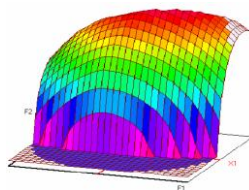




Année Universitaire : 2014-2015



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

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

Titre : Modélisation des mécanismes de la
carbonatation par l'ACP

Présenté par:

KITOU Zaineb

Encadré par:

- Mr OUTIFA Soufiane
- Mr EL HADRAMI El Mestafa

COSUMAR CASA
FST Fès

Soutenu Le 23 Juin 2015 devant le jury composé de:

- Mr EL HADRAMI El Mestafa
- Mr EL ASRI Mohammed
- Mr IHSSANE Bouchaib



Dédicace

✍ *A mes chers parents* : Aucun mot, aucune dédicace ne peut compenser vos sacrifices que vous avez fournis pour mon bien-être et mon confort.

Merci Parents

✍ *A mes sœurs et mes frères* : trouvez dans ce rapport tous les sentiments de fraternité que je porte pour vous.

✍ *A toute ma grande famille* à Casablanca et à Fès.

✍ *A mes chers petits* : ADAM WIAM NADA INASS

✍ *A tous les professeurs et les étudiants* de la faculté des sciences et techniques Fès.

✍ *A tous ceux ou celles que j'ai rencontré*, et qui m'ont marqué par leur conduite et leur savoir-vivre.

✍ *A tous ceux ou celles que j'ai oublié*, qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance.



Remerciement

Soyons reconnaissants aux personnes qui nous donnent
du bonheur ; elles sont les charmants jardiniers
par qui nos âmes sont fleuries.

Marcel Proust

Le temps met tout en lumière.

Thalès

Le seul moyen de se délivrer d'une tentation, c'est d'y céder paraît-il ! Alors j'y cède en disant un grand Merci aux personnes qui ont cru en moi et qui m'ont permis de concrétiser mes ambitions.

Je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements à Monsieur le Professeur EL HADRAMI pour l'attention particulière dont il a fait preuve à mon égard. C'est grâce à ses remarques, suggestions et conseils, mais également grâce à sa disponibilité, que j'ai pu mener à bien ce travail malgré ses nombreuses responsabilités. J'espère avoir été digne de la confiance qu'il m'ait accordé et que ce travail soit finalement à la hauteur de ses espérances. Quoi qu'il en soit, j'ai beaucoup appris à ses côtés et je suis très honoré de l'avoir eu pour encadrant.

Je prends aussi un réel plaisir à remercier chaleureusement tous les membres du jury de me faire bénéficier de leurs conseils et leurs compétences, soulignant ainsi l'intérêt qu'ils portent à mon travail.

Un grand merci à Monsieur le professeur El.ASRI pour sa modestie et son enthousiasme à aider les étudiants dans leur parcours, qui méritent d'être soulignés.

Au terme de ce rapport, effectué au sein de la société **COSUMAR** je tiens à remercier Monsieur Soufiane OUTIFA « responsable raffinage » pour l'accueil l'encadrement, l'écoute et ainsi que pour sa collaboration, ses explications et ses conseils et pour avoir mis tous les moyens qui m'ont facilité l'intégration.

Je ne saurais terminer sans remercier et adresser toute ma gratitude à toutes les personnes qui ont créé un climat sympathique pour m'aider à réaliser ce travail.

Merci



Liste des abréviations

ICUMSA	: international Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis
COSUMAR	: Compagnie Sucrière marocaine de raffinage
CaCO₃	: carbonate de calcium
pH	: potentiel d'hydrogène
E1	: Entrée de la 1 ^{er} Chaudière
S1	: Sortie de la 1 ^{er} chaudière
Conduc	: Conductivité
T1	: Température 1 ^{er} chaudière
T3	: Température 3 ^{ème} chaudière
FC	: la fonte commune
T FC	: Température de la fonte commune
T F	: Température de filtration
P gaz	: pression de gaz
Bx FC	: brix de la fonte
Color FC	: coloration de la fonte commune
Jet	: coloration du 2 ^{ème} jet
Color CF	: coloration de la commune filtrée
TTM	: Termamyl
Dp	: différence de pression



Liste des tableaux et figures

- **Chapitre 1**

Figure 1 : Organigramme de la société COSUMAR

Figure 2 : les produits de la COSUMAR

Tableau 1 : Fiche technique de la COSUMAR.

- **Chapitre 2**

Figure 1 : structure chimique du saccharose

Figure 2 : stockage de sucre brut

Figure 3 : colonne de décoloration

Tableau 1 : principaux composants des cendres de sucre brut.

- **Chapitre 3**

Figure 1 : la carbonatation à COSUMAR

Figure 2 : les filtres DIASTAR.

- **Chapitre 4**

Tableau 1 : Historique des pertes

- **Chapitre 5**

Figure 1 : diagramme d'Ishikawa.

Figure 2 : matrice de corrélation

Figure 3 : Cercles de corrélations sous les deux premières composantes principales.

Figure 4 : Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales.

Tableau 1 : Analyse des causes probables et solutions proposés.

Tableau 2 : Facteurs à suivre et fréquence de prise de données.



Sommaire

Dédicace	2
Remerciement.....	3
Liste des abréviations	4
Liste des tableaux et figures	5
Introduction	8
CHAPITRE I : Présentation générale de la société	9
I. Présentation de la compagnie sucrière marocaine de Raffinage (COSUMAR)	10
1. Carte d'identité	10
2. Situation géographique.....	10
3. Historique	10
4. Fiche technique	11
5. Organigramme.....	12
6. Données générales.....	12
Chapitre 2 : Généralité sur le sucre et procédé de raffinage.....	14
I. Généralités sur le sucre	15
1. Les plantes Saccharifères	15
2. Composition du sucre.....	15
3. Les propriétés physiques du sucre.....	17
II. Raffinage du sucre	18
1. Réception et stockage du sucre brut	18
2. Affinage du sucre brut.....	19
3. L'épuration	19
4. L'évaporation	21
5. La cristallisation	21
Chapitre 3: moyens et méthodes.....	23
I. Chimie de l'épuration	24
1. Le cycle de la chaux	24
2. Mécanismes physico chimiques mis en jeu lors de la réaction de la carbonatation. 24	
3. L'analyse en composantes principales (ACP).....	25
II. Description de la station.....	26
1. Epuration	26
Chapitre 4 : présentation du sujet	29
Problématique.....	30



Chapitre 5 : Résultats et Discussions.....	32
I. Diagramme cause effet	33
II. Analyse des résultats.....	33
III. Les paramètres influençant la carbo-filtration.....	34
IV. Analyses et prélèvements effectuées	36
V. Analyse de données	37
1. Traitement des données par ACP	37
2. Etude de la corrélation.....	38
3. Réalisation de l'ACP	39
4. Conclusion de l'étude.....	Erreur ! Signet non défini.
Conclusion générale et perspectives.....	42
Références	44
Annexes	45



Introduction

L'industrie sucrière est l'une des plus anciennes industries agro-alimentaires, de mieux en mieux organisée, cette industrie mobilise d'importants secteurs industriels notamment les sucreries qui produisent le sucre brut à partir de betterave ou de canne à sucre et les raffineries qui transforment le sucre brut en sucre raffiné.

Le sucre est l'une des principales composantes des denrées alimentaires à côté de l'huile et des céréales, au Maroc la consommation annuelle est d'environ 20Kg par personne.

L'industrie sucrière fait partie des industries alimentaires les plus importantes. La Compagnie Sucrière Marocaine de Raffinage **COSUMAR** à elle seule, produit vers les 3000 tonnes de sucre raffiné par jour.

COSUMAR s'est installée dans la modernité en adoptant un processus de fabrications relevant d'une grande technologie.

La carbo-filtration est une étape clé dans le processus du raffinage qui consiste à former un précipité et le filtrer afin d'épurer le sirop avant sa cristallisation. Les réactions de précipitation dans un réacteur hétérogène tri-phasique et le grand nombre de paramètres mis en place caractérisent ce procédé par une grande variabilité dans son fonctionnement.

L'objectif de ce présent travail est de modéliser ce procédé, une première partie sera consacrée à la compréhension du fonctionnement de la carbonatation et la définition des paramètres éventuellement influençant.

Une deuxième partie sera réservée à l'élaboration d'un suivi de tous les paramètres pour constituer une base de données.

Cette base de données sera exploitée dans la troisième partie pour la recherche de corrélation et la modélisation par ACP.



CHAPITRE I : Présentation générale de la société



I. Présentation de la compagnie sucrière marocaine de Raffinage (COSUMAR)

1. Carte d'identité

La COSUMAR est une société anonyme au capital de 419 105 700Dhs, dont l'objectif est le raffinage du sucre brut, le conditionnement et la commercialisation du sucre raffiné.

2. Situation géographique

Elle est située au quartier industriel des Roches Noires et s'étend sur une superficie de 20 hectares, laissant au Nord l'océan atlantique, à l'Est le quartier Ain Sebâa, au Sud Hay Mohammady, et à l'Ouest les Roches Noires.

3. Historique

La compagnie Sucrière Marocaine a été fondée en avril 1929 sous le sigle «COSUMA» par la société SAINT-LOUIS de Marseille. En 1932, sa capacité de production journalière atteignait les 100 tonnes. Son évolution s'est réalisée comme suit:

- 1er janvier 1967, des accords entre l'Etat marocain et COSUMA ont donné naissance à COSUMAR (Compagnie de Sucrierie Marocaine et de Raffinage). La participation de l'Etat à hauteur de 50% du capital a permis d'atteindre une production journalière de 900 tonnes.
- En 1985, L'ONA «Omnium Nord-Africain» prend le contrôle du capital de COSUMAR avec 55,48%, le reste étant détenu par d'autres actionnaires.
- En 1993, la COSUMAR absorbe les sucreries de Doukkala (Zemamra et Sidi Bennour), dont elle détenait déjà une part significative.
- 2002 : Passage en blanc de la sucrerie de Sidi Bennour (production de sucre granulé destiné à la consommation directe).
- 2005 : COSUMAR devient l'Opérateur national de l'industrie sucrière par l'acquisition des participations détenues par l'Etat dans le capital des quatre sociétés sucrières nationales SURAC, SUTA, SUCRAFOR et SUNABEL.
- 2007 : COSUMAR intègre l'Organisation Internationale du Sucre (ISO).
- 2008 : Poursuite du projet de modernisation et d'extension de la raffinerie de Casablanca, lancé à la fin de 2007.
- 2010 : Modernisation des unités de traitement des plantes sucrières et la raffinerie de Casablanca.
- 2012 : Un système de management intégré SMI Qualité Sécurité Environnement conformément aux normes ISO en vigueur, a été mis en place.
- 2013 : SNI cède 27,5% à WILMAR INTERNATIONAL et 26 % aux investisseurs marocains.



4. Fiche technique

Le tableau ci-dessous présente la fiche technique de la société COSUMAR où ce stage s'est déroulé.

Raison sociale	COSUMAR (compagnie sucrière marocaine et de raffinage)
Forme juridique	S.A (Société anonyme)
Secteur d'activité	Production de sucre
Siège social	8 Rue El Mouatamid Ibnou Abbed Roches noirs, Casablanca, Maroc
Téléphone	(0522) 67 83 00
Fax	(0522) 24 10 71
E-mail	contact@COSUMAR.co.ma
Site web	www.COSUMAR.co.ma
Registre de commerce	Casa 30007
Chiffre d'affaire	4 Milliards de Dirhams
Identification fiscale	01 64 03 53
Capital	419 105 700 Dirhams
TVA	616 051
CNSS	192 800 3
Implantation	5 sociétés
Effectif	3000 collaborateurs
Amont agricole	80000 agriculteurs
Superficie agricole	90000 hectares
Capacité de production	3000 tonnes de sucre raffiné par jour

Tableau 1 : fiche technique de la COSUMAR

5. Organigramme

Le schéma ci-dessous donne l'organigramme de la société.

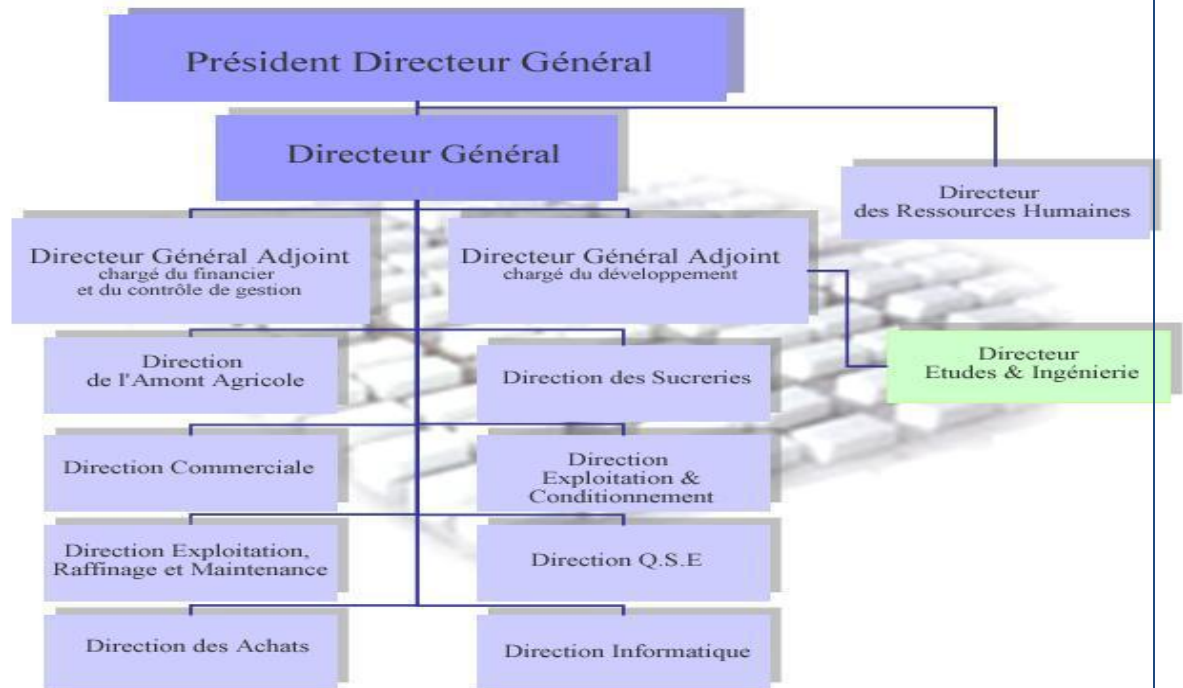


Figure 1 : organigramme de la COSUMAR

6. Données générales

a) Matière première

La matière première est constituée du sucre brut extrait de la canne à sucre importé principalement du Brésil, de l'Australie et de l'Afrique du sud

b) Production annuelle

En 2012, la raffinerie de Casablanca a produit 904 722, 227 t de sucre raffiné, ce qui permet à COSUMAR la satisfaction d'environ 73,84% des besoins du marché national.

c) Energie

La COSUMAR est autonome du point de vue énergie, car elle produit la quasi-totalité de ses besoins en énergie grâce à sa centrale thermique produisant une moyenne de 2400 tonnes de vapeur par jour à l'aide des chaudières à haute pression, cette vapeur est utilisée pour tourner les turbo-alternateurs dans le but de produire de l'énergie électrique.

d) Produits finis

La capacité de production de la COSUMAR est de 900000 tonnes par année du sucre blanc sous quatre formes réparties comme suit :



- **31,60%** sous forme de pain de sucre
- **11,59%** sous forme de lingots
- **1,95%** sous forme de morceaux
- **54,85%** sous forme de granulés dont 44,13% en sacs de 50 Kg et 10,72% en sachet de 2 Kg.

En plus, la COSUMAR produit également de la mélasse utilisée dans la production d'alcool et des levures ou comme aliment de bétail.

e) Les produits de la COSUMAR

Le Groupe COSUMAR propose une large gamme de sucre sous les formes suivantes:

- ✓ **Pains de sucres** : Il est commercialisé sous forme de pain de 2Kg et en cartons de 20 et 24Kg.
- ✓ **Sucre en lingots et morceaux** : Il est commercialisé en boîte de 1 kg et en fardeaux de 5kg.
- ✓ **Sucres granulé en sachets** : le granulé est commercialisé en sachets de 2 kg regroupés par 6, 12 ou 15 et sacs de 50 Kg s'adaptant ainsi à chaque installation de réception et de stockage des clients utilisateurs.



Figure 2 : les produits de la COSUMAR



Chapitre 2 : Généralité sur le sucre et procédé de raffinage



I. Généralités sur le sucre

Le sucre est un produit alimentaire d'origine végétale, composé pour l'essentiel de saccharose, et diverses substances naturelles appartenant à la classe des glucides responsables d'une des quatre saveurs gustatives fondamentales (le sucré).

Le saccharose est présent dans toutes les plantes contenant de la chlorophylle. Le sucre est produit industriellement à partir de la canne à sucre et de la betterave sucrière. D'autres végétaux contiennent une quantité importante de sucre extraite sous forme de sirop :

- l'érable
- le palmier-dattier (sucre de palme avec la sève, sucre de datte)

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

Le saccharose : le sucre blanc, que nous consommons.

Le sucre inverti : Extrait des fruits et du miel, il se détruit partiellement et brunit vite pendant le travail.

Le sucre est largement répandu dans le monde végétal : on le trouve dans les tiges de toutes les herbes et les racines des légumes telles que : Carottes, navets, betteraves et même dans la sève de nombreux arbres comme les palmiers.

1. Les plantes Saccharifères

1.1 La canne à sucre

C'est une plante vivace dont la production est assurée par bouture. Ses différentes parties sont : les racines, les feuilles et la tige qui forme un tube d'écorce dur remplie de fibres plus tendres, où se trouve le sucre. Cette tige peut atteindre 4 à 5 m de hauteur pour 3 à 6 cm de diamètre avec une richesse en sucre entre 13 et 18 %. Son aire de culture se trouve dans les régions tropicales apportant une chaleur et forte humidité pour la croissance. La récolte est généralement annuelle.

2.1 La betterave

L'une des principales sources du saccharose, elle apparaît à la famille des chénopodiacées c'est une plante bisannuelle, Elle se présente sous la forme d'un bambou pouvant atteindre une hauteur de 1,50 à 3m et un diamètre de 12 à 15cm. Il s'agit d'une plante cultivée dans les zones tempérées et ses principaux producteurs sont l'Inde, l'Indonésie et l'Amérique centrale.

2. Composition du sucre

Le sucre brut provient de la cristallisation du saccharose dans une eau mère impure : sirop de canne ou de betterave. Les cristaux de saccharose de haute pureté sont entourés de film

d'eau mère, de basse pureté, adhérant à ces cristaux et contenant la plupart des impuretés, cependant, certaines impuretés se trouvent incluses dans le cristal lui-même.

On définit le sucre brut par sa composition qui comprend :

- Le sucre ou saccharose : de formule brute ($C_{12}H_{22}O_{11}$), de densité 1,6 et de poids moléculaire 342 g/mol. C'est un disaccaride formé de glucose et fructose (figure 3).

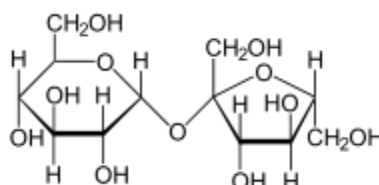


Figure 5 : structure chimique du saccharose

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

- Les cendres : ce sont des matières minérales incluses dans les cristaux du sucre. Le tableau 1 résume ses principaux composants.

Composant	Calcium	Fe et AL	Carbonates	Chlorures	Silice	Sulfates	Potassium	Sodium	Magnésium	Phosphates
Teneur en %	10	3	11	22	2	21	25	1	3	2

Tableau 2 : principaux composants des cendres de sucre brut

- Les non sucres : ou matières organiques comprennent :
 - Des acides organiques libres.
 - Des produits de la décomposition du saccharose provenant de la fabrication du sucre brut.
 - Des gommes, des résines et de la cellulose.
 - Des microorganismes (moisissures, gazogènes...) et des matières colorantes.

- Les sucres réducteurs ou glucose :

Ils désignent l'ensemble des sucres réducteurs. En effet, le glucose ne peut pas se cristalliser comme le saccharose.

Deux des sucres incristallisables les plus répandus en raffinerie sont :

- ✚ Le lévulose.
- ✚ Le dextrose.

A l'état pur, ils se présentent sous forme de poudres blanches à saveur douce et en particulier le lévulose. Ils ont une formule chimique brute commune : $C_6H_{12}O_6$ et leur poids moléculaire est de 180g/mol.



Le dextrose existe dans un grand nombre de fruits et dans le raisin en particulier, ce qui lui a donné le nom de sucre de raisin.

Les efflorescences, ou la poudre blanche, qui se forment sur certains fruits secs ne sont pas autre chose que du glucose. Il est rarement pur, il se présente le plus souvent associé au lévulose et au saccharose, ce qui justifie leur présence dans les sucres bruts.

Le glucose est soluble dans l'eau bouillante en toutes proportions et se dissout assez bien dans l'alcool. En principe, deux parties et demie de glucose produisent presque la même saveur sucrée qu'une partie de saccharose. La fonction aldéhydique qu'il renferme, c'est-à-dire la faculté de retirer l'hydrogène à un alcool et de le rendre volatil, lui donne des propriétés réductrices.

Par hydrolyse du saccharose, c'est-à-dire par inversion ou mieux par décomposition des molécules du saccharose, les sucres réducteurs constituent alors le sucre inverti qui se trouve dans les fruits et le miel, il se détruit partiellement et brunît très facilement.

➤ L'eau : tout corps, qui n'est pas déshydraté renferme de l'eau.

La détection de ces éléments chimiques demande un travail très précis par le laboratoire industriel. En effet, ces éléments peuvent être considérés comme paramètres de qualité, qui détermine la valeur commerciale du sucre.

3. Les propriétés physiques du sucre

- La cristallisation

La molécule de saccharose a huit groupes hydroxyles qui peuvent tous être impliqués dans la formation de liaisons hydrogène. En solution aqueuse suffisamment diluée, tous les groupes hydroxyles forment des liaisons hydrogène avec les molécules d'eau. Lorsque la concentration de la solution augmente, la grande flexibilité de la liaison entre les molécules de glucose et fructose favorise l'apparition d'une structure présentant des liaisons intramoléculaires; c'est le phénomène d'agrégat.

- La pureté

C'est la quantité de sucre en gramme contenue dans 100g de matière sèche. Elle s'élève généralement à plus de 99,9%, ce qui fait du sucre l'ingrédient de base le plus pur qui soit.

- La solubilité

C'est le rapport représentant la quantité de sucre dissous dans l'unité de poids d'eau. La structure spécifique de la molécule du saccharose (8 groupements hydroxyles, 3 atomes d'oxygène hydrophiles et 14 atomes d'hydrogène) favorise la formation de liaison hydrogène avec les molécules d'eau et l'hydratation des molécules de saccharose, ce qui est à l'origine de la dissolution aisée du saccharose dans l'eau. Cette solubilité est fonction de la

température, de la quantité et de la nature des autres molécules présentes en solution (impuretés et non sucres).

- à 160°C : il y a fonte des cristaux et donc son inversion en glucose qui est non cristallisable.
- à 190°C : il y a coloration accompagnée d'une déshydratation donnant ainsi le caramel.
- à 220°C : il y a décomposition en charbon de sucre.

- **La viscosité**

La viscosité est la résistance opposée par un liquide à un déplacement. C'est le reflet des propriétés de déplacement des molécules du saccharose en milieu aqueux. Elle est influencée par la température, la concentration du soluté et par la matière en suspension.

Elle est plus grande lorsque :

- ✓ Le liquide est plus dense (Brix plus élevé)
- ✓ La pureté est plus basse (Cas de la mélasse et égout).

II. Raffinage du sucre

La COSUMAR a pour activité de base le raffinage qui est le procédé qui permet d'obtenir à partir du sucre brut, un sucre raffiné le plus pur possible. C'est donc l'ensemble des opérations qui permettent l'élimination des impuretés minérales ou organiques, superficielles ou à l'intérieur du cristal.

1. Réception et stockage du sucre brut

A sa réception par camions ou par trains de marchandises venant du port de Casablanca, le sucre brut est transporté vers les silos de capacité de 75000 tonnes pour être stocké. Après sa pesée, il sera acheminé vers la station d'affinage via des bandes transporteuses pour subir le procédé de raffinage.



Figure 3 : stockage de sucre brut



2. Affinage du sucre brut

L'affinage est une opération qui a pour but de débarrasser les cristaux de sucre brut d'impuretés qui les entourent (impuretés externes).

Le sucre brut issu du silo de stockage passe par un aimant et un tamis vibreur dans le but d'extraire respectivement les débris métalliques et les grosses particules. Deux étapes sont nécessaires pour la réalisation de cette opération : l'empâtage et la fonte.

- L'empâtage : Cette première étape vise à éliminer, par frottement les impuretés externes qui entourent la surface des cristaux. Après le tamisage, le sucre brut est déversé dans une vase reliée à un empâteur d'une capacité de 270 hl, muni d'un système d'agitation.

L'empâteur est muni d'une double enveloppe permettant la circulation de la vapeur pour maintenir la température du mélange entre 50 et 55°C. Le sucre brut est donc mélangé avec un sirop (égout riche) d'un brix de 72 et d'une température de 70°C, et ce pour obtenir une pâte dite masse cuite d'empâtage. Ce mélange est réglé de façon à obtenir un brix de 90 – 92 dans des conditions de température de 50°C et un pH de 8,2

- La fonte : Cette étape est réalisée dans trois fondoirs, Le premier fondoir contient une quantité de commune non carbonatée avec l'eau sucrée passant par le premier échangeur pour atteindre une température de 60°C et un Brix de 65% et revient au même fondoir. Ensuite, cette commune passe vers le deuxième fondoir à une température de 70°C puis elle est dirigée vers le troisième fondoir pour faciliter l'extraction des impuretés internes durant l'étape qui va suivre qui est l'épuration

3. L'épuration

L'épuration consiste à éliminer les impuretés incluses dans le sucre affiné, en ajoutant certains produits à la fonte pour rassembler les impuretés et faciliter la filtration.

- **La carbonatation**

C'est le procédé de précipitation de carbonates de calcium (CaCO_3) dans la fonte, ce précipité de propriétés d'absorption entraînera la plupart des matières organiques et certaines impuretés. Il est obtenu par réaction entre l'acide carbonique « H_2CO_3 » et le lait de chaux « $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ».

Les carbonate de calcium servent comme adjuvant de filtration permettant de :

- Rassembler les gommages et résines.
- Enlever quelques cendres.
- Décolorer le sirop jusqu'à 60 %.



- **La filtration**

Le but de la filtration est d'éliminer les matières non dissoutes contenues dans la commune carbonatée. La filtration se fait dans une installation de huit filtres à poches de type Diastar. Les poches enveloppées d'une toile de filtration qui ne laisse passer que le sirop, alors que le carbonate de calcium s'accumule entre les toiles filtrantes, en formant un gâteau d'une certaine épaisseur. **L'étape d'épuration sera plus détaillée par la suite**

- **La décoloration**

Les matières colorantes exercent un effet négatif sur le processus technologique et sur la qualité du produit fini. C'est pourquoi une opération de décoloration s'avère nécessaire. Cette opération permet l'élimination des matières colorantes restant dans la commune filtrée qui n'étaient pas éliminées au niveau de la carbonatation

La COSUMAR utilise la technique de l'échange d'ions vu l'intérêt que pouvait présenter cette technique en tant qu'opération unitaire du génie chimique pour la purification du saccharose d'une façon plus efficace, plus automatique, plus économique et moins polluante. La station de la COSUMAR renferme deux séries, chaque série regroupe trois colonnes :

- La série 100 renferme les colonnes 103, 104 et 105.
- La série 200 renferme les colonnes 203, 204 et 205.

Chaque colonne est divisée en deux compartiments (bas et haut) et chaque compartiment contient deux résines :

- Résine échangeuse d'anions
- Résine inerte ou copolymère qui évite le passage de la résine échangeuse avec la commune et par suite le blocage des crépines par la résine anionique.

Le travail des colonnes se fait de la façon suivante :

- ✚ La première colonne est en production.
- ✚ La deuxième en finition.
- ✚ La troisième en régénération ou en attente.

La décoloration se produit au contact du sirop avec les résines, le sirop entre dans la colonne par le bas vers le haut, on obtient de la « raffinade ». Pendant la phase de décoloration, la résine se charge en matières colorantes et en anions divers, elle se sature au cours du temps. Il est nécessaire d'extraire les impuretés ainsi retenus, pour cela on fait une régénération à contre courant, on a deux type de régénération :

- ✚ Régénération basique par un mélange de la saumure (NaCl et NaOH), elle se fait au cours de chaque cycle.
- ✚ Régénération acide à l'aide de l'acide chlorhydrique (HCl), elle se fait après dix cycles.

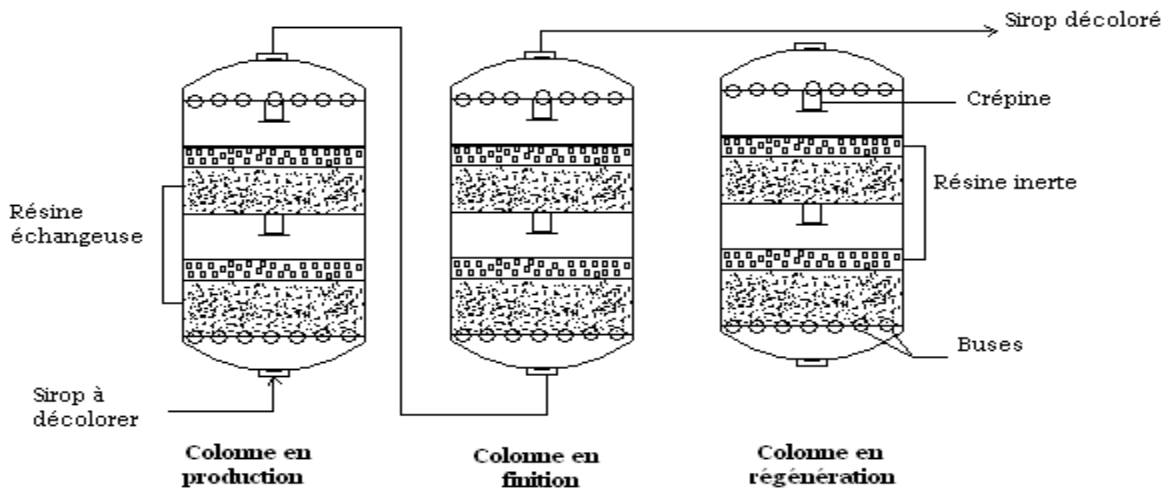


Figure 4 : colonne de décoloration

4. L'évaporation

L'évaporation est une concentration par voie thermique. Cette étape a pour but de concentrer et augmenter le brix du sirop venant de la décoloration en le réchauffant et l'évaporant pour le préparer à l'étape suivante qui est la cristallisation. A la sortie des colonnes, la raffinade (sirop décoloré) se trouve avec une pureté de l'ordre 99.5% et un brix de 63, à ce niveau, elle est prête à être cristallisée, mais il est intéressant dans un souci d'économie d'énergie d'évaporer une quantité d'eau afin d'augmenter son brix de 63 à 74 avant de commencer la cristallisation.

5. La cristallisation

Le but de la cristallisation est de créer des gros cristaux de tailles variant de 500 μ m et 800 μ m avec une grande pureté dans des appareils à cuire appelés cuite. Elle s'effectue en plusieurs phases :

- **Départ du cycle :** Les bacs avant cuites doivent être à 60 % de niveau.
- **Phase de remplissage et de concentration :** la cuite est remplie jusqu'à environ 20cm au-dessus de la plaque tubulaire, (le volume introduit doit être suffisant pour qu'à la fin de concentration le faisceau soit encore recouvert). Puis l'évaporation démarre en ouvrant progressivement la vanne de la vapeur tout en gardant le vide à la valeur voulue, l'agitateur démarre alors à grande vitesse. Cette première phase de formation du pied de cuite est terminée lorsque la sursaturation convenable pour le grainage est atteinte.
- **Phase de grainage :** Le grainage se fait parensemencement à 80% de brix, cette méthode consiste à porter le pied de cuite à une faible sursaturation, puis on introduit en évitant toute entrée d'air, une quantité suffisante de saccharose sous forme de poudre.
- **Phase de grossissement :** C'est la phase où les microcristaux de la semence grossissent assez vite dans le plus petit volume disponible pour une cristallisation en



mouvement. Dans cette phase, il faut que la sursaturation ne varie pas pendant 15min (le temps de faire grossir suffisamment les cristaux).

- **Phase de montée ou de nourrissage** : Elle a pour objectif de faire grossir rapidement les petits cristaux formés au moment du grainage tout en évitant d'en refondre une partie ou d'en former de nouveaux. Dans cette étape, la sursaturation doit être maintenue à une certaine valeur pour que les cristaux se nourrissent régulièrement sans qu'il y ait formation de nouveaux germes.
 - **Phase de serrage** : C'est la phase finale de la cuisson, il a pour but d'améliorer le rendement en cristaux et mieux épuiser l'égout mère (sirop contenu dans la masse cuite). Le serrage se fait par fermeture de la vanne d'alimentation en sirop, mais les vannes de vide et de la vapeur restent ouvertes pour évaporer le sirop.
 - **Phase de coulée et de dégraissage** : Une fois le brix final est atteint, le mouvement de l'agitateur s'arrête, on ferme l'entrée de la vapeur, du vide et la conduite du Condensat, on casse le vide et on passe à la vidange de la masse cuite dans le malaxeur, ensuite, on rince l'appareil à la vapeur.
- Le malaxage : La masse cuite à la sortie de la cuite est déversée dans un bac de malaxage qui permet une agitation régulière. Durant cette période, la masse cuite refroidit et les cristaux achèvent leur grossissement.
- Le turbinage : Ce sont des centrifugeuses discontinues automatiques de capacité de 1750 kg. Elles sont munies d'un moteur situé à la partie supérieure, commandant un arbre vertical portant une cuve cylindrique (panier) destinée à recevoir la masse cuite à turbiner. Le panier est garni de toiles métalliques servant à retenir le sucre tout en laissant passer l'égout.
- Séchage et refroidissement : Le sucre blanc que décharge la station de cristallisation contient entre 0,1 et 1% d'eau et qui est à une température de 60°C. Cette eau se trouve essentiellement à la surface du cristal sous forme de solution de saccharose saturé de pureté élevée.
- Stockage dans les silos : Le stockage de sucre est réalisé dans des conditions où l'humidité de l'air est contrôlée. Ces conditions permettent au sucre d'atteindre l'équilibre souhaité. En effet, pour s'assurer que le sucre peut être emballé, il est gardé pendant 24-72 heures dans le silo sous l'écoulement d'air conditionné.



Chapitre 3: moyens et méthodes



I. Chimie de l'épuration

Le sirop a un aspect noir et grisâtre. Il contient des particules en suspension et il est difficile de les filtrer car elles collent aux filtres et le jus filtré ne serait pas clair d'où l'intérêt de passer par l'étape de l'épuration du sucre.

Parmi les nombreuses substances proposées pour l'épuration des sirops seuls la chaux et le gaz carbonique ont été universellement utilisés. Ces produits sont exploités depuis plus d'un siècle car ils sont bon marché, accessibles, non toxiques et leur action est assez efficace. Le principal objectif de l'épuration calco-carbonique est l'élimination des non sucres dont la présence rendrait difficile les étapes ultérieures de la fabrication.

1. Le cycle de la chaux

- *Chaulerie (préparation du lait de chaux)*



- *Solubilité de la chaux*

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

2. Mécanismes physico chimiques mis en jeu lors de la réaction de la carbonatation

L'action de la chaux et du gaz carbonique s'exerce par les 4 mécanismes suivants :

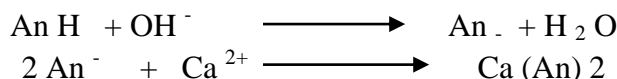
- la précipitation
- la floculation - coagulation
- la dégradation
- l'adsorption

- **La précipitation**

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

- **La floculation-coagulation**

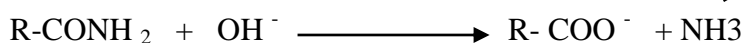
Pour une fonte de pH basique. Elle contient des ions calcium Ca^{++} (cations) dont les charges positives sont comme deux mains tendues vers d'éventuelles charges négatives. Les réactions de coagulation et de floculation font appel à la fois à l'alcalinité (ion OH^-) et à la présence des ions actifs Ca^{2+}



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

- **La dégradation**

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



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

- **L'adsorption**

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

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

L'adsorption est la seule réaction dont l'effet est proportionnel à la quantité de chaux.

3. L'analyse en composantes principales (ACP)

La description des liaisons entre deux variables par des techniques statistiques bidimensionnelles conduit à se poser la question de la représentation simultanée de données en dimension plus grande que 2. Quelle graphique permettrait de "généraliser" le nuage de points tracé dans le cas de deux variables permettant d'aborder la structure de corrélation présente entre plus de 2 variables. L'outil utilisé est alors l'analyse en composantes principales.

- **Principe de l'ACP**

L'ACP consiste à remplacer une famille de variables par de nouvelles variables de variance maximale, non corrélées deux à deux et qui sont des combinaisons linéaires des variables d'origine. Ces nouvelles variables, appelées composantes principales, définissent des plans factoriels qui servent de base à une représentation graphique plane des variables initiales. L'interprétation des résultats se restreint généralement aux deux premiers plans factoriels, sous réserve que ceux-ci expliquent la majeure partie de la variance du nuage des variables initiales.



- **Interprétation des résultats de l'ACP**

En ACP normée, les variables projetées sur chaque plan factoriel se trouvent à l'intérieur d'un cercle de rayon unité. Plus une variable est projetée vers le bord du cercle, mieux elle est représentée. Par ailleurs, deux variables bien représentées et proches l'une de l'autre sont corrélées positivement tandis que deux variables qui s'opposent sont corrélées négativement. Une orthogonalité entre deux variables traduit l'absence de corrélation linéaire. Notons que l'ACP ne mesure que des liens linéaires entre variables avant de conclure sur l'existence ou l'absence de relations entre variables, il est donc utile d'examiner l'allure de leurs nuages de corrélation.

II. Description de la station

Le travail a été réalisé au sein de la station d'épuration à la COSUMAR Casablanca.

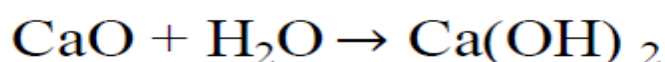
1. Epuration

C'est une étape qui a pour but l'élimination des impuretés internes contenus dans le sirop arrivant de la station de l'affinage qui contient en plus du saccharose, des matières organiques responsables sur la coloration ainsi que des cendres (Al, Mg....) qui influencent sur la pureté.

1.1 La carbonatation

Cette opération se fait dans trois chaudières à carbonater, de capacité 60, 55 et 50 m³, installées en série. La commune non carbonatée provenant de la station d'affinage est amenée vers les chaudières à une température de 71°C, au-delà de cette limite le saccharose pourrait se détruire.

Dans la conduite d'alimentation de la première chaudière, on injecte le lait de chaux déjà préparé selon la réaction suivante :



Après le chaulage (ajout du lait de chaux), le pH du sirop varie entre 11 et 11.5.

Dans la première chaudière 60% du gaz carbonique entre en action, à travers des vannes de régulation située en haut, ce qui facilite et prolonge le plus possible le contact entre le CO₂ et la fonte dans les chaudières suivantes. Le gaz provenant des chaudières à vapeur de la centrale contient 13 à 14 % de CO₂, est utilisé pour :

- Neutraliser la chaux excédentaire afin d'abaisser le pH de la fonte aux environs de 8,5 à 8,7.
- Produire des cristaux de CaCO₃ qui serviront de supports de filtration.
- Adsorber les colorants sur le **CaCO₃** naissant, et permettre une bonne filtration.



La carbonatation est une réaction exothermique qui provoque un dégagement de vapeur d'eau qui se mélange au gaz en excès, La quantité du CaCO_3 formée varie en fonction de la vitesse de dissolution du CO_2 . Dans la première chaudière la concentration de la chaux passe de 6 g/l à 3,8 g/l, à la sortie de la troisième chaudière la concentration de CaO vaut 0.06 g/l.

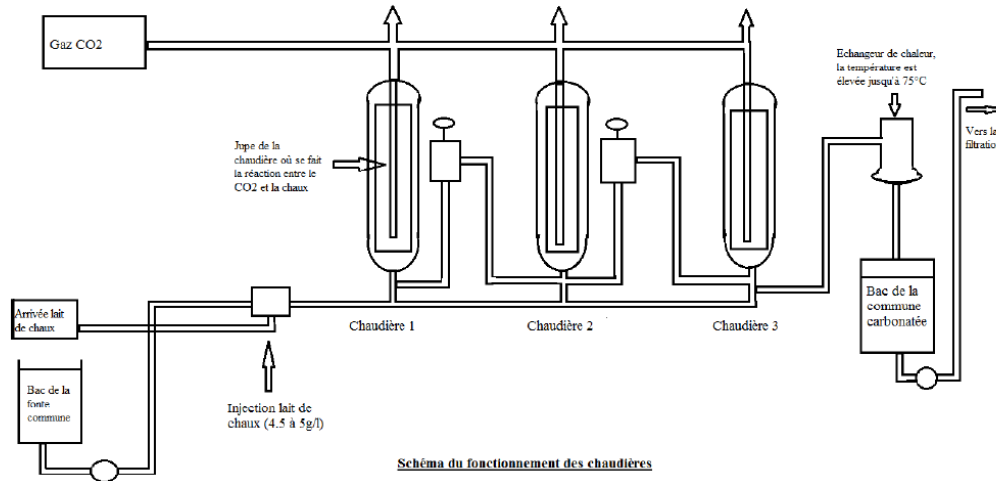


Figure 6 : la carbonatation a COSUMAR

- A la fin de la carbonatation, le sirop obtenu est appelé « *une commune carbonatée* ». Il sort avec un Brix de 63 et un pH de 8.5.
- A la sortie de la dernière chaudière, la Commune carbonatée est visqueuse d'où l'intérêt de passer le mélange dans un échangeur thermique pour augmenter sa température à 90°C pour faciliter la filtration.
- En cas de présence d'un taux d'amidon élevé, il y'a ajout d'un réactif enzymatique appelé le Thermamyl avant le chaulage, assurant la dégradation d'amidon.
- Le CaCO_3 formé a pour but l'adsorption des impuretés internes de la fonte commune.

2.1 La filtration

La filtration à COSUMAR se fait dans la même station que la carbonatation sur 6 filtres de 80 poches et d'une superficie 318m² et sur 2 autres filtres de 138 poches et de 445 m² de type DIASTAR.

Le but de la filtration est la séparation des impuretés internes qui sont précipitées lors de la carbonatation du sirop.

La commune carbonatée est envoyée vers un bac munit d'un agitateur pour empêcher la précipitation de boue, puis pompé vers un échangeur de chaleur pour augmenter sa température avant de rejoindre les filtres. Ces derniers sont enveloppés d'une toile de filtration qui ne laissera passer que le sirop alors que le carbonate de calcium s'accumule entre les toiles filtrantes en formant un gâteau d'une certaine épaisseur qui sert comme adjuvant de filtration.

A la sortie des poches de filtration, le sirop filtré est acheminé vers le collecteur extérieur, et déversé dans un bac de stockage, puis envoyé vers l'installation de résines échangeuses d'ions pour la décoloration.

La commune filtrée de pureté d'environ 99% est limpide d'un brix de 64% et une température de 85 à 90 °C. Au bout d'un certain temps les toiles sont colmatées, le filtre est donc arrêté pour être nettoyé par soufflage de vapeur, et par la même occasion changer les toiles déchirées.

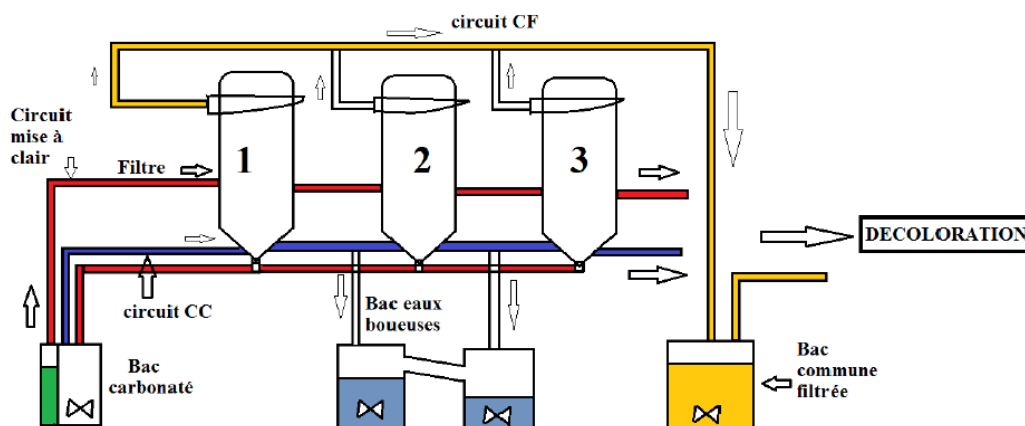


Figure 7 : les filtres Diastar

Cycle des filtres DIASTAR

Le cycle de filtration se déroule en sept phases dont six forment « un temps mort »

1. Remplissage sirop jusqu'à niveau haut (3 min).
2. Injection d'air comprimé à 0.5 bar (40s) pour créer une contre pression en haut du filtre pour forcer le sirop à revenir entre les poches.
3. une mise à clair par recyclage du sirop carbonaté afin de former une précouche sur les poches favorisant la filtration (15 mn).
4. Filtration : production du sirop limpide, formation du gâteau sur les cadres pendant que la pression augmente dans le filtre (2h à 2h30min d'activité selon le débit entrant).
5. Injection d'air comprimé afin de piéger le gâteau et vidange du sirop dans le bac de la commune carbonatée (3 mn).
6. Remplissage en eau boueuse (3 mn).
7. Soufflage à la vapeur pour un déchargement du gâteau et des boues diluées (2mn 30s).



Chapitre 4 : présentation du sujet



Problématique

L'étape d'épuration est une étape clé dans la purification du sirop de sucre et ce pour plusieurs raisons :

- La qualité de sucre raffiné est liée à l'efficacité de l'opération de carbonatation pour éliminer les impuretés internes au niveau des cristaux de saccharose.
- La rentabilité de la filtration dépend d'une bonne carbonatation ainsi qu'une mauvaise estimation des facteurs influençant ces deux grandes étapes agit sur les étapes qui suivent.

Cette purification se fait dans la station d'épuration à la COSUMAR à l'aide de la filtration. Quand cette étape se fait au ralenti (problème de colmatage) elle a un grand impact économique. En effet, quand la filtration s'effectue difficilement, on en rajoute de l'eau cela entraîne une réduction du brix du sirop qui exigera plus d'énergie lors de l'étape de l'évaporation et aussi une réduction de la production.

On peut conclure les pertes à partir du tableau ci-dessous relevé de l'historique :

Date	Production (tonnes)	Ratio fuel (kg/tonne)	cause
12/10/2014	2300	52	Mauvaise filtration
25/11/2014	2200	54	Mauvaise filtration
20/12/2014	2600	43	Bonne filtration
23/01/2015	2400	46	Mauvaise filtration
09/03/2015	2800	44	Bonne filtration
03/04/2015	2500	48	Bonne filtration
15/05/2015	2900	42	Bonne filtration

Faisons la différence entre les quantités de fuel utilisées dans le cas d'une bonne et mauvaise filtration :

$$54 - 42 = \frac{12\text{kg}}{\text{tonnes}} \text{ supplémentaires}$$

⇒ 48 DH est le prix de 12 kg/tonnes de fuel supplémentaires

Donc pour une production de 2800 tonnes comme étant la valeur moyenne :

$$12 \text{ kg} * 2800 = 33600 \text{ DH/jours.}$$



On peut alors estimer une perte nette due au colmatage des filtres à 33600 DH/jours sans considérer la perte de production.

Cependant la maîtrise de la carbo filtration s'avère nécessaire pour garantir la bonne qualité et la rentabilité des étapes ultérieures, pour minimiser le maximum les quantités de fuel utilisées et parce qu'il existe toujours des problèmes tels que :

1. Trace de la chaux après la carbonatation ;
2. Déficit en gaz carbonique ;
3. Sirop trop visqueux ;
4. Colmatage des filtres ;
5. Réduction du débit de sirop filtré ;
6. Mauvaise décoloration ;
7. Mauvais contrôle des paramètres ;

Nous nous sommes intéressés dans le cadre de ce projet d'identifier les paramètres du procédé qui sont susceptibles d'influencer la purification du sirop.

A ce sujet, nous allons procéder à l'aide du diagramme d'Ishikawa pour dénombrer les différents paramètres.

Ensuite à l'aide d'un traitement de données par l'analyse en composante principale (ACP), nous allons détecter la présence ou l'absence des paramètres influents .Dans le cas affirmatives, nous essayerons de les relier par un modèle mathématique



Chapitre 5 : Résultats et Discussions

I. Diagramme cause effet

Les paramètres estimés intervenant sur la différence de pression mesurée au sein des filtres sont présentés sur le diagramme cause effet suivant :

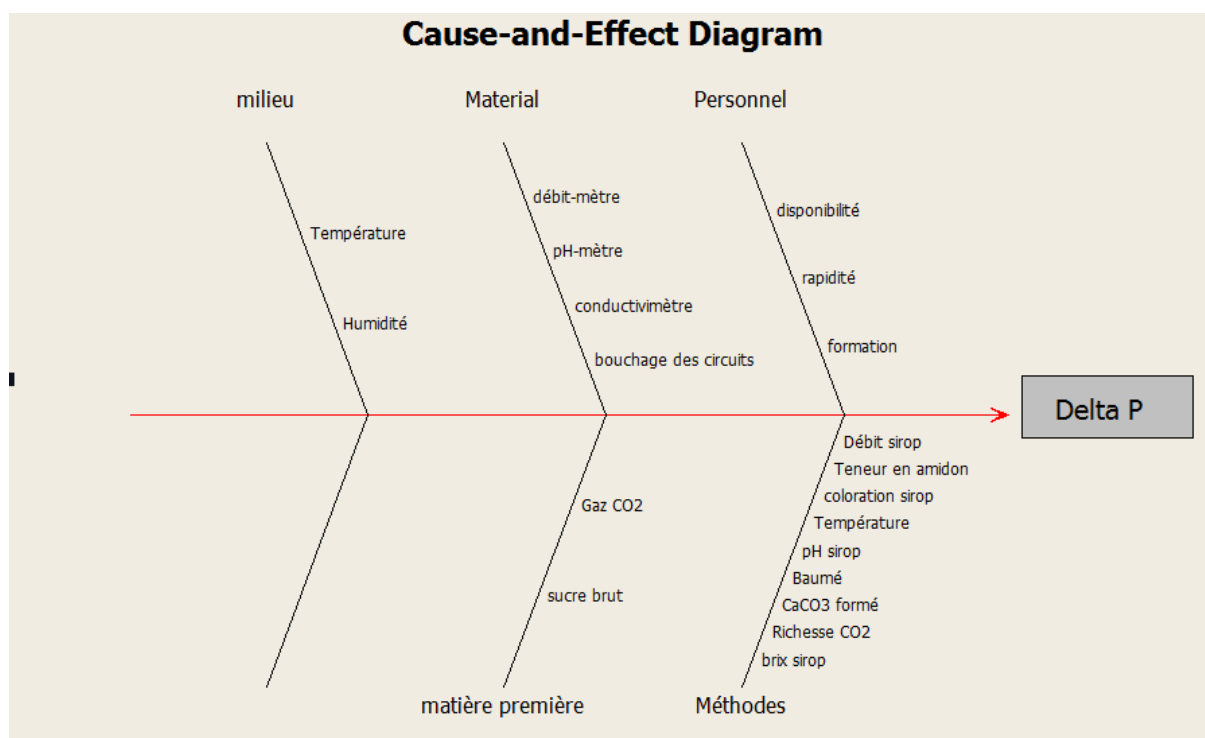


Figure 8 : diagramme d'Ishikawa

II. Analyse des résultats

Le tableau suivant vise à analyser chaque cause dégagée et proposer des solutions pratiques permettant aussi bien de diminuer l'effet de chaque cause probable.

Catégorie	Causes	Solutions proposées
Méthode	Richesse CO ₂	Ajustage des débits d'air au cours de la combustion et contrôle des fuites de circuits.
	Température	Etalonnage des sondes et entretien des échangeurs.
	Débit sirop	Etalonnage des débitmètres et changement des vannes et des électrovannes.
	Baumé chaux	Contrôle des capteurs et de la qualité de la chaux.
	Coloration sirop	Vérification de la qualité du sucre brut et contrôle de la taille des cristaux composés CaCO ₃ .



	CaCO ₃ formé	Contrôle de la granulométrie des cristaux formés.
	Teneur en amidon	Elimination complète avant l'étape de la carbonatation-filtration.
	pH sirop	Etalonnage des pH-mètres et contrôle des sondes.
Matériel	Débit mètre	Installation des débitmètres d'alimentation de chaque filtre et étalonnage des autres.
	PH mètre	Etalonnage des pH-mètres.
	Bouchage des circuits	Nettoyage régulier des conduites.
Main d'œuvre	Disponibilité	Existence d'au moins 2 techniciens par poste.
	Niveau de formation	Formations pour les techniciens en matière d'interprétation des résultats affichés sur le tableau de bord.
	Rapidité	Existence d'au moins 2 techniciens par poste.
Matière première	Sucre brut	Utilisation d'un sucre de bonne qualité.
	Gaz CO ₂	Analyse régulière de la richesse du gaz.
Milieu	Température	-----
	Humidité	-----

Tableau 3 : Analyse des causes probables et solutions proposés

Conclusion :

Ce diagnostic nous a renseigné sur l'état dans le quel se trouve la station ce qui a permis d'évaluer les points critiques et de les classer afin de quantifier le degré d'influence de chacun de ces éléments.

III. Les paramètres influençant la carbo-filtration

Il s'agit de l'ensemble des facteurs qui sont à l'origine de la mauvaise carbonatation ainsi que la mauvaise filtration. Ces paramètres sont sélectionnés à partir du diagramme d'Ishikawa, des études faites au préalable et par l'expérience des gens de la station.

a. Le Brix

Le Brix (%) exprime le pourcentage de la concentration des solides solubles contenus dans un échantillon (une solution d'eau). Le contenu des solides solubles représente le total de tous les solides dissous dans l'eau, incluant le sucre, les sels, protéines, acides, etc.... La mesure lue est leur somme totale.



C'est un paramètre qui doit être contrôlé tout au long de la chaîne de production. Au moment de l'affinage, le brix devra respecter une certaine marge, généralement entre 61 et 64. Son influence dans la carbo-filtration est à tenir en compte dans la mesure où sa hausse tout comme sa diminution engendra des problèmes par la suite car un brix trop élevé rend le sirop trop visqueux pour être filtré, et un brix trop bas aura pour effet l'apport de plus d'énergie au moment de l'évaporation.

Son importance est aussi capitale dans le processus de dégradation de l'amidon par le termamyl

b. pH du sirop

Il doit être maintenu entre 8.1 et 8.9, c'est-à-dire un pH non légèrement acide et non fortement basique, vu que c'est dans ces cas en plus d'une température trop élevée que la liaison osidique entre le fructose et le glucose du saccharose risque d'être rompue. Il doit être mesuré au niveau des trois chaudières. L'idéal est donc de le maintenir à la fin à un niveau légèrement basique afin de témoigner la consommation quasi-totale de la chaux et s'assurer de l'obtention d'un précipité suffisant pour l'adsorption des impuretés. Un pH trop acide indiquerait non seulement que toute la chaux n'a pas été entièrement consommée mais serait à l'origine de l'hydrolyse du saccharose en sucres réducteurs et une formation insuffisante du carbonate de calcium.

c. Teneur en amidon

En cas de présence dans le sirop de matières de fines tailles, tel que l'amidon, les filtres seront bouchés et cela empêchera une bonne filtration. En effet, à des températures supérieures à 60°C, l'amidon devient de l'empois, pâte qui se collera à la surface des filtres bloquant ainsi les pores filtrants. La détermination de sa teneur se fait au laboratoire et nécessite le termamyl pour sa dégradation.

C'est un paramètre que l'on ne pourrait suivre chaque jour du fait qu'il dépend de l'arrivage du sucre brut.

d. Chaulage

C'est la quantité de chaux par litre dans la solution injectée dans la fonte commune. La quantité influence au niveau de la filtration car elle est responsable du précipité formé pour l'adsorption des impuretés. Une faible teneur en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ à l'entrée des chaudières a pour effet une diminution de la quantité de gaz introduit, un temps de séjour bref et une insuffisance en précipité. Une quantité de chaux élevée à la sortie des chaudières rend compte d'un pH élevé et un excès de chaux non consommé qui bloquera par la suite la filtration.

e. Richesse du gaz CO_2

La formation du précipité de calcium nécessite un apport en CO_2 suffisant qui puisse réagir avec la chaux. Un gaz pauvre en CO_2 entraînera une diminution de chaux et par la suite une faible quantité en CaCO_3 . La richesse idéale pour une bonne carbonatation et une bonne filtration est 13%.

f. La pression de filtration

C'est la pression à l'intérieure du filtre et grâce à elle le sirop est filtré. La pression d'entrée doit être normalement proche de celle de sortie ce qui malheureusement pas le cas.



g. Coloration de la fonte 2^{ème} jet

Le deuxième jet est le terme désigné pour nommé le sucre provenant directement de la cuite A à l'étape de cristallisation. Dès sa production il est acheminé directement vers les fondoirs et mélangé avec les eaux sucrées pour former la fonte commune. Sa coloration influe sur celle de la commune filtrée.

IV. Analyses et prélèvements effectués

L'analyse du diagramme d'Ishikawa nous a permis de focaliser l'étude sur 17 facteurs qui peuvent avoir un effet sur la différence de pression au sein des filtres. 52 échantillons ont été prélevés pour faire le suivie de ces paramètres que parmi eux il y a ceux qui sont mesurés sur place, au laboratoire ou lu sur le système.

Paramètres	Fréquence de suivie	Type de mesure
Concentration de chaux à l'entrée	Chaque 2 heures	Analyse sur place
Concentration de chaux à la sortie	Chaque 2 heures	Analyse sur place
Conductivité	Chaque 2 heures	Système
Baumé	Chaque 2 heures	Analyse sur place
Température de la 1 ^{ère} chaudière	Chaque 2 heures	Système
Température de la 2 ^{ème} chaudière	Chaque 2 heures	Système
pH de la 1 ^{ère} chaudière	Chaque 2 heures	Système
Débit de la fonte commune	Chaque 2 heures	Système
Température de la fonte commune	Chaque 2 heures	Système
Température de la filtration	Chaque 2 heures	Système
Pression de gaz	Chaque 2 heures	Système
Richesse en CO ₂	Chaque 2 heures	Analyse au laboratoire
Brix de la fonte commune	Chaque 2 heures	Analyse au laboratoire
Coloration de la fonte commune	Chaque 2 heures	Analyse au laboratoire
Coloration du 2 ^{ème} jet	1 fois par poste	Analyse au laboratoire
Coloration de la commune filtrée	Chaque 2 heures	Analyse au laboratoire
Quantité de termamyl injectée	Chaque jour	Affinage
Différence de pression	Chaque 2 heures	Sur place

Tableau 4 : Facteurs à suivre et fréquence de prise de données

• Détermination du Brix :

Le Brix est le pourcentage de la matière sèche contenue dans 100 g du sirop « échantillon », sa détermination se fait par la lecture directe sur le réfractomètre.

• Détermination de la coloration :

La coloration est définie comme étant une sensation visuelle associée à des longueurs d'onde de la lumière visible, reçue par l'œil. En industrie, la coloration est exprimée en ICUMSA. La valeur



obtenue par calcul traduit l'apparence colorimétrique de la solution. Elle est déterminée par calcul selon la formule suivante :

$$\text{Coloration} = \frac{D.O}{\text{concentration}}$$

ICUMSA=International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis.

La concentration est déterminée à l'aide des tables selon la valeur de brix mesurée.

- **Mesure de l'alcalinité**

C'est la quantité de chaux contenue dans le sirop .Elle s'exprime en gramme de Cao/litre de sirop.

La neutralisation de la chaux se fait par l'acide sulfurique en présence du phénol phtaléine comme indicateur de fin de titrage selon la réaction :



V. Analyse de données

Les données collectés (52 prélèvements) soit par mesure sur place ou au laboratoire soit lu sur le système informatique sont rassemblés dans un tableau sur le logiciel « The Unscrambler ».

1. Traitement des données par ACP

L'utilisation de la méthode d'ACP a été choisie suite à la nature de procédé de la carbo-filtration.

En effet, plusieurs paramètres influençant le fonctionnement de ce procédé sont incontrôlables.

Le tableau suivant représente les paramètres détectés et suivis pour la réalisation de l'ACP

	E1	sort1	conduct1	Baumé	T1	Phs1	T3	Débit FC	T FC	TF	Pgaz	Richesse	bX FC	COLOR FC	JET	COLOR CF	TTM	P
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	4.6000	0.9000	0.2880	18.0000	78.3300	10.2000	75.9400	160.0000	78.6000	82.0000	830.0000	13.0000	65.0000	995.0000	1.1450e+03	618.0000	15.0000	2.1000
2	4.6000	0.9000	0.2880	18.0000	78.3300	10.2000	75.9400	160.0000	78.6000	82.0000	830.0000	12.0000	65.0000	995.0000	1.1450e+03	624.0000	15.0000	2.3000
3	4.1000	1.0000	0.2960	18.0000	70.9100	9.9400	70.9100	130.0000	71.4000	82.0000	830.0000	13.0000	61.0000	714.0000	863.0000	556.0000	15.0000	1.8000
4	4.1000	0.9000	0.2850	16.0000	73.5800	10.0690	72.0800	150.0000	75.2000	82.0000	830.0000	12.8000	60.0000	791.0000	732.0000	403.0000	15.0000	1.9000
5	3.8000	0.8000	0.2060	16.7000	71.6900	10.7300	70.1400	130.0000	71.6600	82.0000	829.4000	13.0000	60.0000	776.0000	732.0000	388.0000	15.0000	1.7000
6	4.3000	1.0000	0.2070	15.7000	72.2900	10.6000	69.7000	120.0000	72.7000	82.0000	828.7000	12.8000	64.0000	1.1180e+03	1.1130e+03	607.0000	15.0000	2.3000
7	4.2000	0.9000	0.2110	15.6000	73.9000	10.4000	70.2900	150.0000	63.3000	82.0000	829.5000	12.8000	63.0000	911.0000	1000.0000	601.0000	15.0000	2.2000
8	4.0000	0.9000	0.3050	17.9000	71.7000	10.8000	70.1300	150.0000	73.9000	82.0000	813.4000	11.8000	64.4000	892.0000	1.1050e+03	620.0000	15.0000	2.4100
9	3.7000	0.8000	0.2570	18.7000	71.4000	10.8700	57.1300	140.0000	72.0000	82.0000	827.5000	12.8000	60.3000	847.0000	726.0000	412.0000	15.0000	1.7500
10	3.8000	0.9000	0.2310	15.6000	69.1300	10.0300	68.7900	140.0000	69.6000	81.3000	790.0000	12.6000	60.5000	812.0000	731.0000	421.0000	15.0000	1.8000
11	3.5000	0.9000	0.1830	19.2000	70.2500	10.8300	69.7200	145.0000	64.3000	82.0000	826.9000	12.8000	60.2000	803.0000	908.0000	590.0000	0.0000	1.9000
12	4.0000	0.8000	0.2610	19.5000	72.7900	10.0900	66.2600	130.0000	68.8000	82.0000	827.5000	12.8000	64.8000	840.0000	893.0000	545.0000	0.0000	1.9000
13	4.1000	0.9000	0.2610	19.5000	73.5000	10.2000	67.3000	130.0000	67.5000	82.0000	830.8000	12.8000	64.9000	790.0000	1.5380e+03	620.0000	0.0000	2.5000
14	4.1000	1.0000	0.2550	20.0000	73.0500	10.1000	66.5900	140.0000	68.5000	82.0000	832.4000	12.8000	65.0000	876.0000	1.0820e+03	559.0000	0.0000	2.4000
15	4.1000	0.8000	0.2940	18.0000	69.0000	9.9600	67.1600	155.0000	67.8000	82.1000	813.6000	12.6000	63.4000	897.0000	863.0000	545.0000	0.0000	2.1000
16	4.6000	0.9000	0.2790	19.3000	71.8000	9.8000	66.4000	160.0000	70.3000	81.8000	822.8000	11.6000	64.4000	850.0000	910.0000	592.0000	0.0000	2.1000
17	4.2000	0.9000	0.2440	22.0000	73.6400	10.0700	71.3000	160.0000	76.9000	82.0000	836.5000	12.2000	64.4000	872.0000	909.0000	590.0000	0.0000	2.2000
18	4.0000	1.0000	0.2800	18.5000	72.0000	9.7600	71.6200	160.0000	59.3000	86.3000	806.6000	12.8000	61.5000	915.0000	522.0000	440.0000	10.0000	1.9000
19	2.8000	1.0000	0.2510	20.0000	73.4500	9.8500	70.7500	150.0000	71.5000	86.6000	828.8000	13.0000	61.2000	927.0000	452.0000	434.0000	10.0000	1.8900
20	4.1000	0.8000	0.2290	23.0000	72.3600	9.9800	71.5900	160.0000	70.2000	86.0000	829.3000	12.8000	64.7000	833.0000	1.4060e+03	619.0000	10.0000	2.5000
21	4.1000	0.9000	0.2310	19.0000	73.1000	10.0100	69.0800	160.0000	77.3000	86.0000	829.7000	12.8000	61.6000	910.0000	870.0000	560.0000	15.0000	1.8500
22	3.8000	0.8000	0.2460	16.0000	76.3700	10.1100	68.6000	160.0000	75.0000	85.8000	830.0000	12.6000	61.3000	875.0000	706.0000	402.0000	15.0000	1.7000
23	3.9000	0.8000	0.2600	18.0000	72.5800	10.0100	70.6000	160.0000	77.0000	86.0000	820.7000	12.8000	61.8000	992.0000	944.0000	536.0000	15.0000	1.9000
24	3.9000	0.9000	0.2740	18.0000	74.1600	9.9000	73.1600	160.0000	71.1000	86.4000	801.3000	12.8000	65.0000	901.0000	1.0080e+03	542.0000	15.0000	2.5000
25	4.1000	0.9000	0.1980	19.0000	72.4500	10.0800	71.9100	110.0000	81.8000	86.0000	829.3000	12.8000	62.1000	920.0000	753.0000	474.0000	15.0000	1.9000
26	3.7000	0.9000	0.2120	20.0000	72.3000	9.7700	66.0100	150.0000	77.7000	86.0000	825.7000	12.6000	64.4000	945.0000	1.6020e+03	630.0000	15.0000	2.5000
27	3.8000	0.9000	0.2450	19.0000	70.1200	10.2800	69.3100	150.0000	76.3000	82.8000	827.5000	10.0000	61.8000	813.0000	843.0000	594.0000	15.0000	1.9000
28	4.2000	0.7000	0.2520	18.5000	70.2100	10.7000	67.3300	130.0000	77.8000	83.4000	805.2000	12.6000	60.5000	842.0000	659.0000	471.0000	15.0000	1.6000
29	4.3000	1.0000	0.2460	19.0000	70.6500	10.1000	68.5600	150.0000	72.6000	81.2000	829.2000	12.5000	61.7000	886.0000	969.0000	512.0000	15.0000	1.9000
30	4.3000	0.9000	0.2540	18.0000	71.1600	10.4000	71.1000	160.0000	79.2000	82.0000	830.0000	12.8000	60.9000	820.0000	716.0000	485.0000	15.0000	1.7500



	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
24	3.9000	0.9000	0.2740	18.0000	74.1600	9.9000	73.1600	160.0000	71.1000	86.4000	801.3000	12.8000	65.0000	901.0000	1.0080e+03	542.0000	15.0000	2.5000
25	4.1000	0.9000	0.1980	19.0000	72.4500	10.0800	71.9100	110.0000	81.8000	86.0000	829.3000	12.8000	62.1000	920.0000	753.0000	474.0000	15.0000	1.9000
26	3.7000	0.9000	0.2120	20.0000	72.3000	9.7700	66.0100	150.0000	77.7000	86.0000	825.7000	12.6000	64.4000	945.0000	1.6020e+03	630.0000	15.0000	2.5000
27	3.8000	0.9000	0.2450	19.0000	70.1200	10.2800	69.3100	150.0000	76.3000	82.8000	827.5000	10.0000	61.8000	813.0000	943.0000	594.0000	15.0000	1.9000
28	4.2000	0.7000	0.2520	18.5000	70.2100	10.7000	67.3300	130.0000	77.8000	83.4000	805.2000	12.6000	60.5000	842.0000	659.0000	471.0000	15.0000	1.6000
29	4.3000	1.0000	0.2460	19.0000	70.6500	10.1000	68.5600	150.0000	72.6000	81.2000	829.2000	12.5000	61.7000	886.0000	969.0000	512.0000	15.0000	1.9000
30	4.3000	0.9000	0.2540	18.0000	71.1600	10.4000	71.1000	160.0000	79.2000	82.0000	830.0000	12.8000	60.9000	820.0000	716.0000	485.0000	15.0000	1.7500
31	4.0000	0.8000	0.2820	17.0000	73.1700	9.8300	74.2700	170.0000	79.9000	82.0000	830.0000	12.4000	64.7000	912.0000	1.0450e+03	560.0000	15.0000	2.4500
32	4.0000	0.8000	0.2530	19.0000	73.8500	9.8400	69.6000	150.0000	81.2000	82.3000	830.4000	12.8000	61.9000	946.0000	938.0000	467.0000	15.0000	1.9500
33	4.1000	0.9000	0.2370	19.0000	78.4400	10.1000	71.3700	160.0000	86.3000	82.0000	836.4000	12.8000	64.2000	965.0000	1.0110e+03	492.0000	15.0000	2.4300
34	4.5000	0.9000	0.2740	17.0000	73.8000	9.8900	70.6000	170.0000	81.6000	84.7000	817.4000	12.6000	61.5000	945.0000	845.0000	430.0000	15.0000	1.8500
35	3.1000	0.8000	0.2690	18.0000	82.0900	10.1100	65.0300	170.0000	81.0000	83.5000	821.0000	12.4000	64.3000	1.0170e+03	1.0540e+03	595.0000	45.0000	2.1000
36	3.6000	0.9000	0.2700	19.0000	82.0200	9.8600	69.5600	170.0000	87.9000	85.2000	827.6000	12.8000	64.2000	802.0000	1.1200e+03	676.0000	45.0000	2.4200
37	3.9000	1.0000	0.2690	20.0000	81.5000	10.1000	68.0700	130.0000	85.0000	82.3000	830.1000	12.8000	60.8000	1.0510e+03	880.0000	523.0000	45.0000	1.6000
38	3.8000	0.9000	0.2540	19.0000	81.8300	10.1000	64.4600	160.0000	84.7000	82.0000	827.9000	12.8000	60.0000	931.0000	768.0000	498.0000	45.0000	1.5900
39	3.2000	0.8000	0.2410	19.0000	70.7500	9.9800	67.7000	170.0000	66.7000	82.0000	830.2000	12.0000	60.0000	874.0000	811.0000	555.0000	45.0000	1.5500
40	3.0000	0.9000	0.2460	18.0000	73.7000	10.2000	65.8600	135.0000	72.2000	84.6000	830.0000	12.4000	63.5000	1.0760e+03	1.0820e+03	588.0000	45.0000	2.1300
41	3.9000	0.9000	0.2570	17.0000	68.8400	9.9700	68.3200	160.0000	68.0000	85.2000	826.5000	12.8000	64.0000	920.0000	1.0310e+03	620.0000	45.0000	2.0000
42	3.8000	1.1000	0.2420	18.0000	68.7500	10.2000	60.3000	90.0000	69.6000	89.4000	830.0000	12.8000	64.2000	919.0000	1.0310e+03	435.0000	45.0000	2.0000
43	3.6000	0.9000	0.2100	17.0000	65.1900	10.0000	65.0300	150.0000	66.2000	85.0000	830.0000	13.0000	61.8000	834.0000	916.0000	490.0000	45.0000	1.9000
44	4.0000	1.1000	0.2490	17.0000	67.9400	10.1200	67.5500	150.0000	70.1000	86.1000	830.4000	12.8000	62.6000	1.0310e+03	606.0000	456.0000	45.0000	1.4200
45	3.8000	1.0000	0.2500	17.0000	71.4600	10.2000	70.0000	170.0000	71.7000	83.3000	812.2000	13.0000	60.0000	906.0000	768.0000	389.0000	45.0000	1.3000
46	3.1000	0.9000	0.2500	18.0000	67.4600	9.9500	71.3500	160.0000	66.1000	82.3000	815.1000	12.8000	60.4000	811.0000	877.0000	497.0000	45.0000	1.5900
47	3.9000	1.1000	0.2450	19.0000	72.5100	10.1200	71.5500	160.0000	74.6000	81.9000	830.1000	12.8000	61.7000	1000.0000	914.0000	560.0000	45.0000	1.9000
48	3.7000	0.8000	0.2440	18.0000	73.4500	10.2000	71.5000	160.0000	67.8000	90.6000	831.6000	12.8000	61.5000	953.0000	844.0000	534.0000	45.0000	1.7000
49	3.7000	0.9000	0.2180	18.0000	79.4500	10.0100	76.7100	150.0000	68.2000	86.0000	829.6000	13.0000	61.7000	1.0110e+03	990.0000	567.0000	45.0000	1.9000
50	4.0000	0.8000	0.2670	19.0000	74.1600	10.2100	73.6100	160.0000	67.0000	83.5000	830.2000	13.0000	60.8000	986.0000	843.0000	555.0000	45.0000	1.5000
51	3.4000	1.0000	0.2630	17.0000	73.5900	10.1200	73.1000	160.0000	59.8000	84.3000	833.2000	13.2000	61.4000	1.0440e+03	923.0000	566.0000	45.0000	1.7200
52	4.0000	0.5000	0.2300	19.3000	80.9700	9.9000	80.8600	155.0000	65.9000	86.6000	820.0000	13.0000	64.6000	705.0000	1.8420e+03	685.0000	45.0000	2.2000

2. Etude de la corrélation

Pour étudier la corrélation entre facteurs, un tableau de données est construit sous Excel puis exporter sur The Unscrambler qui sera utilisé pour le calcul de la matrice de corrélation. L'étude de la corrélation entre les différents facteurs a été effectuée par le logiciel (The Unscrambler). Les résultats sont construits dans une matrice de corrélation.

	E1	S1	conduc1	baumé	T1	pH1	T3	débit FC	TFC	TF	P gaz	Richesse	bx FC	Color FC	Jet	Color CF	TTM	DP
E1	1,00	0,00	0,23	-0,01	0,03	0,05	0,23	-0,05	0,21	-0,26	0,01	-0,08	0,30	-0,06	0,15	0,10	-0,47	0,23
S1	0,00	1,00	0,04	-0,10	-0,24	-0,05	-0,22	-0,22	-0,03	-0,03	0,15	0,05	-0,06	0,36	-0,31	-0,19	0,08	-0,09
conduc1	0,23	0,04	1,00	-0,03	0,17	-0,23	0,06	0,30	0,16	-0,19	-0,19	-0,17	0,20	0,03	-0,09	0,05	-0,07	0,07
baumé	-0,01	-0,10	-0,03	1,00	0,18	-0,19	-0,03	0,03	0,15	0,05	0,26	-0,12	0,25	-0,14	0,29	0,34	-0,20	0,25
T1	0,03	-0,24	0,17	0,18	1,00	-0,15	0,32	0,25	0,50	0,01	0,20	0,11	0,22	0,25	0,31	0,31	0,19	0,22
pH1	0,05	-0,05	-0,23	-0,19	-0,15	1,00	-0,24	-0,36	-0,06	-0,30	0,04	-0,07	-0,22	-0,03	-0,13	-0,09	-0,12	-0,15
T3	0,23	-0,22	0,06	-0,03	0,32	-0,24	1,00	0,36	-0,04	0,06	-0,02	0,11	0,11	0,00	0,22	0,29	0,02	0,14
débit FC	-0,05	-0,22	0,30	0,03	0,25	-0,36	0,36	1,00	0,09	-0,06	-0,08	-0,11	-1,84	0,05	0,00	0,19	0,14	0,00
TFC	0,21	-0,03	0,16	0,15	0,50	-0,06	-0,04	0,09	1,00	-0,15	0,16	-0,16	0,09	0,17	0,02	-0,02	-0,03	0,14
TF	-0,26	-0,03	-0,19	0,05	0,01	-0,30	0,06	-0,06	-0,15	1,00	-0,02	0,22	0,09	0,16	0,06	-0,05	0,35	-0,02
P gaz	0,01	0,15	-0,19	0,26	0,20	0,04	-0,02	-0,08	0,16	-0,02	1,00	0,05	0,11	0,19	0,14	0,21	0,09	0,07
Richesse	-0,08	0,05	-0,17	-0,12	0,11	-0,07	0,11	-0,11	-0,16	0,22	0,05	1,00	-0,14	0,09	-0,04	-0,24	0,20	-0,14
bx FC	0,30	-0,06	0,20	0,25	0,22	-0,22	0,11	-0,02	0,09	0,09	0,11	-0,14	1,00	0,13	0,67	0,64	-0,24	0,84
Color FC	-0,06	0,36	0,03	-0,14	0,25	-0,03	0,00	0,05	0,17	0,16	0,19	0,09	0,13	1,00	-0,08	0,07	0,31	-0,03
Jet	0,15	-0,31	-0,09	0,29	0,31	-0,13	0,22	0,00	0,02	0,06	0,14	-0,04	0,67	-0,08	1,00	0,74	0,03	0,68
Color CF	0,10	-0,19	0,05	0,34	0,31	-0,09	0,29	0,19	-0,02	-0,05	0,21	-0,24	0,64	0,07	0,74	1,00	0,02	0,60
TTM	-0,47	0,08	-0,07	-0,20	0,19	-0,12	0,02	0,14	-0,03	0,35	0,09	0,20	-0,24	0,31	0,03	0,02	1,00	-0,41
DP	0,23	-0,09	0,07	0,25	0,22	-0,15	0,14	0,00	0,14	-0,02	0,07	-0,14	0,84	-0,03	0,68	0,60	-0,41	1,00

Figure 9 : Matrice de corrélation

La matrice montre qu'il y a de faibles corrélations entre les 17 facteurs, a signalé quelque uns entre les facteurs et avec la réponse « delta P » :

- **0.84 entre le brix de la fonte commune et la réponse** : un brix trop élevé rend le sirop trop visqueux et donc un colmatage au niveau des poches des filtres et une augmentation de delta P qui est un signe de la mauvaise filtration.
- **0.6 entre le 2^{ème} jet et la réponse** : le jet qui provient des cuites se mélange avec la fonte commune ce qui rend le sirop encore encombré de matière indésirables. Cela à une conséquence directe sur la filtration et une augmentation de pression de filtre.
- **-0.4 entre le termamyl et la réponse** : l'ajout de l'enzyme favorise la filtration et par conséquent plus la quantité de termamyl ajoutée est importante plus la filtration est bonne.
- **0.74 entre la coloration du 2^{ème} jet et la coloration de la commune filtrée** : la commune filtrée n'est rien d'autre que le produit de l'épuration qui s'est lui-même servit du produit de l'affinage. Vu que la fonte du 2^{ème} jet est mélangée avec ce dernier, il a tendance à être liée directement à la coloration de la commune filtrée. En effet plus cette fonte est colorée, plus la CF est aussi colorée.

3. Réalisation de l'ACP

Après la visualisation de la matrice de corrélation, il est nécessaire de procéder à une analyse en composante principale pour projeter les résultats précédents.

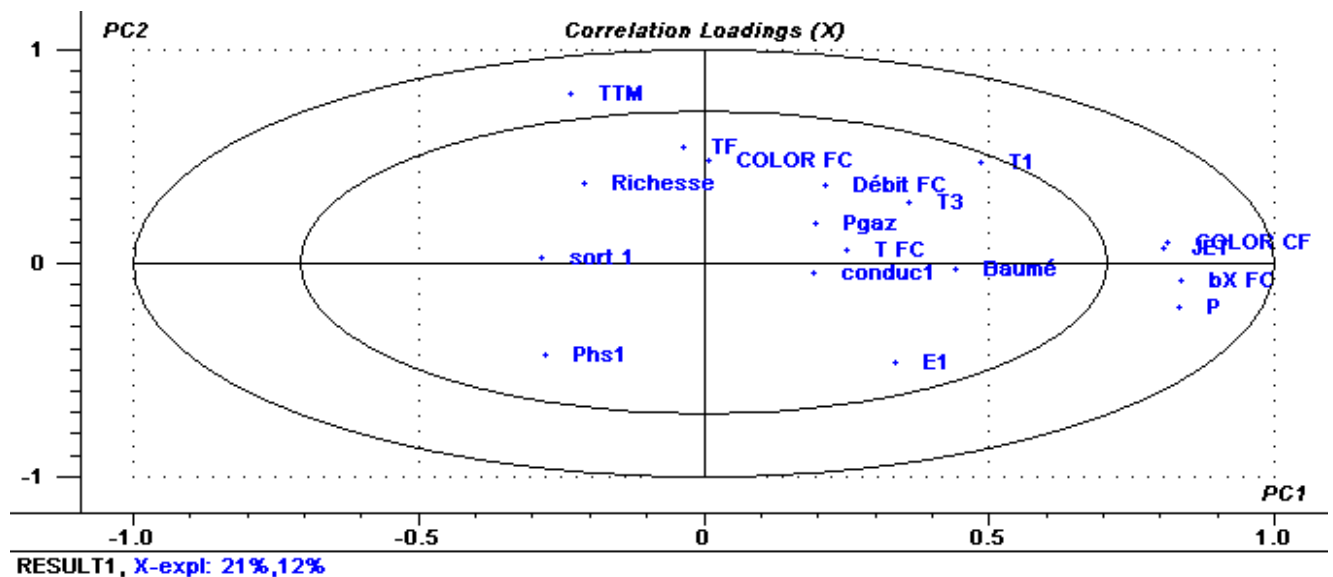


Figure10 : Cercles de corrélations sous les deux premières composantes principales.

D'après le graphique des loadings, sur la 1^{ère} et la 2^{ème} composante il est clair qu'il y a juste quelques paramètres voisinés (le bx FC, jet, Color CF et le P) et le TTM qui est considérés complémentaires de ces paramètres, les autres paramètres à l'intérieur de cercle ne

présente aucune importance sur la réponse. Il y a donc de faibles corrélations ou de des corrélations qui ne portent pas d'importantes informations.

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

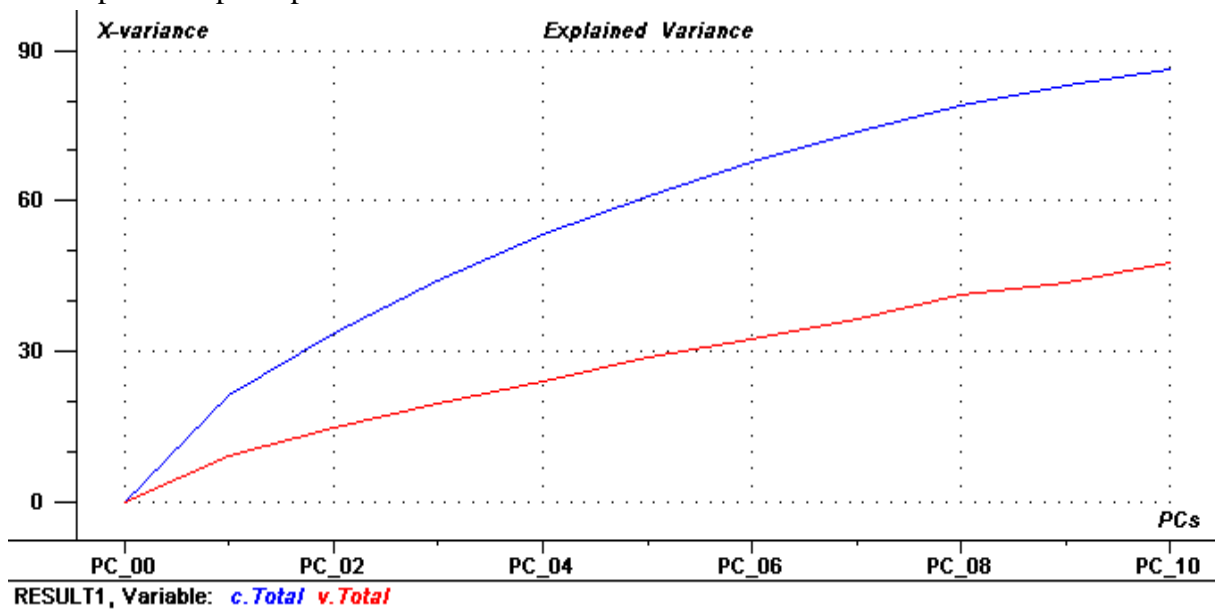


Figure 11 : Pourcentage de variabilité expliquée en fonction de nombre de composantes principales.

La figure montre que les deux premières composantes principales expliquent une variabilité inférieure à 20% et il faut 10 composantes pour expliquer 80% de variabilité. Ceci présente un risque de surmodélisation et de faible prédictivité de modèle construit à base d'ACP. Donc on peut conclure à partir de ces données que les méthodes de modélisation à base d'ACP comme PCR ou PLS ne seront plus valables pour prédire la réponse souhaitée.



VI. Réalisation d'une régression linéaire multiple (RLM)

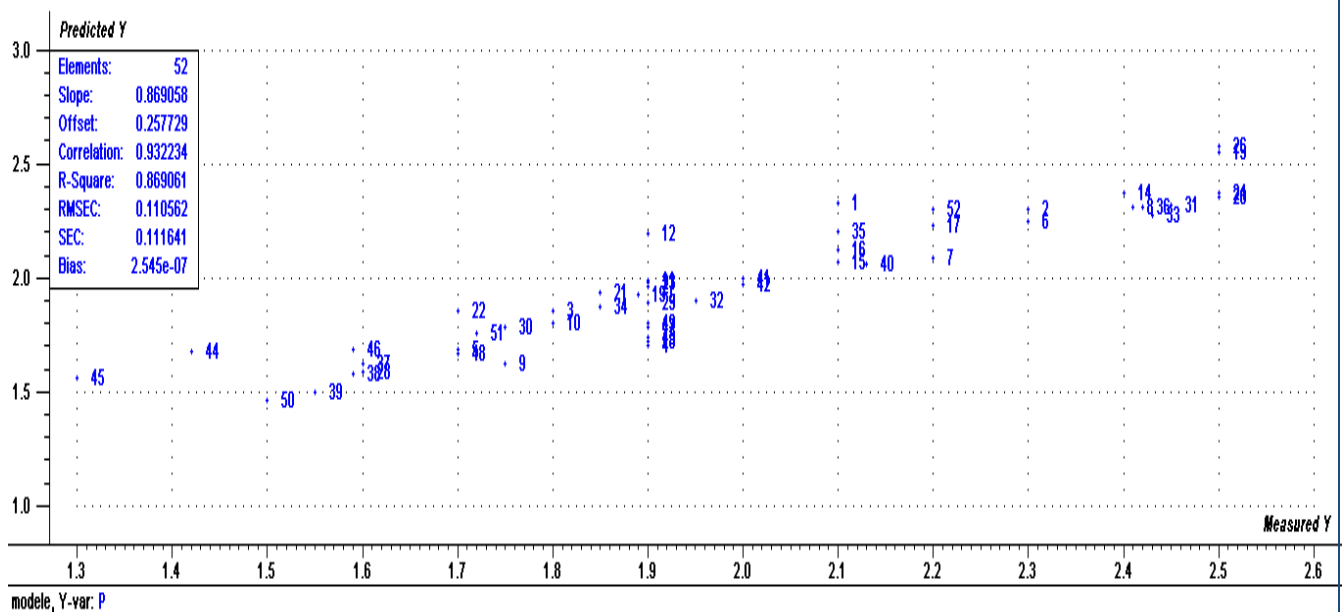
Introduction :

Modéliser un processus, c'est le décrire de manière scientifique, quantitative, par exemple en termes d'équations (physiques, chimiques, etc.). Cela permet d'en étudier l'évolution, d'en simuler des variantes, en modifiant certains paramètres afin d'optimiser.

Dans notre cas on désire trouver des modèles adéquates capables de nous présenter et nous décrire comment évoluent les réponses dans la station de la carbonatation-filtration, c'est-à-dire extraire les équations décrivant l'évolution de la filtrabilité en fonction des paramètres descriptives dans notre étude on a choisis de travailler avec la méthode de la RLM (Régression Linéaire Multiple).

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

- Le modèle trouvé à partie des 17 variables est :



The regression equation is

$$\begin{aligned} \text{delta } p = & - 5,02 - 0,194 \text{ entrée} + 0,507 \text{ sortie} - 0,421 \text{ conducti} - 0,0258 \text{ baumé} \\ & + 0,00245 \text{ T1} + 0,0396 \text{ Ph1} + 0,00367 \text{ T3} + 0,00152 \text{ débit FC} \\ & + 0,00794 \text{ T FC} + 0,0074 \text{ T filtre} - 0,00118 \text{ pression} + 0,0266 \text{ richesse} \\ & + 0,0971 \text{ Bx FC} - 0,000261 \text{ color FC} + 0,000442 \text{ 2eme jet} \\ & + 0,000351 \text{ Color CF} - 0,00835 \text{ termamy1} \end{aligned}$$

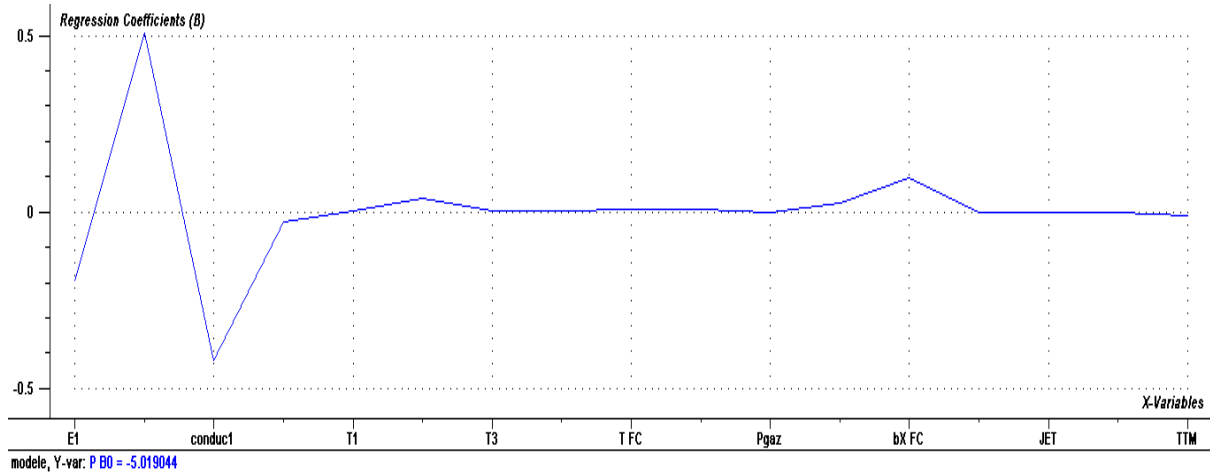


Figure 13 : Graphique indiquant les coefficients des paramètres.

Analysis of Variance

Source	DF	SS	MS	F	P
Regression	17	4,21890	0,24817	13,27	0,000
Residual Error	34	0,63565	0,01870		
Total	51	4,85454			

Pour N=17 on a S = 0,136732 R-Sq = 86,9% R-Sq(adj) = 80,4%

Le tableau suivant montre les coefficients de régression et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour la filtrabilité.

Predictor	Coef	SE Coef	T	P
Constant	-5,019	2,771	-1,81	0,079
entrée	-0,19373	0,06667	-2,91	0,006
sortie	0,5068	0,2426	2,09	0,044
conducti	-0,4207	0,9260	-0,45	0,652
baumé	-0,02585	0,01660	-1,56	0,129
T1	0,002447	0,007600	0,32	0,750
Ph1	0,03957	0,09187	0,43	0,669
T3	0,003665	0,006506	0,56	0,577
débit FC	0,001516	0,001547	0,98	0,334
T FC	0,007939	0,003994	1,99	0,055
T filtre	0,00738	0,01132	0,65	0,519
pression	-0,001176	0,002414	-0,49	0,629
richesse	0,02662	0,04678	0,57	0,573
Bx FC	0,09711	0,02084	4,66	0,000
color FC	-0,0002613	0,0002809	-0,93	0,359
2eme jet	0,0004425	0,0001529	2,89	0,007
Color CF	0,0003507	0,0004888	0,72	0,478
termamyl	-0,008353	0,001739	-4,80	0,000

Les coefficients qui influent sur la réponse sont : le brix de la fonte commune, le 2ème jet, la température de la fonte commune ainsi que le Thermamyl dont le p value est inférieure à 0.05. Donc le modèle final retenu est :

$$\text{delta p} = - 5,02 + 0,00794 \text{ T FC} + 0,0971 \text{ Bx FC} + 0,000442 \text{ 2eme jet} - 0,00835 \text{ termamyl}$$

- D'après le tableau d'ANOVA et les R² on peut conclure que le modèle a un bon pouvoir explicatif.



Conclusion générale et perspectives

L'optimisation de la carbonatation à la COSUMAR demeure un travail qui doit être quotidien pour les opérateurs de la station d'épuration, puisqu'il permet d'avoir une bonne filtration et par conséquent une bonne qualité et rentabilité des étapes ultérieures.

Le but de ce stage était le traitement statistique des données récoltées durant cette étape de procédé en utilisant l'analyse en composante principale comme outil d'analyse et en choisissant avec l'équipe de la COSUMAR un certain nombre de paramètres susceptibles d'être pertinents dans le développement de l'opération en question.

L'application de l'ACP n'a pas donné les résultats souhaités et c'est suite à plusieurs raisons qui ont été décrites au préalable tel que le problème de temps de séjour et d'action qui diffèrent d'un paramètre à l'autre et qui est difficile à prévoir ainsi que des paramètres qui n'ont pas été suivi par manque de moyens et matériels d'analyses.

Nous nous sommes opté pour une régression linéaire multiple. A ce sujet, un modèle a été établi et validé statistiquement. L'équipe de la COSUMAR peut utiliser ce modèle pour prédire des réglages de procédé.

Pour une étude ultérieure, il serait souhaitable :

- D'ajouter d'autres variables afin de définir les paramètres pertinents capables de maîtriser le procédé de la carbonatation.
- Faire des analyses rigoureuses et bien spécifiques de la matière première en utilisant l'approche infra rouge par exemple.
- Faire une évaluation à la sortie de la carbonatation par mesure de la granulométrie de précipité CaCO_3 Pour pouvoir agir rapidement dans le cas d'un précipité mal formé.
- Faire un traitement statistique en utilisant les plans d'expérience à l'échelle laboratoire en réalisant un montage carbo-filtration et par la suite avoir la main sur le contrôle de plusieurs paramètres qui agissent sur le procédé.

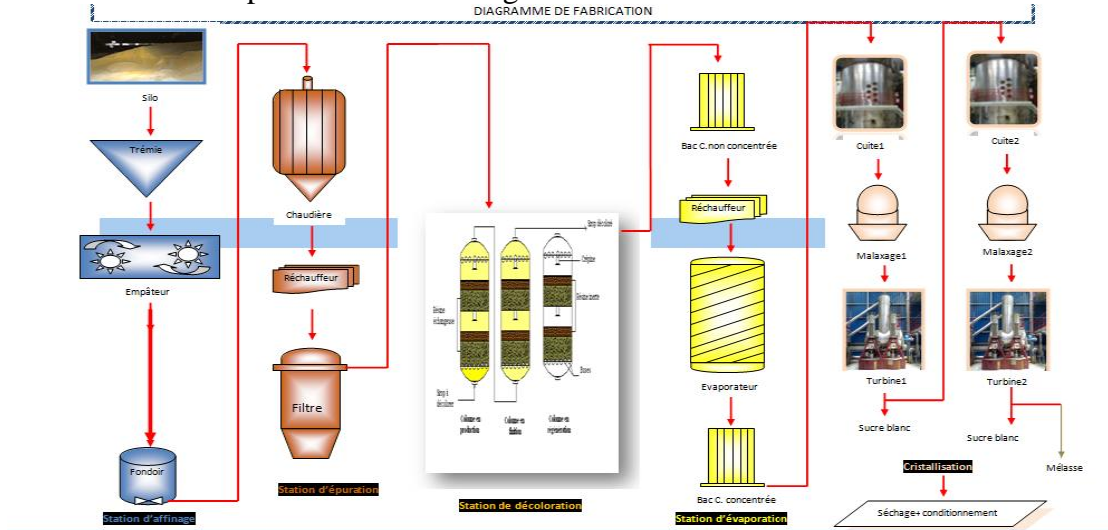


Références

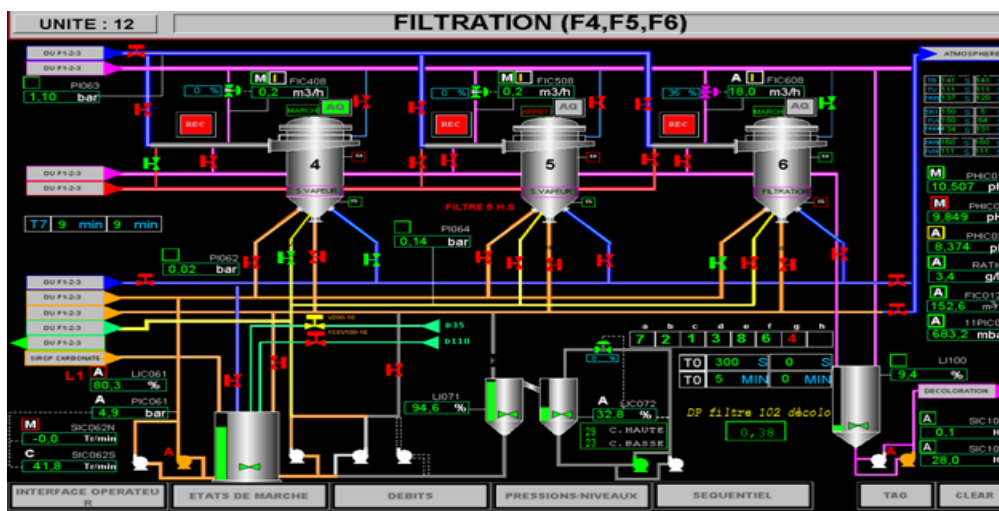
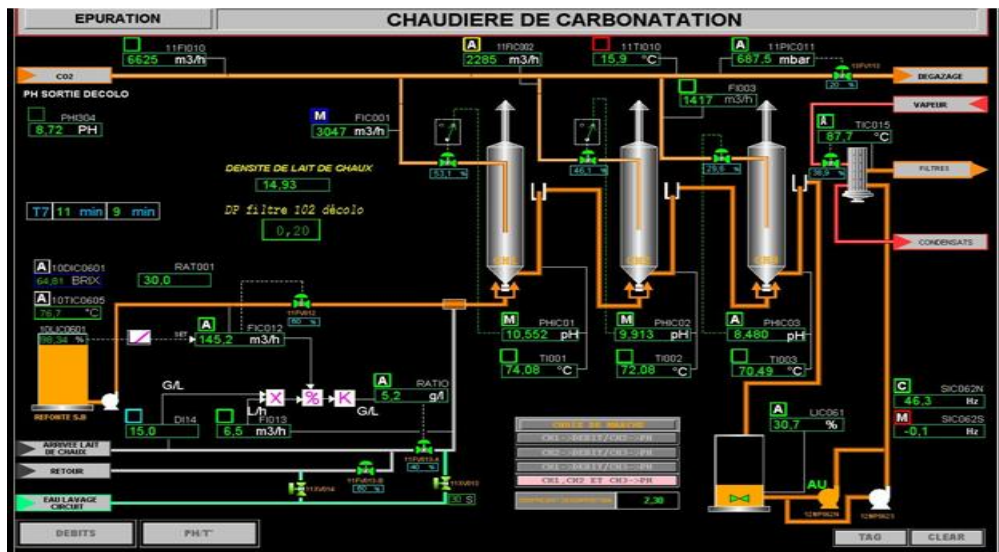
- www.sucre.com
- www.cosumar.co.ma
- Document COSUMAR, perfectionnement raffinerie.
- Techniques d'ingénieurs, procédé de transformations en sucrerie par Martine DECLoux.
- L'analyse en composantes principales par Pierre-Louis GONZALEZ.
- Modélisation et approche thermodynamique par la commande des réacteurs chimiques triphasiques par Sami BAHROUN.
- L'analyse de données : cours ENSIETA par Arnaud Martin.
- PURCHAS. Industriel filtration of liquide. Léonardo HILL

Annexes

- Schéma de processus de raffinage

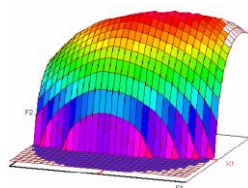


- Aperçue de la carbonatation et la filtration à la COSUMAR





Stage effectué à : COSUMAR CASA



Master ST CAC Agiq

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

Nom et prénom: KITOU Zaineb

Année Universitaire : 2014/2015

Titre: Modélisation des mécanismes de la carbonatation par l'ACP

Résumé

La COSUMAR est le leader national sur le marché du sucre. C'est une raffinerie qui traite le sucre brut importé afin de le rendre pur et blanc par élimination des impuretés externes (Affinage), internes (Épuration) et celles liées à la couleur (décoloration).

L'épuration constitue à elle seule deux tâches incluses, la carbonatation et la filtration. Son bon déroulement est régi par la réaction de carbonatation entre la chaux et le CO_2 pour la formation des précipités de carbonates de calcium, qui adsorbent les impuretés afin de faciliter la filtration par la suite.

Malheureusement d'énormes difficultés surtout liées à la filtration sont occasionnées lors de cette étape. Pour y remédier, il faudra non seulement avoir une idée sur l'origine du sucre, ses caractéristiques mais aussi avoir une connaissance et suivre l'ensemble des facteurs qui sont à l'origine d'une mauvaise épuration.

Une fois les paramètres sont lanternes, il conviendra de les suivre à une fréquence déterminée et de se constituer une table de donnée afin de l'analyser via l'analyse en composante principale par l'utilisation de « The Unscrambler ».

Cette analyse n'a pas révélé les résultats souhaités vu que l'ensemble des paramètres suivis ne sont pas suffisamment corrélés entre eux ni avec la réponse et c'est suite à plusieurs raisons qui ont influencé sur le travail et c'est pourquoi on a proposé plusieurs perspectives pour une étude ultérieure bien réussite.

Mots clés: Carbonatation , Filtration , Optimisation , l'ACP , Modélisation.