chaulée.

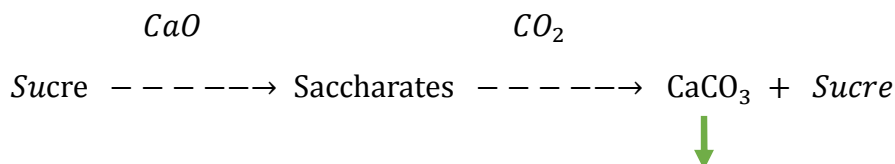
La chaux réagit avec le gaz carbonique comme suit :



Le carbonate de calcium CaCO₃, a la propriété d'adsorber les matières organiques. A mesure que l'on ajoute le CO₂ ajouté diminue le pH du sirop. La carbonatation se déroule en trois parties; elle se fait d'une manière continue, dans trois caisses de carbonatation où la refonte circule par trop-plein.

La carbonatation est arrêtée à une alcalinité résiduelle d'environ 0.1g de CaO/l. En cas de sur-carbonatation, il ya redissolution du CaCO₃ formé entraînant une mauvaise filtration et la recoloration du sirop (formation de bicarbonate). [10]

Les réactions qui ont lieu lors de cette épuration calco-carbonique est la suivante :



Le carbonateur suit l'opération de carbonatation, par le contrôle et l'analyse de certains paramètres de fonctionnement à savoir :

- L'alcalinité : c'est la quantité de CaO en g pour 1000 ml de sirop. Elle a pour objet le contrôle de la quantité de lait de chaux ajoutée et résiduelle. Elle est déterminée par titrage au moyen d'un acide fort.

- Le pH : renseigne sur la formation de carbonate de calcium.
- La température : il faut qu'elle soit élevée pour pouvoir libérer le sucre des saccharates de calcium d'une part et pour faciliter la filtration.

3) Réchauffage

Le sirop de refonte provenant de la carbonatation est réchauffé dans un réchauffeur tubulaire à 90-92°C pour faciliter sa filtration.

4) Filtration

La filtration est une opération unitaire de séparation mécanique. La filtration permet de séparer un mélange constitué par deux phases, une phase solide et une phase liquide. Cette opération unitaire se fait ainsi par le passage sur milieu poreux ou média filtrant. Les particules solides, plus grosses que les trous du milieu poreux, sont retenues et forment un résidu ou gâteau de filtration. La phase fluide se sépare alors en traversant le milieu poreux.

Cette filtration se fait sur 3 filtres exofalc, filtres à bougies à grand débit fonctionnant sous pression qui ont pour mission de filtrer le sirop carbonaté et réchauffé. Les boues provenant des filtres, contiennent encore du sucre. Pour minimiser les pertes en sucre, la SURAC a installé un filtre presse. Ce dernier se compose d'une série de plateaux séparés par des cadres de même épaisseur, les uns et les autres indépendants et mobiles, glissant sur deux barres supports, et pouvant être serrés les uns contre les autres au moyen d'un dispositif à pression hydraulique.

Cette filtration sous pression, permet le dessucrage de ces boues et le filtrat obtenu à partir de celle-ci (petit jus) est recyclé pour la refonte du sucre brut provenant de l'usine Surac MBK.

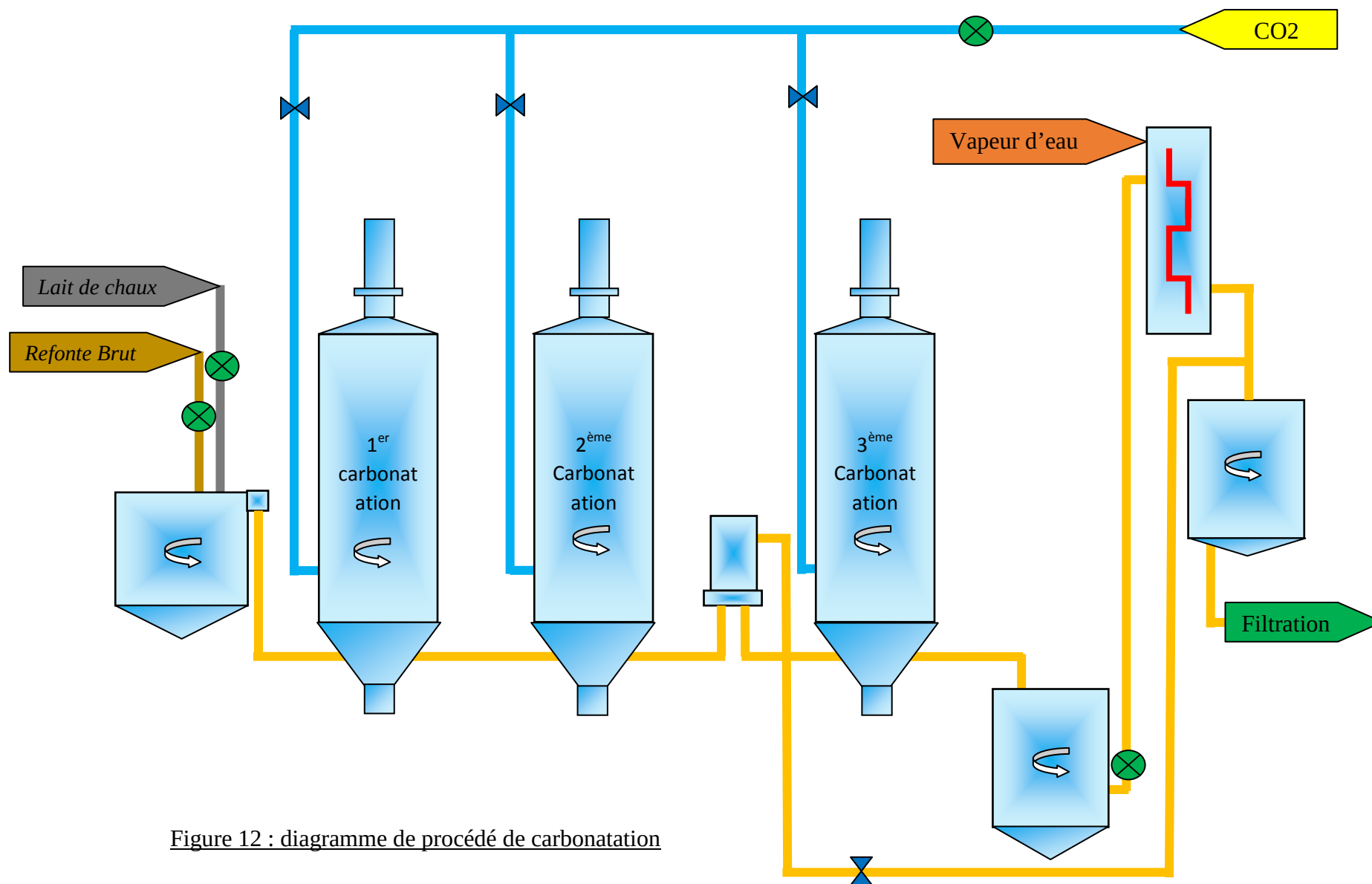


Figure 12 : diagramme de procédé de carbonatation

CHAPITRE III :

Paramètres influençant l'épuration raffinerie

I. Quelques paramètres influençant la carbonatation :

Il s'agit de d'ensemble des facteurs qui peuvent être à l'origine d'une mauvaise carbonatation ou d'une mauvaise filtration, on peut citer les plus importants :

1) Chaulage :

Chaulage est la quantité de chaux par litre de solution injectée dans la refonte brut. Il conditionne le pH et est fonction de gaz CO_2 injecté. Il influence la carbonatation et par la suite la filtration étant donné que c'est à l'origine de la quantité de précipité formée pour l'adsorption des impuretés. En effet une teneur faible en $Ca(OH)_2$ à l'entrée des chaudières a pour effet dans un premier temps la diminution de la quantité de gaz introduit, un temps de séjour bref dans celles-ci dans un second et dernièrement, une insuffisance en précipités formés. Une quantité élevée aussi en chaux à la sortie des chaudières n'est pas bon signe car cela rends compte non seulement d'un pH élevé mais aussi à un excès de chaux non consommée qui aura pour conséquence à la fin une mauvaise filtration.

Remarque : ce paramètre semble bien être un facteur considérant dans le processus de carbonatation d'où son contrôle et son suivi.

2) Richesse du gaz CO_2 :

La formation du précipité de calcium nécessite un apport en CO_2 suffisant qui puisse réagir avec la chaux dans sa totalité. C'est un paramètre important, à tenir en compte dans la mesure où il conditionne le chaulage car un gaz pauvre en CO_2 entrainera automatiquement une diminution de chaux et par la suite une formation insuffisante en précipité. L'idéal serait donc que la richesse reste au moins supérieure à un seuil de 12% afin de réaliser une bonne carbonatation et une bonne filtration.

3) Température :

La température est à tenir en compte dans la mesure où il conditionne le brix et pourrait être par la même occasion à l'origine d'une mauvaise carbonatation ou d'une mauvaise filtration. En effet la température pourrait influencer la réaction de carbonatation dans la mesure où on serait amené à diminuer la chaux ce qui entrainera une mauvaise carbonatation.

4) Le brix :

Le brix fait référence à la viscosité de la refonte. La variation de brix est essentiellement due à une variation de température mais aussi à la quantité de non-sucre insolubles.

C'est un paramètre qui doit faire office d'un contrôle continu tout au long de la chaîne de production.

Au moment d'épuration, son contrôle est plus que nécessaire car on doit s'assurer au moment de la fonte qu'il ne soit pas trop élevé faute de quoi, il y aura formation de sucres invertis. Le brix devra respecter une certaine marge. Son influence dans la carbonatation est à tenir compte dans la mesure où sa hausse tout sa diminution engendra des complications à la suite. En effet un brix trop élevé rend le sirop trop visqueux pour être filtré, de même un brix trop bas aura pour effet un apport plus d'énergie au moment de l'évaporation car la refonte traitée sera comme diluée.

Compte tenu de tout cela, nous jugeons obligatoire de suivre son évolution le contrôlant à une fréquence bien déterminée par jour afin de s'assurer de sa constance et de son maintien au cours de toute la chaîne de production.

5) Coloration de la refonte brute :

La refonte brute est le terme désigné pour nommer le sucre (A) provenant directement de la centrifugeuse de la cuite continu (A). Une fois produit il est refondé sur place dans la centrifugeuse et mélange avec la refonte des sucres provenant d'usine Machraa Bel Ksiri. Sa coloration est relativement influencer celle de la refonte traitée.

6) pH de refonte :

Le pH doit être maintenu entre 8,0 et 8,9, vu que dans ces seules cas en plus d'une température trop élevée que la liaison osidique entre le fructose et glucose du saccharose risque d'être rompue. Il doit être contrôlé tout au long du processus de carbonatation dans les trois chaudières.

L'idéal est donc de pouvoir le maintenir à la fin à un niveau légèrement basique afin qu'on puisse témoigner de la consommation quasi-totale de la chaux et par la même occasion s'assurer de l'obtention suffisante de $CaCO_3$ pour l'adsorption de toutes les impuretés, vu que l'objectif de l'épuration été atteint. [Mémoire de fin d'études 2013, master sciences et techniques CAC Agic, FSTF]

Les facteurs de performance de la carbonatation peuvent donc être résumés comme suit :

- La stabilité du débit, du brix et de la température du sirop de refonte
- La qualité du sirop de refonte
- La qualité et la quantité de la chaux utilisée
- Le temps de séjour dans les chaudières à carbonater
- La disponibilité du gaz
- La maîtrise du pH et de l'alcalinité

II. Les analyses effectuées au laboratoire :

1) Détermination du Brix

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

Définition : Le Brix représente la quantité de matières sèches contenue dans 100 g de produit. Les méthodes principales utilisées en laboratoire pour la détermination du Brix sont :

- * Utilisation des balances à lampe à infra – rouge,
- * Dosage par la méthode de Karl Fisher (Brix réel), titrage de l'eau par iodométrie,
- * Mesure de la densité, rapport entre la masse volumique de la solution et la masse volumique de l'eau en précisant les températures de mesure, ou par l'utilisation des aéromètres de densité ou de baumé, ce dernier n'est plus utilisé, (nom propre Mr Antoine Baumé), qui sont basés sur le principe d'Archimède (287 – 212 av JC), utilisée pour les contrôles rapides et de chantiers (lait de chaux, les boues ...), (Brix apparent)
- * Mesure de l'indice de réfraction, par réfractomètre, directement proportionnel à la concentration de la matière sèche en solution (Brix apparent).
- SURAC procède à la mesure de l'indice de réfraction par réfractomètre.

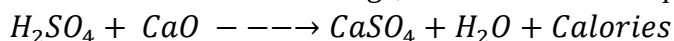
$$^{\circ}\text{Brix} = \frac{\text{Matières Sèches}}{\text{Matières Sèches} + \text{Eau}}$$

2) Alcalinité

C'est la quantité de chaux CaO contenue dans le jus, elle s'exprime en gramme de CaO /litre de jus.

Mesure :

Par titrage acidimétrique, neutralisation de la chaux par l'acide sulfurique en présence du phénol phtaléine comme indicateur de fin de titrage, réaction exothermique :



On dose également la quantité de CaO du lait de chaux, soit par acidimétrie, soit par la mesure de la densité ou du baumé.

3) La coloration :

La mesure de la coloration dans les produits de la sucrerie fournit aux exploitants diverses indications importantes :

Une faible coloration est l'indice d'une épuration bien conduite et d'une qualité satisfaisante de la matière première et de bonne condition d'exploitation en diffusion. A partir de l'évaporation toute augmentation de la coloration est l'indice d'une destruction de sucre par un chauffage trop prolongé ou à une température trop élevée.

Les mesures de coloration se font sur des solutions parfaitement filtrées. La mesure de la coloration est obtenue à l'aide d'un spectrophotomètre, par l'évaluation de la diminution de l'intensité lumineuse d'un faisceau de lumière monochromatique qui traverse le milieu analysé.

L'ICUMSA a retenu la longueur d'onde de 420 nm.

$$\text{Coloration (unite ICUMSA)} = \frac{DO \cdot 1000}{^{\circ}\text{Brix} \cdot d \cdot I} \times 100$$

d : masse volumique apparente

I : longueur de la cuve (en cm)

DO : densité optique

4) Teneur en saccharose (polarisation)

Les matières sèches (MS) en solution contiennent du sucre (S) et des non-sucre (NS)

Quantité de solution = S + NS + E

La teneur en sucre d'une solution est le rapport entre la quantité de sucre contenue dans la solution et la quantité de solution. Généralement exprimée en pourcentage :

$$\text{Plarité} = \text{Teneur en sucre} = \frac{\text{Quantité de sucre}}{\text{Quantité de solution}} \times 100$$

Détermination de la teneur en saccharose (polarisation) se fait par :

- Voie chimique, dosage du saccharose par réduction qui donne des sucres réducteurs par hydrolyse acide, méthode longue,
- Voie enzymatique, méthode donnant le saccharose réel, mais longue,
- Polarimétrie, c'est cette méthode qui est utilisée en laboratoire de contrôle. (ICUMSA, Commission International d'Uniformisation des Méthodes d'Analyse de Sucre)

$$\text{Polarité}_{\text{corrigé}} = \text{Lecture}_{\text{pol}} \times \text{Facteur Brix} \times \text{Dilution}$$

5) Détermination de la pureté :

La pureté définit la quantité de sucre (S) contenue dans la matière sèche (MS).

Elle est généralement exprimée en %. La pureté se calcule par la formule suivante:

$$\text{Pureté} = \frac{\text{Quantité de sucre}}{\text{Quantité de MS}} \times 100 = \frac{\text{Polarité}_{\text{corrigé}}}{\text{Brix}_{\text{corrigé}}} \times 100$$

6) Détermination des cendres :

Les matières sèches (MS) en solution contiennent du sucre (S) et des non-sucre (NS)

Les NS sont constitués de cendres (NS minéraux) et de matières organiques (NS organique).

- * Les cendres sont analysés par incinération au four à 600 °C, à cette température les matières organiques ont complètement disparu, il ne reste que les cendres (méthode longue +6h).
- * Soit par la mesure de la conductivité électrique de la solution, , c'est cette méthode qui est utilisée en laboratoire de contrôle.

CHAPITRE IV :

Le projet

L'essentiel de notre projet est axé sur le bon déroulement du processus d'épuration calco-carbonique, et le suivi des différents paramètres afin d'optimiser la conduite d'épuration.

L'objectif majeur est d'éliminer le maximum d'impuretés qui peuvent compromettre la qualité du produit fini, pour cela il faudrait bien entendu réussir l'épuration calco-carbonique, car l'adsorption des impuretés dépend de la quantité et de la nature des précipités formés.

Dans la cadre de notre travail nous allons d'une part cibler les facteurs essentiels qui influencent directement le bon déroulement de la carbonatation et d'autre part de pouvoir mesurer leurs effets et les optimiser afin d'aboutir au résultat escompté à la sortie de l'épuration raffinerie.

Plan de travail :

Le plan de travail est scindé comme suit :

- Sélection de tous les facteurs potentiels et les réponses plausibles
- Suivis de ces facteurs et réponses
- L'étude des facteurs
- L'étude de certains procédés
- Optimisation

1) Sélection des facteurs qui influencent le taux de décoloration calco-carbonique

Le taux de décoloration à l'épuration calco-carbonique est le pourcentage de la différence de la coloration résiduelle et de la coloration initiale rapportée à la coloration initiale de la refonte brute.

Généralement une bonne carbonatation conduit à un taux de décoloration le plus élevé possible soit 50 à 60%.

Par la méthode de 5M nous allons réussir de collecter les facteurs qui influencent ce taux de décoloration.

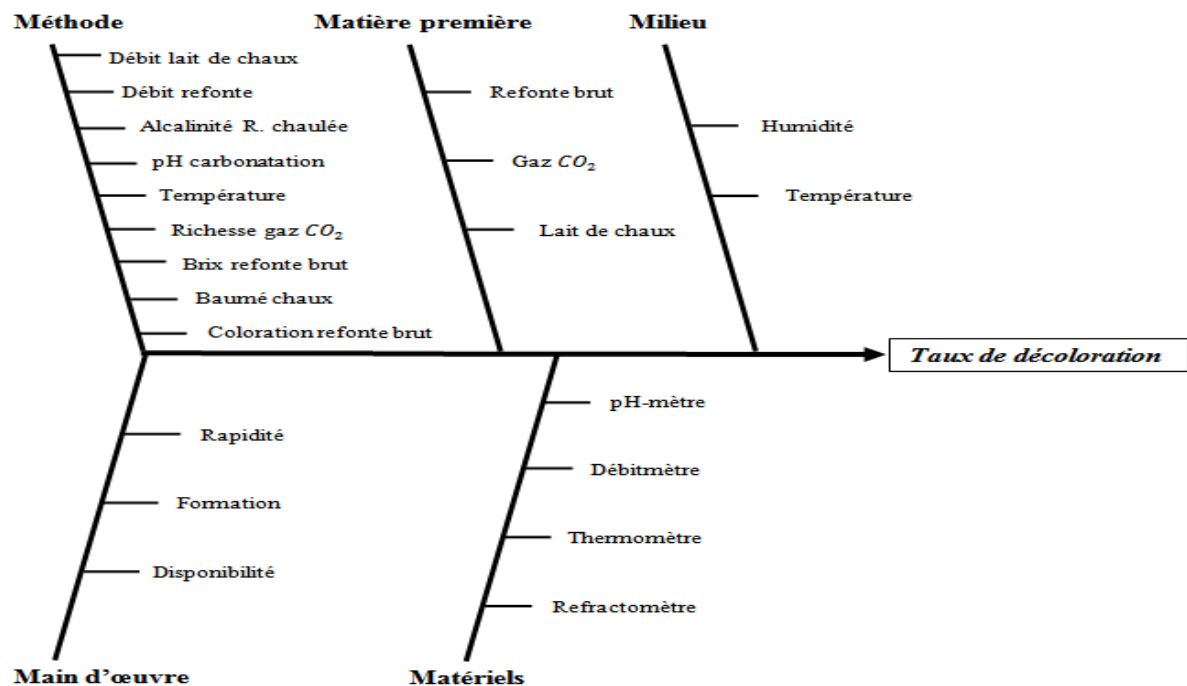


Figure 13 : diagramme d'Ishikawa

2) Suivis des facteurs et réponses

Les résultats des analyses effectuées pour les suivis de tous les facteurs sont rassemblés dans le tableau ci-dessous :

Tableaux 2 : Tableau de suivis de facteurs et réponses

Date	Al. R. Chaulé	Al. R. 1ère CO ₂	Al. R. 2ème CO ₂	Al. R. 3ème CO ₂	pH R. 1ère CO ₂	pH R. 2ème CO ₂	pH R. 3ème CO ₂	T° 3ème CO ₂	T° réchauffage	Débit R. car	Brix R. Brut	Baumé	Coloration R.B.	Coloration R.T.	Gain Total
19/03/2014	5,6	1,5	0,3	0,1	10,25	9,58	8,22	68,1	88,8	40	61	6,5	1358,6	434,3	68,03
20/03/2014	5,8	1,5	0,3	0,05	8,63	8,4	7,85	69	90,7	40	62,5	6,5	1969,9	633,5	67,84
21/03/2014	0	0,9	0,4	0,2	8,88	8,6	8,21	66,5	91,4	40	62,5	5,25	1073,8	961	10,50
24/03/2014	7,3	2,6	0,2	0,1	9,12	8,8	8,25	61,7	91,6	40	59,5	7	989,5	662,9	33,01
25/03/2014	4,2	0,7	0,2	0,1	8,88	8,8	8,01	70,1	89,7	37,5	59,5	6,25	2248,23	1193,78	46,90
26/03/2014	2,7	2,5	0,8	0,4	9,74	9,4	8,51	70,1	93,5	40	65,5	6,25	1950,97	912,2	53,24
27/03/2014	2,1	2,3	0,6	0,2	9,53	8,8	8,32	69,2	92,3	26,6	59	6,5	2464	1184,61	51,92
28/03/2014	8,8	1,2	0,2	0,05	9	9,2	7,91	70,7	90,6	40	60,5	7	880	660,4	24,95
31/03/2014	4,6	1,2	0,5	0,2	9,73	9,2	8,31	67,9	90	44,7	60	8	534,12	461,35	13,62
01/04/2014	5,5	2,4	0,3	0,1	9,58	9,3	8,39	68,9	90,7	40	64,5	8,5	487,87	268,67	44,93
02/04/2014	0,7	1,9	0,5	0,1	10,7	9,2	8,12	68,3	91,2	40,3	58,6	6,5	527,7	237,5	54,99
03/04/2014	3,9	1,2	0,4	0,1	9,76	9,3	8,1	63,9	91,4	40	60,5	5,5	543,8	204,7	62,36

* Al : alcalinité

* R : Refonte

* R.C : refonte carbonaté

* CO₂ : Carbonatation

* T° : Température

* R. B : refonte brute

Commentaire :

Cette première information sur l'ensemble de nos données s'avère être capitale pour la suite de l'étude. En effet elle nous a permis de se focaliser sur certaines variables comme l'alcalinité de refonte brute chaulée, la température du milieu réactionnel et le débit de refonte brute carbonaté qui exprime le temps de séjour dans les caisses de carbonatation.

Tant que nous envisageons de faire les essais de plans d'expériences à l'échelle du laboratoire on va considérer le temps de séjour au lieu du débit de refonte brute carbonaté, Et comme réponses on va suivre le taux de décoloration pour évaluer l'efficacité de nos paramètres. Ainsi que l'alcalinité à la sortie de la 3^{ème} caisse de carbonatation. Le carbonate de calcium formé se dissout en milieu acide ou fortement alcalin, le précipité ainsi formé devient gélatineux et difficilement filtrable.

Les facteurs officiellement retenus pour les plans d'expériences sont donc : **l'alcalinité de refonte brute chaulée, la température du milieu réactionnel et le temps de séjour**. On a donc 3 facteurs en plus de deux réponses dont : **le taux de décoloration et l'alcalinité à la sortie de la 3^{ème} chaudière de carbonatation**.

3) Plan d'expérience : étude des facteurs sélectionnés

La méthodologie des plans d'expériences correspond à une série d'essais définis à partir d'une stratégie optimale permettant la prédiction d'une réponse avec le minimum d'erreurs et un minimum d'essais sur la base d'un modèle postulé.

Selon la [Norme ISO 3534-3]: Les plans d'expériences constituent essentiellement une Planification d'expériences afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique.

Tableau 3 : Plan de Doehlert pour établir un modèle du second degré avec trois facteurs

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
1	0	0	0
2	- 1	0	0
3	+ 1	0	0
4	- 1/2	$-\sqrt{3}/2$	0
5	+ 1/2	$-\sqrt{3}/2$	0
6	- 1/2	$+\sqrt{3}/2$	0
7	+ 1/2	$+\sqrt{3}/2$	0
8	- 1/2	$-1/2\sqrt{3}$	$-\sqrt{2/3}$
9	0	$+1/\sqrt{3}$	$-\sqrt{2/3}$
10	+ 1/2	$-1/2\sqrt{3}$	$-\sqrt{2/3}$
11	- 1/2	$+1/2\sqrt{3}$	$\sqrt{2/3}$
12	0	$-1/\sqrt{3}$	$\sqrt{2/3}$
13	+ 1/2	$+1/2\sqrt{3}$	$\sqrt{2/3}$

Méthodologie :

Notre méthodologie est scindée en deux étapes :

1^{ère} étape :

Consiste à délimiter le domaine expérimental, vu que nous avons trois (3) paramètres à varier, on va donc faire appel au plan de **Doehlert** qui traite des surfaces de réponse, pour la réduction du nombre d'expériences à 14.

2^{ème} étape :

Consiste à réaliser des épurations calco-carboniques standards dans le laboratoire en utilisant les valeurs prédéfinies des différents facteurs. Chaque réponse mesurée correspondra à la mise en jeu d'un certain niveau de chaque facteur sur le plan de **Doehlert**.

- Sur chaque échantillon de refonte brute prélevé, on détermine les analyses suivantes :
 - * Le Brix
 - * La coloration
 - * Et les cendres
- Pour l'échantillon de lait de chaux, on détermine l'alcalinité
- On calcule la quantité en volume de lait de chaux à ajouter pour avoir un volume final (généralement un litre) de refonte brute chaulée d'une alcalinité bien déterminée.
- Le chaulage se fait généralement à une température de 60°C pendant 15 min pour donner au mono-saccharate le temps de se former, le temps de chaulage est déterminé par la relation suivante : $Durée\ en\ minute = 43.63636 - 0.454555 \times T^{\circ}C$
- Lorsque le chaulage est terminé, on porte le mélange à une température de réaction bien déterminée et on déclenche la carbonatation (barbotage de CO_2), tout en suivant la variation de l'alcalinité et du pH pendant la carbonatation
- Lorsque l'alcalinité est $\leq$ à 0.1 g de CaO/L , on arrête la carbonatation et on chauffe à une température de $90 \pm 2^{\circ}C$ pour préparer la suspension formée à la filtration
- Après une filtration sous-vide de la refonte chaulée carbonatée on détermine les caractères suivants :
 - * Le Brix
 - * La coloration
 - * Et les cendres

Durant l'ensemble de ces opérations, chacun des différents facteurs sera fixé à une valeur choisie au préalable tel qu'il a été décrit dans la matrice des expériences ci-dessous.

Résultats de l'analyse :

Tableau 4 : Domaine Expérimental

	Facteur	Unité	Centre	Pas de variation
U1	Alcalinité	g CaO/L	5.0	2.5
U2	Temps	Min	225	75
U3	Température	°C	72.5	7.5

Tableau 5 : Réponse(s) expérimentale(s)

	Réponse	Unité
Y1	Taux de décoloration	%
Y2	Alcalinité sortie	g CaO/L

Tableau 6 : Plan d'expérimentation

N°Exp	Alcalinité g CaO/L	Temps Min	Température °C
1	7.5	225	72.5
2	2.5	225	72.5
3	6.3	290	72.5
4	3.8	160	72.5
5	6.3	160	72.5
6	3.8	290	72.5
7	6.3	247	78.6
8	3.8	203	66.4
9	6.3	203	66.4
10	5.0	268	66.4
11	3.8	247	78.6
12	5.0	182	78.6
13	5.0	225	72.5
14	5.0	225	72.5

Tableau 7 : Matrice d'expériences

N°Exp	X1	X2	X3	Y1	Y2
1	1.0000	0.0000	0.0000	39.70	0.30
2	-1.0000	0.0000	0.0000	49.05	0.05
3	0.5000	0.8660	0.0000	53.68	0.05
4	-0.5000	-0.8660	0.0000	41.43	1.60
5	0.5000	-0.8660	0.0000	36.50	0.80
6	-0.5000	0.8660	0.0000	64.81	0.08
7	0.5000	0.2887	0.8165	17.12	0.10
8	-0.5000	-0.2887	-0.8165	40.79	0.10
9	0.5000	-0.2887	-0.8165	15.37	0.10
10	0.0000	0.5774	-0.8165	35.17	0.10
11	-0.5000	0.2887	0.8165	22.12	0.10
12	0.0000	-0.5774	0.8165	27.18	0.80
13	0.0000	0.0000	0.0000	54.42	0.05
14	0.0000	0.0000	0.0000	52.23	0.07

Tableau 8 : Plan d'expérimentation

N°Exp	Alcalinité	Temps	Température	taux de décoloration	Alcalinité sortie
	g CaO/L	Min	°C	%	g CaO/L
1	7.5	225	72.5	39.70	0.30
2	2.5	225	72.5	49.05	0.05
3	6.3	290	72.5	53.68	0.05
4	3.8	160	72.5	41.43	1.60
5	6.3	160	72.5	36.50	0.80
6	3.8	290	72.5	64.81	0.08
7	6.3	247	78.6	17.12	0.10
8	3.8	203	66.4	40.79	0.10
9	6.3	203	66.4	15.37	0.10
10	5.0	268	66.4	35.17	0.10
11	3.8	247	78.6	22.12	0.10
12	5.0	182	78.6	27.18	0.80
13	5.0	225	72.5	54.42	0.05
14	5.0	225	72.5	52.23	0.07

Tableau 9 : Analyse de la variance : réponse Y1 : taux de décoloration

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	$2.70277 \cdot 10^3$	9	$3.00308 \cdot 10^2$	6.5261	4.57 *
Résidus	$1.84066 \cdot 10^2$	4	$4.60165 \cdot 10^1$		
Total	$2.88684 \cdot 10^3$	13			

Commentaire : on a une variance régressive (du modèle) assez supérieure à celle des résidus pour une probabilité inférieure à un risque de confiance de 5% fixé au préalable. Théoriquement le model proposé est validé.

Tableaux 10 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y1 : taux de décoloration

Ecart Type de la réponse	6.784
R^2	0.936
R_A^2	0.793
Nombre de degrés de liberté	4

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	53.325		4.797	11.12	0.0956 ***
b1	-8.147	1.00	3.392	-2.40	7.4
b2	8.713	1.00	3.392	2.57	6.2
b3	-5.085	1.00	3.392	-1.50	20.8
b11	-8.950	1.36	6.784	-1.32	25.7
b22	-2.643	1.36	6.784	-0.39	71.4
b33	-37.651	1.40	6.495	-5.80	0.559 **
b12	-3.580	1.11	7.833	-0.46	67.1
b13	13.770	1.11	8.758	1.57	19.0
b23	-8.129	1.11	8.757	-0.93	40.8

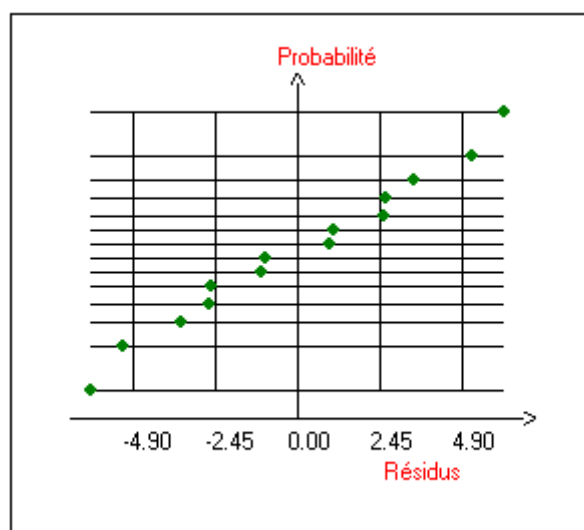


Figure 14 : Etude des résidus de la réponse : Y1 : taux de décoloration Résidus

Tableau 11 : Analyse de la variance : réponse Y2 : Alcalinité sortie

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	2.4339	9	0.2704	1352.1583	2.29 *
Résidus	0.2442	4	0.0611		
Validité	0.2440	3	0.0813	406.6680	3.74 *
Erreur	0.0002	1	0.0002		
Total	2.6781	13			

Tableaux 12 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y2 : Alcalinité sortie

Ecart Type de la réponse	0.014
R^2	0.909
R_A^2	0.704
Nombre de degrés de liberté	1

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	0.060		0.010	6.00	10.9
b1	-0.041	1.00	0.007	-5.83	11.3
b2	-0.593	1.00	0.007	-83.79	1.06 *
b3	0.143	1.00	0.007	20.21	3.09 *
b11	0.115	1.36	0.014	8.13	7.9
b22	0.725	1.36	0.014	51.27	1.43 *
b33	0.025	1.40	0.014	1.84	32.2
b12	0.445	1.11	0.016	27.22	2.35 *
b13	-0.157	1.11	0.018	-8.61	7.5
b23	-0.279	1.11	0.018	-15.29	4.07 *

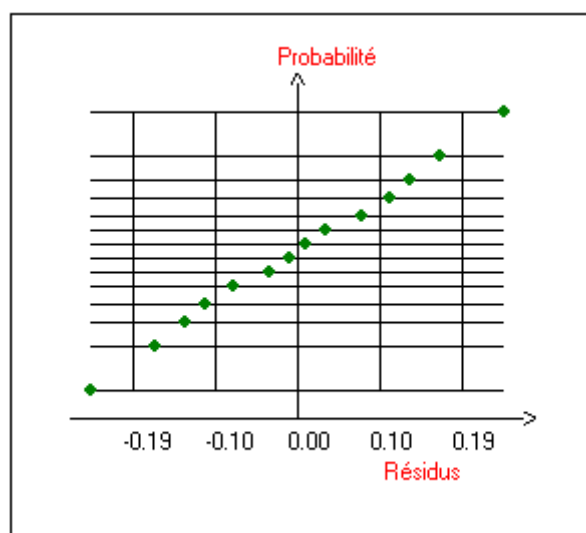


Figure 15 : Etude des résidus de la réponse : Y2 : Alcalinité sortie Résidus

Commentaires : on a une variance régressive (du modèle) assez supérieure à celle des résidus pour une probabilité inférieure à un risque de confiance de 5% fixé au préalable. Théoriquement le model proposé est validé pour le taux de décoloration ainsi que pour l'alcalinité à la sortie de la 3^{ème} caisse de carbonatation.

Résultats et discussion

Dans cette dernière partie, on s'est servi des résultats de l'analyse de variance obtenu pour optimiser l'opération de carbonatation, c'est-à-dire trouver les valeurs adéquates des facteurs à forts effets pour des réponses satisfaisantes (taux de décoloration et alcalinité à la sortie de la 3^{ème} caisse de carbonatation).

D'après notre étude on peut optimiser deux facteurs à savoir l'alcalinité de la refonte brute chaulée et la température du milieu réactionnel. Le temps de séjour étant fixe, car il est fonction du volume utile des chaudières de carbonatation dont le débit de fonctionnement est fixe. La figure ci-dessus donne une infinité des points optimums du taux de décoloration supérieur à 45% et de l'alcalinité à la sortie inférieure ou égale à 0.1 g de CaO/L .

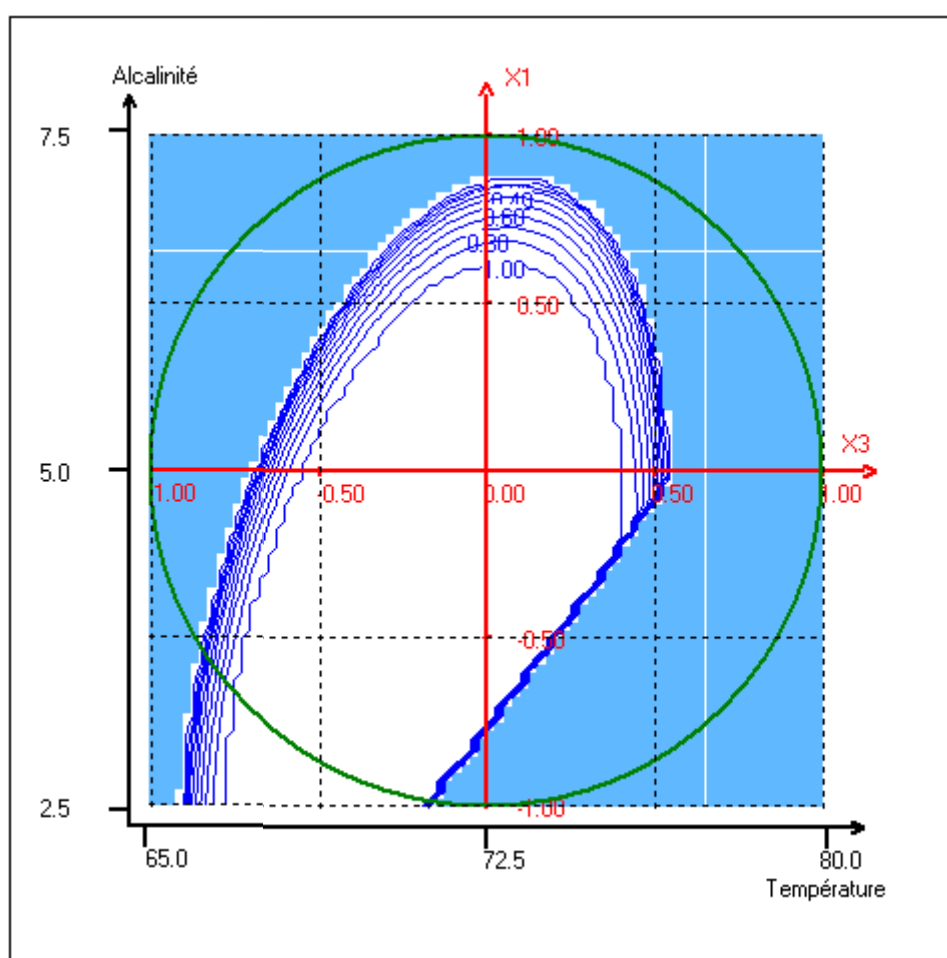


Figure 16 : Etude graphique en 2D
Variation de la désirabilité dans le plan : Température, Alcalinité
FACTEURS FIXES : - temps = 230 min

D'après les résultats obtenus, l'alcalinité de la refonte brute chaulée et la température du milieu réactionnel ont donc un impact direct sur le bon fonctionnement de la carbonatation.

Les paramètres influençant l'épuration calco-carbonique peuvent être rassemblés dans un modèle polynomial de deuxième degré, de la forme sphérique. Selon le plan de **Doehlert** cette équation peut être exprimée comme suit :

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_{11} * (X_1 * X_1) + b_{22} * (X_2 * X_2) + b_{33} * (X_3 * X_3) \\ + b_{12} * (X_1 * X_2) + b_{13} * (X_1 * X_3) + b_{23} * (X_2 * X_3)$$

Où Y représente le taux de décoloration en pourcentage, X1 l'alcalinité, X2 le temps de séjour et X3 la température.

Et où les Coefficients de l'équation prennent les valeurs suivantes (Voir tableau 9) :

$b_0 = 53,325$; $b_1 = -8,147$; $b_2 = 8,713$; $b_3 = -5,085$; $b_{11} = -8,950$; $b_{22} = -2,643$; $b_{33} = -37,651$; $b_{12} = -3,580$; $b_{13} = 13,770$; $b_{23} = -8,129$

Coefficient de corrélation de l'équation $R^2 = 0,936$

* X1, X2, X3 : exprimé en variable centrées réduites

4) Etude de certains procédés de décoloration

i. Essai de décoloration au noir végétal

- ❖ But : Décoloration de la refonte carbonatée filtrée au noir végétal en vue d'améliorer la qualité des sirops et du produit fini.
- ❖ Décoloration par le noir végétal (charbon actif) : Le charbon actif est produit à partir du charbon par traitement thermique (environ 800 ° C) activé à l'acide phosphorique. Le charbon actif est très poreux, il a une faible densité avec une surface de contact extrêmement élevée (environ 1200 m² / g). L'élimination de la couleur se fait par adsorption des colories à la surface des particules du charbon actif.

Les trois facteurs les plus importants qui affectent l'efficacité de la décoloration par le charbon actif sont :

- ✓ Le temps de contact du sirop et le charbon actif
- ✓ La quantité de charbon actif utilisé
- ✓ La température du sirop et son pH

Dans les sucreries, le charbon actif est utilisé sous forme poudreuse ou granulaire. La poudre de charbon actif (PAC) est généralement utilisée pour la décoloration des sirops ou liqueurs standards. Le PAC élimine environ 50% de colories et son efficacité de décoloration dépend de ses caractéristiques :

- ✓ Uniformité des particules : 90% des particules de carbone devraient être inférieures à 0,075 mm
- ✓ Surface
- ✓ La taille des pores

Le charbon granulaire activé (GAC) est utilisé en colonnes pour décolorer le sirop ou la liqueur standard. Un ensemble de trois colonnes est généralement utilisé. Deux colonnes sont en service et la 3ème en régénération. Les colonnes ont environ 10 à 12 m de hauteur et environ 3 m de diamètre. Chaque colonne contient environ 100 m³ de GAC.

La décoloration avec le charbon granulaire activé (GAC) a un avantage sur celle avec la poudre de charbon activé (PAC) parce que le GAC épuisé peut être réactivé (régénération) en four environ 25 fois. Il dispose également d'une plus grande efficacité de décoloration et un faible coût d'exploitation par rapport au fonctionnement PAC.

- ❖ Matériel :
Bécher, balance, agitateur magnétique, pH-mètre, réfractomètre, polarimètre, conductimètre, spectrophotomètre, appareillage de filtration sous-vide, tube à essai, erlenmyer, bain marie, entonnoir, éprouvette.

❖ Méthode :

- Après le prélèvement d'un échantillon de la refonte carbonatée filtrée on fait les analyses suivantes :
 - * Détermination de Brix
 - * Teneur en saccharose (polarisation)
 - * Détermination de la coloration
 - * Et détermination des cendres
- Dans un erlenmyer de 250 ml on verse 200g de refonte carbonatée filtrée, et on porte à une température de 80°C (la température fixée pour la refonte raffinée)
- On ajoute la quantité de noir végétal selon la dose proposée, et on laisse en contact pendant 20 min avec une agitation modérée.
- Quantité de noir végétal ajouté :
 - 0,5 Kg de noir végétal/Tonne de sucre
 - 1 Kg de noir végétal/Tonne de sucre
 - 1,5 Kg de noir végétal/Tonne de sucre
- Après 20 min de contact on filtre à travers un filtre et on fait les analyses suivantes :
 - * Détermination de Brix
 - * Teneur en saccharose (polarisation)
 - * Détermination de la coloration
 - * Et détermination des cendres
- Résultats et discussions :

Tableaux 13 : résultats d'essai de décoloration de la Refonte carbonatée filtrée au noir végétale

	Q. noir végétal	Brix %	Polarité %	Pureté %	Coloration	Cendres	Gain %
R.C.F	---	55,8	57,47	97,10	570,70	0,4628	-----
R.T	0,5	55,7	56,70	98,24	380,90	0,4284	33,26
R.T	1,0	55,7	56,42	98,73	313,19	0,4266	45,12
R.T	1,5	55,7	56,31	98,91	278,40	0,4158	51,22

Le taux de décoloration au noir végétal est de **51,22%** pour une dose de **1,5 Kg** de noir végétal/Tonne de sucre, mais le problème majeur réside dans le passage des fines particules du charbon dans le sirop décoloré ce qui influence la qualité finale du produit fini.

Et pour confirmé le passage on a réalisé un test de passage de noir végétale, et on a obtenu les résultats suivants :

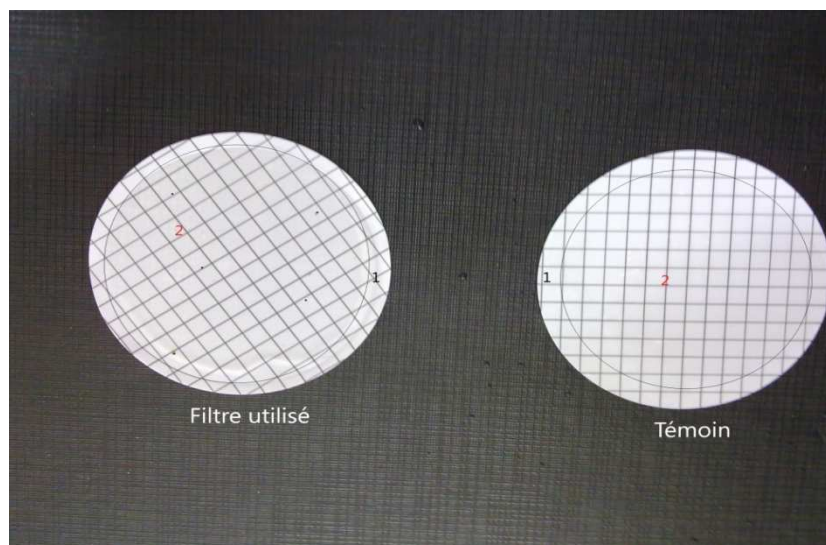


Figure 17 : photo de confirmation du passage de noir végétale

Conclusion :

La poudre de charbon activé (PAC) est généralement utilisée pour la décoloration de la refonte brute. Le PAC élimine environ 50% de colories, mais il ya un risque de passage dans le sirop. Pour palier à cette anomalie, on recommande l'utilisation de filtre presse pour la filtration de la refonte traitée au noir végétal suivi d'une filtration de sécurité sur des filtres à cartouche type Eurofiltec avec des toiles viscosse de faible maille.

ii. Intervention au niveau de la répartition du gaz

L'objectif principal d'un répartiteur de gaz est de distribuer des bulles de CO_2 les plus fines possibles de manière homogène pour augmenter la surface de contact avec le milieu réactionnel. Géométriquement, plus la bulle est petite, plus le ratio surface /volume est élevé. Des incrustations viennent parfois se former sur les fentes du distributeur de gaz.

Les systèmes Putsch par tubes de Richter avec leurs fentes de sortie de gaz dimensionnées avec précision et leurs arbres de nettoyage rotatifs en permanence sont une excellente solution mécanique pour répondre à ce challenge.

Le sirop entre dans la carbonatation Putsch tangentiellement à l'intérieur de la virole centrale. Ici, il se mélange aux fines bulles de CO_2 et monte en spirale. Pendant ce processus, le gaz se mélange entièrement avec le sirop. En sortant de la virole centrale, la majorité du gaz se sépare du sirop, lequel est poussé par le bas par le mélange sirop / gaz suivant. Dans l'espace périphérique, le sirop redescend ensuite vers le fond de la virole centrale. De cette manière, la circulation du sirop se lance conformément au principe du réacteur à colonne d'air et rendant inutiles les pompes de circulation extérieures. Après répétition de la circulation intérieure, le sirop uniformément carbonaté sort de la carbonatation par le fond du bac. [Voir les coupes longitudinale et transversale ci-dessous].

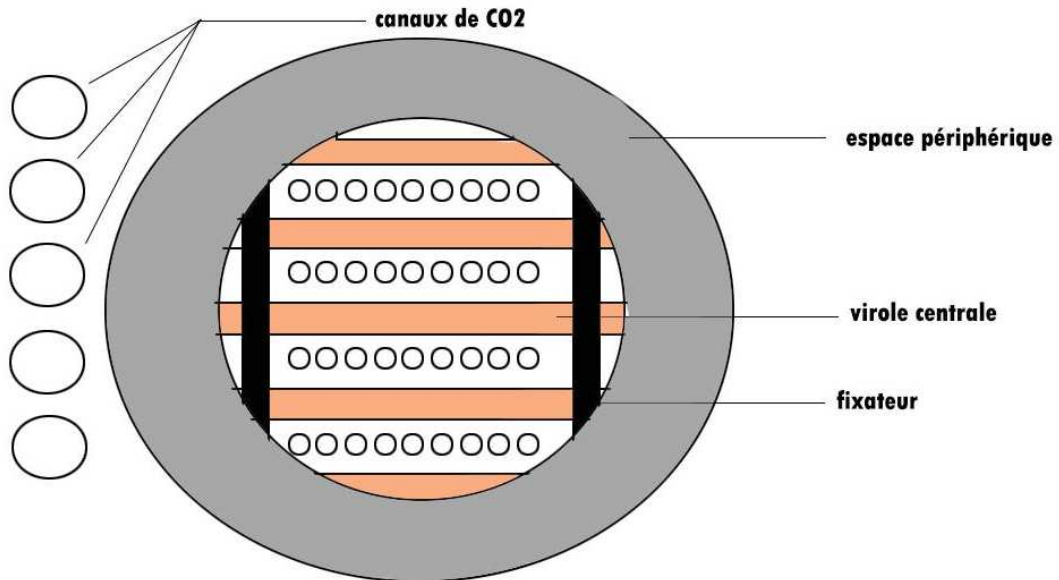


Figure18 : coupe transversale d'une chaudière de carbonatation type Putsch

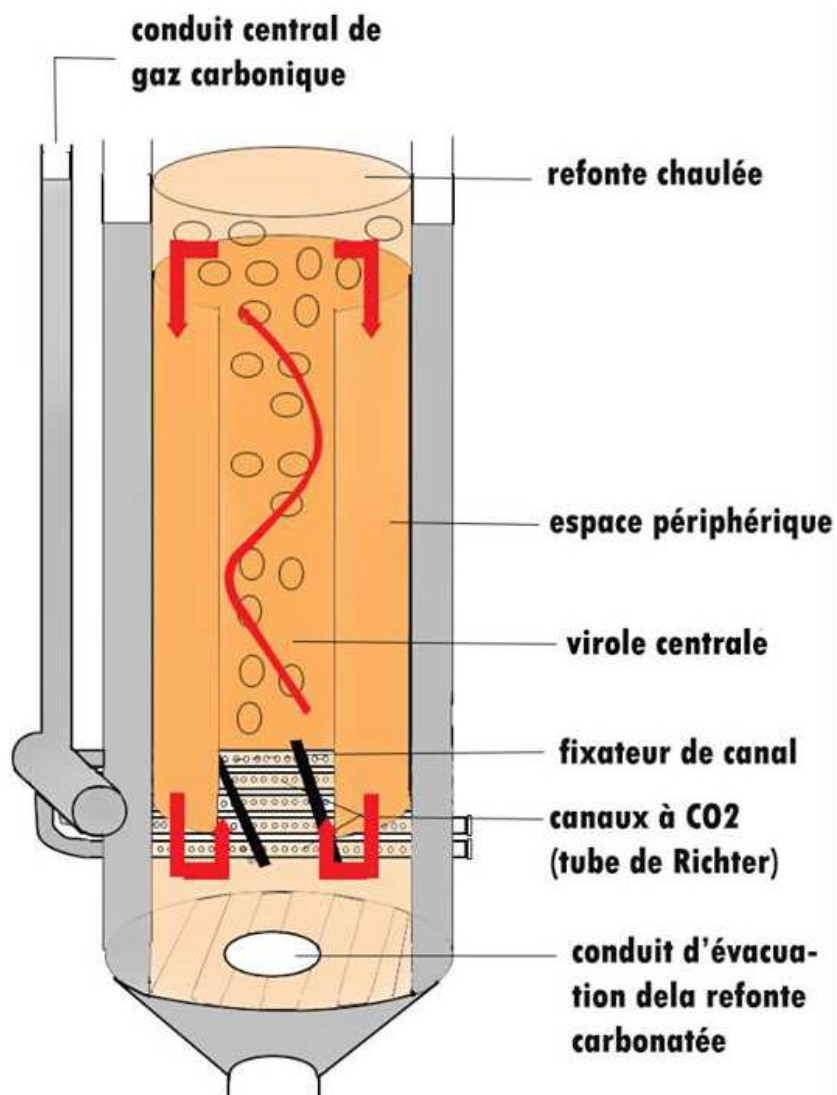
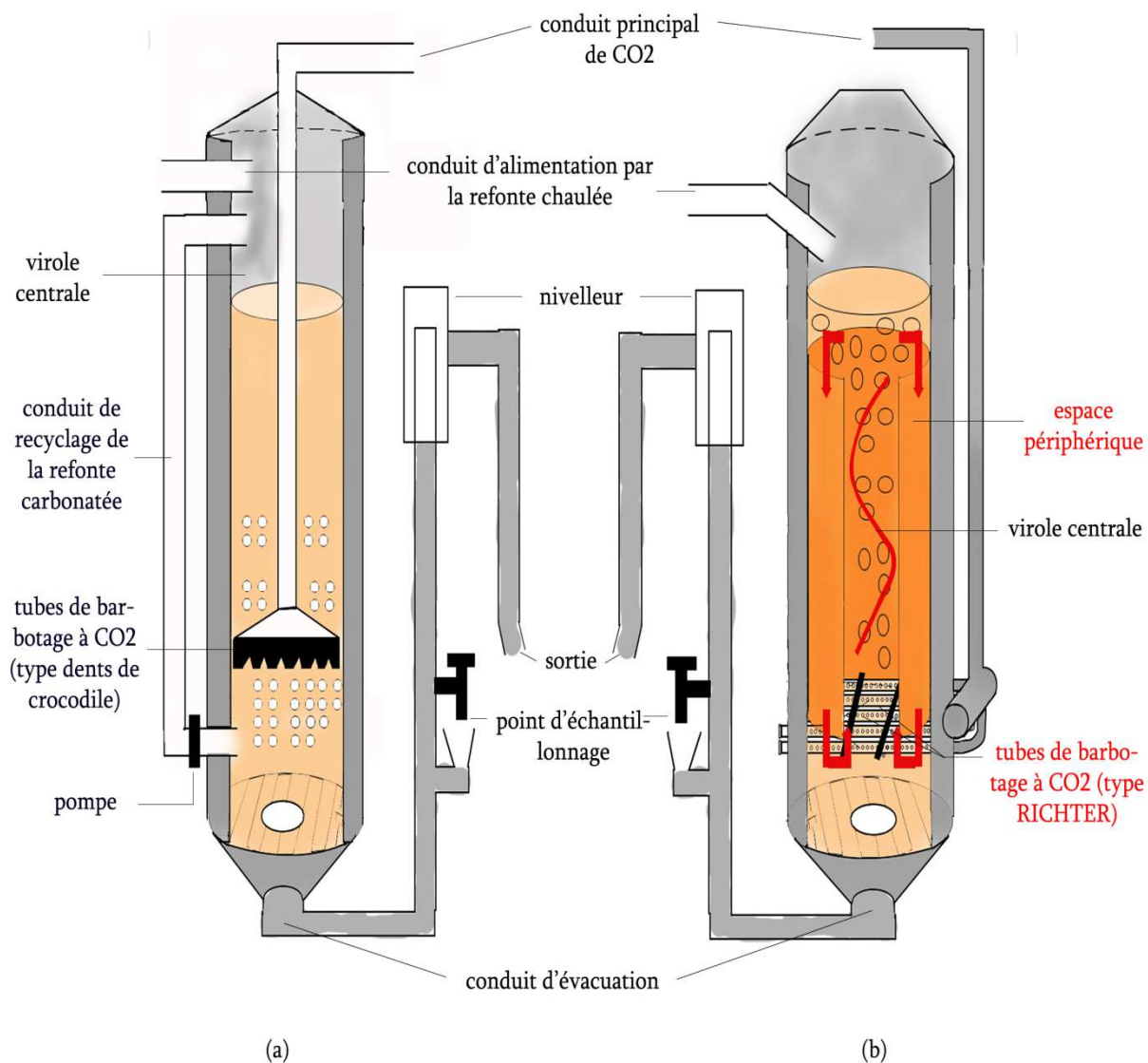


Figure 19 : coupe longitudinale d'une chaudière de carbonatation type Putsch



(a) : chaudière à carbonater actuel de la SURAC
(b) : chaudière à carbonater modifiée de la SURAC

Figure 20 : modification de l'aspect architectural de la chaudière de carbonatation de la SURAC KSIBIA pour une optimisation de l'utilisation et l'amélioration de performance [11]

Le système de carbonatation Putsch apporte la solution à la bonne répartition du gaz. Le sirop carbonaté présente une alcalinité uniforme et donc une coloration plus faible qu'un sirop carbonaté dans des systèmes courants. La formation régulière de cristaux de carbonate dans les carbonatations Putsch améliore de manière significative la filtrabilité du sirop carbonaté.

Les tubes de Richter pour la distribution du gaz sont une technologie courante en sucreries de betterave et se sont maintenant également établis dans les raffineries. Les caisses de carbonatation existantes à Surac Ksibia peuvent être modifiées avec des tubes de Richter. [12]

Conclusion et recommandations

D'après notre étude les suivis des facteurs et réponses nous a permis de se focaliser sur certaines variables comme l'alcalinité de refonte brute chaulée, la température du milieu réactionnel et le débit de refonte brute carbonaté qui exprime le temps de séjour dans les chaudières de carbonatation. Ces facteurs sont officiellement retenus pour les plans d'expériences.

Les résultats du plan d'expérience nous ont permis d'optimiser deux facteurs à savoir l'alcalinité de la refonte brute chaulée et la température du milieu réactionnel. Le temps de séjour étant fixe, car il est fonction du volume utile des chaudières de carbonatation et du débit de fonctionnement.

Pour une refonte brute de coloration ≤ 1200 ICUMSA et un temps de séjour de 230 minutes correspondant à un débit horaire de 40 m³. Les meilleurs rendements de l'épuration calco-carbonique sont obtenus pour une température du milieu réactionnel de $71 \pm 1^\circ\text{C}$ et une alcalinité de refonte brute chaulée de 3,2 à 4,5 g de CaO/l.

L'installation du système de carbonatation Putsch avec des distributeurs de gaz de type tube de Richter et de nature à améliorer d'avantage la carbonatation de la refonte. Le sirop final présente une coloration plus faible qu'un sirop issu des systèmes de carbonatation avec d'autres distributeurs de gaz.

Afin d'améliorer le rendement de décoloration de la refonte raffinée, on recommande à la sucrerie de KSIBIA de revenir à la décoloration avec le charbon actif. Le PAC élimine environ 50% des colorants, mais il ya un risque de passage dans le sirop. Pour palier à cette anomalie, on recommande l'utilisation de filtre presse pour la filtration de la refonte traitée au noir végétal suivi d'une filtration de sécurité sur des filtres à cartouche type Eurofiltec avec des toiles viscosse de faible maille.

Références bibliographiques

- [1] **Fusillier et Al.** “Etude financée par le Ministère des Affaires Etrangères français”, FSP 2000-125, 2006
- [2] **rapport annuel 2012**, COSUMAR
- [3] **Prof MATHLOUTHI, Dossier CEDUS.** Les propriétés physiques et chimiques du saccharose, 2007
- [4] **MARTINE DECLOUX (ENSIA),** Procédés de transformation en sucrerie (partie 1, Traité Agroalimentaire, Les Techniques de l'Ingénieur 2008)
- [5] **A.M. CLARKE AND ALL – 1987** “Cane sugar colorants in processing operations” C.I.T.S. – June 1987
- [6] **S. ZAAM et M. ZIYAD** “Adsorption des matières colorantes des produits sucreries par le phosphate de Zirconium de type α -ZrP” Sucrierie Maghrébine N° 50-51, 2011
- [7] **J. HENRY AND ALL – 1963** “La coloration des jus au cours de la diffusion et son imbibition” C.I.T.S. - p. 54 – 94
- [8] **D.AHARI et J. GENOTELLE – 1961** “La coloration en sucrerie” I.A.A. – Juin – Août
- [9] **R. CELLE et D. HERVE – 1961** “Décoloration du sirop de refonte du sucre de canne à la raffinerie de Marseille” I.A.A. – V. 97 – n° 7-8
- [10] **SURAC 2010**, “Perfectionnement en sucrerie de canne à sucre”
- [11] **R.CHARIF et S.DIOUF**, Surac 2014
- [12] **PUTSCH GROUP**, “technologie du sucre de canne” 2010

Références webographiques

- [B] http://www.ada.gov.ma/plans_regionaux/filiere-sucriere.php.
- [C] <http://www.jeunesdumaroc.com/breve7233.html>
- [E] <http://www.cosumar.co.ma>

Les annexes

Détermination du temps nécessaire pour la carbonatation

Annexe 1 : tableau paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE (Chaulée)	
Alcalinité	3.7 g de CaO/L
Brix	60.4
Cendres	0.44 g % brix
Coloration	1221.8 ICUMSA

Annexe 2 : tableau de suivi de l'alcalinité de la refonte brute au cours de la carbonatation pour la détermination de la durée nécessaire

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)
0	3.7
15	3.3
30	3.2
45	3.2
60	2.8
75	2.6
100	2.4
115	1.8
130	1.2
145	0.6
160	0.45
175	0.4
200	0.2
215	0.1

- Température de réaction : 72 – 72.5 °C
- Alcalinité initiale : 3.7 g de CaO/L
- pH₀ : 10.2

Annexe 3 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE FILTREE	
Alcalinité	0.1 g de CaO/L
Brix	64.5
Cendres	0.43 g % brix
Coloration	527.55 ICUMSA
Taux de décoloration	56.82 %

⇒ Donc à partir de résultats on constate que le temps nécessaire de carbonatation pour une alcalinité à l'entre de 3.7 g de CaO/L est plus de 215 min, et on peut attendre un taux de décoloration de 56.82%.

1. Alcalinité = 2.5 g de CaO/L ; Température = 72.5°C ; Temps = 225 min

Annexe 4 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	64
Cendres	0.36 g % brix
Coloration	929.85 ICUMSA
pH	7.5

Cette refonte brute est chaulée jusqu'à une alcalinité de 2.5 g de CaO/L par ajout de 25 ml de lait de chaux donnant ainsi un pH de 10.3.

Annexe 5 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	2.5	10.3
15	2.2	10.1
30	2.1	10.0
45	1.9	10.0
60	1.6	10.0
75	1.5	10.0
90	1.4	9.7
105	1.3	9.7
120	0.9	9.4
135	-	9.4
150	0.6	9.3
165	0.4	-
180	0.3	9.2
195	0.2	9.0
210	0.1	8.9
225	0.05	8.8

Annexe 6 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE FILTREE	
Alcalinité	0.05 g de CaO/L
Brix	76
Cendres	- $\mu S/cm$
Coloration	473.76 ICUMSA
Taux de décoloration	49.05 %

2. Alcalinité = 6.3 g de CaO/L ; Température = 72.5°C ; Temps = 160,290 min

Annexe 7 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	60.2
Cendres	0.38 g % brix
Coloration	1173 ICUMSA
pH	7.3

Annexe 8 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	6.3	10.7
30	5	10.4
60	4.8	-
90	3.2	10
120	1.8	9.9
150	1.0	9.3
160	0.8	9.2
180	0.4	9.0
240	0.2	8.9
290	0.05	8.7

Annexe 9 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE FILTREE		
	Temps 160 min	Temps 290 min
Alcalinité	0.8 g de CaO/L	0.05 g de CaO/L
Brix	66.5	71.4
Cendres	-	-
Coloration	744.85 ICUMSA	543.33 ICUMSA
Taux de décoloration	36.50 %	53.68 %

3. Alcalinité = 3.8 g de CaO/L ; Température = $72.5^{\circ}C$; Temps = 160,290 min

Annexe 10 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	61.6
Cendres	0.3977 g % brix
Coloration	1348.47 ICUMSA
pH	7.1

Annexe 11 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	3.8	10.6
30	3.7	10.4
60	3.6	10.3
90	3.5	10.3
120	3.4	10.2
150	2.0	10.1
160	1.6	9.9
180	1.3	9.8
210	0.8	9.7
240	0.3	9.3
255	0.2	9.1
270	0.1	8.9
290	0.08	8.8

Annexe 12 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE FILTREE		
	Temps 160 min	Temps 290 min
Alcalinité	1.6 g de CaO/L	0.08 g de CaO/L
Brix	65.3	70.0
Cendres	0.372 g % brix	0.32 g % brix
Coloration	789.71 ICUMSA	474.49 ICUMSA
Taux de décoloration	41.43 %	64.81 %

4. Alcalinité = 5 g de CaO/L ; Température = 78.6°C ; Temps = 182 min

Annexe 13 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	62.3
Cendres	0.6 g % brix
Coloration	1204.5 ICUMSA
pH	7.3

Annexe 14 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	5	10.6
30	4.6	10.3
60	3.8	10.3
90	3.4	10.2
120	2.9	10.2
150	1.5	10.0
180	0.9	9.7
182	0.8	9.4

Annexe 15 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.8 g de CaO/L
Brix	73.6
Cendres	0.20 g % brix
Coloration	877.12 ICUMSA
Taux de décoloration	27.18 %

5. Alcalinité = 5 g de CaO/L ; Température = 72.5°C ; Temps = 225 min

Annexe 16 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	61.1
Cendres	0.83 g % brix
Coloration	1273.46 ICUMSA
pH	7.4

Annexe 17 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	5	10.6
30	4.6	10.3
60	3.8	10.1
90	3.4	9.7
120	2.7	9.5
150	1.8	9.3
180	1.0	9.1
210	0.2	8.9
225	0.05	8.8

Annexe 18 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.05 g de CaO/L
Brix	71.8
Cendres	0.44 g % brix
Coloration	580.46 ICUMSA
Taux de décoloration	54.42 %

6. Alcalinité = 5 g de CaO/L ; Température = 66.38°C ; Temps = 268 min

Annexe 19 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	61.3
Cendres	0.76 g % brix
Coloration	1047 ICUMSA
pH	6.9

Annexe 20 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	5	10.6
30	4.6	10.4
60	3.8	10.3
90	3.4	10.2
120	2.9	10.1
150	2.1	9.7
180	1.6	9.5
210	0.9	9.3
240	0.4	9.1
268	0.1	8.9

Annexe 21 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.1 g de CaO/L
Brix	70.1
Cendres	0.82 g % brix
Coloration	678.77 ICUMSA
Taux de décoloration	35.17 %

7. Alcalinité = 5 g de CaO/L ; Température = 78.6°C ; Temps = 182 min

Annexe 22 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	62.3
Cendres	0.6 g % brix
Coloration	1204.5 ICUMSA
pH	7.3

Annexe 23 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	5	10.6
30	4.6	10.3
60	3.8	10.3
90	3.4	10.2
120	2.9	10.2
150	1.5	10.0
180	0.9	9.7
182	0.8	9.4

Annexe 24 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.8 g de CaO/L
Brix	73.6
Cendres	0.20 g % brix
Coloration	877.12 ICUMSA
Taux de décoloration	27.18 %

8. Alcalinité = 6.3 g de CaO/L ; Température = 66.38 °C ; Temps = 203 min

Annexe 25 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	60.4
Cendres	0.23 g % brix
Coloration	723.42 ICUMSA
pH	6.8

Annexe 26 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	6.3	10.8
30	5.2	10.7
60	4.8	10.6
90	4.4	10.5
120	3.1	10.3
150	1.6	10.1
180	0.7	-
203	0.1	8.9

Annexe 27 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.1 g de CaO/L
Brix	71.9
Cendres	0.29 g % brix
Coloration	612.2 ICUMSA
Taux de décoloration	15.37 %

9. Alcalinité = 6.3 g de CaO/L ; Température = 78.62 °C ; Temps = 247 min

Annexe 28 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	59.9
Cendres	0.19 g % brix
Coloration	631.17 ICUMSA
pH	8.0

Annexe 29 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	6.3	10.7
30	6.2	10.7
60	6	10.6
90	5.5	10.5
120	5.1	10.3
150	3.9	10.2
180	2.9	9.8
210	1.2	9.5
240	0.3	9.3
247	0.1	8.9

Annexe 30 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.1 g de CaO/L
Brix	69.2
Cendres	0.27 g % brix
Coloration	523.12 ICUMSA
Taux de décoloration	17.12 %

10. Alcalinité = 3.8 g de CaO/L ; Température = 66.38°C ; Temps = 203 min

Annexe 31 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	60.5
Cendres	0.58 g % brix
Coloration	1249.8 ICUMSA
pH	6.5

Annexe 32 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	3.8	10.6
30	3.0	10.4
60	2.2	10.2
90	1.6	9.9
120	1.3	9.8
150	0.8	9.6
180	0.4	9.4
203	0.1	9.1

Annexe 33 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.1 g de CaO/L
Brix	73
Cendres	0.8 g % brix
Coloration	740 ICUMSA
Taux de décoloration	40.79 %

11. Alcalinité = 3.8 g de CaO/L ; Température = 78.62°C ; Temps = 247 min

Annexe 34 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	61.9
Cendres	0.35 g % brix
Coloration	1142.41 ICUMSA
pH	7.3

Annexe 35 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	3.8	10.5
30	2.9	10.3
60	2.4	10.1
90	1.8	9.8
120	1.1	9.4
150	0.8	9.2
180	0.5	9.1
210	0.3	9.0
247	0.1	8.9

Annexe 36 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.1 g de CaO/L
Brix	69.7
Cendres	0.8 g % brix
Coloration	889.72 ICUMSA
Taux de décoloration	22.12 %

12. Alcalinité = 7.5 g de CaO/L ; Température = 72.5°C ; Temps = 225 min

Annexe 37 : Tableau des paramètres de la refonte brute

REFONTE BRUTE	
Alcalinité	0 g de CaO/L
Brix	60.5
Cendres	0.91 g % brix
Coloration	1325.7 ICUMSA
Ph	7.2

Annexe 38 : Tableau du suivi de l'alcalinité et pH de la refonte brute au cours de la carbonatation

Temps (minutes)	Alcalinité (g de CaO/L)	pH
0	7.5	10.9
30	6.4	10.7
60	5.2	10.6
90	4.5	10.4
120	3.6	10.2
150	2.6	10.0
180	1.7	9.8
210	0.8	9.5
225	0.3	9.1

Annexe 39 : Tableau des paramètres de la refonte brute carbonatée filtrée

REFONTE CARBONATEE	
Alcalinité	0.3 g de CaO/L
Brix	71.6
Cendres	0.87 g % brix
Coloration	799.39 ICUMSA
Taux de décoloration	39.7 %