

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

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

***Optimisation du rendement du sucre des
jets Bas-produits***

Présenté par:

BOUSRABAT Mohamed

Encadré par:

- M^r.BENLAMLIH Abdelatif
Casablanca

COSUMAR

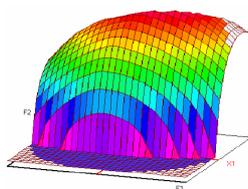
- M^r.BOUAYAD Abdessalam

FST Fès

Soutenu Le 20 Juin 2013 devant le jury composé de:

- M^r.A.BOUAYAD
- M^r.A.MELIANI
- M^r.A.BEN-TAMA

Stage effectué à : COSUMAR de Casablanca



Master ST CAC Agiq

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

Nom et prénom: BOUSRABAT Mohamed

Année Universitaire : 2012/2013

Titre: Optimisation de rendement de sucre des jets Bas-produits

Résumé

Ce projet de fin d'étude, réalisé au sein de la raffinerie de Casablanca, rentre dans le cadre de l'augmentation du rendement de sucre des jets bas-produits. Dans ce but, on a visé l'optimisation du fonctionnement des cuites et des turbines.

Cette étude s'est penchée sur la détermination des facteurs influents le fonctionnement des cuites et des turbines à l'aide de la méthodologie des plans d'expérience et en utilisant le plan composite centrée.

Au terme de ce travail, on a déterminé les facteurs contrôlant le fonctionnement des cuites et des turbines, à citer la pression de la vapeur, le temps de grossissement et la quantité de magma au niveau de la cuite et la quantité d'eau de clairçage et l'intensité de la masse cuite

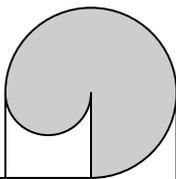
turbiné



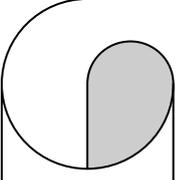
magma, semence, raffinerie, cuites, turbines continue

Dédicace





A la mémoire de mes grands-parents



A mes très chers parents aux quels je voue une affection sans limites et qui m'ont toujours encouragée et soutenue pendant mes études. En témoignage de mon affection et remerciements pour ce qu'ils ont fait pour moi, qu'ils trouvent dans ce travail, la récompense de leurs sacrifices et le fruit de leur patience.

A mes chers frères

A mes chers cousins Simohamed et Fouad

A mes chers cousines Fatiha et Karima.

A chaque cousins et cousines.

A toute la famille BOUSRABAT et GUNAOUI qui m'ont soutenue durant cette année.

A mes meilleurs amis :Issame, Hosni, Mehdi, Adil, Mustapha, Nidal, Youssef, Mourad, Anouar et Abdelali.

A toute la promotion Chimiométrie 2012/2013.

Je dédie ce mémoire



REMERCIEMENTS

*Ce travail a été réalisé sous la tutelle du Professeur **Abdessalam BOUAYAD**, Enseignant à la faculté des sciences et technique de Fès. Qu'il trouve ici l'expression de mes remerciements les plus sincères pour l'encadrement qu'il m'a prodigué. Qu'il trouve, aussi, l'expression de mon profond respect et considération pour ses compétences et ses qualités humaines.*

*Mes sentiments les plus dévoués sont exprimés à Mr **E.A. ELHADRAMI** Enseignants à la FST de Fès et responsable du Master Chimie et analyse chimique application à la gestion industrielle de la qualité qui nous a apportés que du bien durant notre formation.*

*Que Mr **A. BENLAMLIH**, responsable de laboratoire d'analyse physico-chimique et microbiologique et encadrant a COSUMAR de Casablanca, trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance, pour son accueil chaleureux, ses compétences et ses qualités humaines. Ses motivations et ses idées innovantes ont été d'une grande utilité pour la présente étude.*

Mes remerciements vont également à tout le corps enseignant de la FST, plus particulièrement à l'ensemble des enseignants du Département de Chimie, pour les efforts qu'ils n'ont pas hésité à déployer au profit de ma formation à la FST.

Que les membres de jury trouvent ici l'expression de ma reconnaissance pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger ce travail.

Je tiens aussi à remercier :

- ✓ *Les gens du laboratoire d'analyse de COSUMAR qui ont contribué au bon déroulement du stage et la réussite de ce travail.*
- ✓ *Les gens de la station de cristallisation qui n'ont pas cessé de me donner les conseils et les recommandations pour atteindre mon objectif.*

Enfin, je remercie toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.

SOMMAIRE

[Liste des figures](#)

[Liste des tableaux](#)

Introduction	1
Chapitre I : Présentation de la société et étude bibliographique	2
I. Présentation de la société	2
1. Historique	2
2. Fiche technique	3

3.	<i>Actionnaires</i>	4
4.	<i>Organigramme hiérarchique de l'entreprise</i>	4
5.	<i>Gamme de produits</i>	5
II.	<i>Etude bibliographique</i>	6
1.	<i>Généralités sur le sucre</i>	6
2.	<i>Mécanismes de la cristallisation</i>	8
3.	<i>Résultat de la cristallisation : le cristal de saccharose</i>	10
3.1	<i>Propriétés physicochimiques du saccharose</i>	10
3.2	<i>Paramètres influençant la vitesse de cristallisation</i>	11
	<i>Chapitre II : Procédé de fabrication et description du lieu</i>	14
I.	<i>Procédé de fabrication du sucre</i>	14
1.	<i>L'affinage</i>	16
2.	<i>L'épuration</i>	16
3.	<i>La décoloration</i>	17
4.	<i>L'évaporation</i>	18
5.	<i>La cristallisation</i>	18
II.	<i>Description de l'atelier de cristallisation - Séchage Tamisage des Granulés « STG2 »</i>	18
1.	<i>Le procédé des trois jets</i>	18
2.	<i>Les étapes de la cuisson</i>	21
2.1	<i>Remplissage et concentration</i>	21
2.2	<i>Grainage</i>	21
2.3	<i>Grossissement</i>	22
2.4	<i>Montée</i>	22
2.5	<i>Serrage</i>	22
2.6	<i>Coulée et dégraissage</i>	22
3.	<i>Les malaxeurs</i>	22
4.	<i>Les turbines</i>	22
5.	<i>Le séchage, refroidissement et stockage</i>	23
6.	<i>Analyses au laboratoire</i>	24
	<i>Chapitre III : Suivi et optimisation de la marche des bas-produits</i>	26
I.	<i>Suivi de la marche des Bas-produits</i>	26
1.	<i>Définition de la problématique</i>	26
3.1	<i>Suivi de la cuite A</i>	28
3.2	<i>Suivi de la cuite C</i>	29

II. Optimisation du fonctionnement des cuïtes et des turbines	31
1. Optimisation du fonctionnement des cuïtes	34
1.1 Optimisation de la cuisson dans la cuïte A	34
1.2 Optimisation de la cuisson dans la cuïte C	41
2. Optimisation de la marche des turbines	44
1.1 La turbine A	44
1.2 La turbine C :	48
Conclusion générale	52
<u>Références bibliographiques</u>	55
<u>Annexes</u>	55

Liste des figures

<i>Figure 1:Organigramme hiérarchique de la COSUMAR</i>	5
<i>Figure 2:Courbe de solubilité en fonction de la température (source [5])</i>	8
<i>Figure 3:Forme du cristal de saccharose (source [6])</i>	10
<i>Figure 4:Variation de la vitesse de cristallisation avec la pureté de la liqueur-mère réalisé par WEBRE (source [7])</i>	13
<i>Figure 5:Silos de stockage de sucre brut</i>	15
<i>Figure 6:Schéma de l'appareil de cuisson (source [4])</i>	20
<i>Figure 7:Cycle de fonctionnement normal d'une turbine discontinue (source [4])</i>	23
<i>Figure 8:Représentation graphique de la pureté d'égout et du rendement</i>	28
<i>Figure 9:Solubilité de sucre dans la cuïte</i>	28
<i>Figure 10:Représentation graphique d'épuisement et du % Cr dans la cuïte A</i>	29
<i>Figure 11:Représentation graphique de la pureté de la mélasse et du rendement de la cuïte C</i>	29
<i>Figure 12:Solubilité de sucre dans la cuïte C</i>	30
<i>Figure 13:Représentation graphique d'épuisement et du % Cr dans la cuïte C</i>	30

Figure 14:Diagramme d'Ishikawa	33
Figure 15:Plan composite pour deux facteurs	35
Figure 16:Etude des résidus de la réponse	38
Figure 17:Graphe de la fonction de désirabilité « Unilatérale gauche »	41
Figure 18:Variation de la réponse - Epuisement dans le plan : P.vap, Tps.Grs	41
Figure 19:Etude des résidus de la réponse	42
Figure 20:Variation de la désirabilité dans le plan : P.vapeur, tps.gros	44
Figure 21:Etude des résidus de la réponse : Pureté	46
Figure 22:Fonction de désirabilité Unilatérale droite élémentaire de la Pureté	47
Figure 23:Variation de la désirabilité dans le plan : Intensité, Qté d'eau	48
Figure 24:Variation de la désirabilité dans le plan : Intensité, Eau clairçage	51

Liste des tableaux

Tableau 1:Principaux actionnaires en 30.06.2009	4
Tableau 2:Propriétés physico-chimiques de la molécule de saccharose (source [13]).....	11
Tableau 3:Domaine expérimental.....	36
Tableau 4:Plan d'expériences et résultats d'essais	37
Tableau 5:Table d'Analyse de la variance 1 et 2.....	38
Tableau 6:Estimations et statistiques des coefficients	39
Tableau 7:Coefficient du modèle	40
Tableau 8:Coordonnées du maximum.....	41
Tableau 9:Caractéristiques du maximum	41
Tableau 10:Plan d'expériences et résultats d'essais	42
Tableau 11:Table d'Analyse de la variance 1 et 2.....	42
Tableau 12: Estimations et statistiques des coefficients	43
Tableau 13:Coefficient du modèle.....	43
Tableau 14:Coordonnées du maximum.....	44
Tableau 15:Caractéristiques du maximum	44
Tableau 16:Domaine expérimental	45
Tableau 17:Plan d'expériences et résultats d'essais	45
Tableau 18:Table d'Analyse de la variance 1 et 2.....	45

<i>Tableau 19:Estimations et statistiques des coefficients</i>	<i>46</i>
<i>Tableau 20:Coefficients du modèle</i>	<i>46</i>
<i>Tableau 21:Coordonnées du maximum.....</i>	<i>47</i>
<i>Tableau 22:Caractéristiques du maximum</i>	<i>47</i>
<i>Tableau 23:Plan d'expériences et résultats d'essais</i>	<i>48</i>
<i>Tableau 24:Table d'Analyse de la variance 1 et 2.....</i>	<i>49</i>
<i>Tableau 25:Etude des résidus de la réponse : Pureté.....</i>	<i>49</i>
<i>Tableau 26:Estimations et statistiques des coefficients</i>	<i>49</i>
<i>Tableau 27:Coefficients du modèle</i>	<i>50</i>
<i>Tableau 28:Coordonnées du maximum.....</i>	<i>50</i>
<i>Tableau 29:Caractéristiques du maximum</i>	<i>50</i>

Introduction

Depuis sa création en 1929 La COSUMAR (Compagnie Sucrière Marocaine de Raffinage), n'a cessé de croître et de se développer afin de devenir le Leader sur le marché national du sucre. Ses métiers de raffineur du sucre brut importé et de conditionneur du sucre sous toutes ses formes, morceaux, lingots, granulés et pains, lui confèrent une place de choix tant dans le paysage économique que social marocains.

Anticipant la libéralisation du marché et l'arrivée de la concurrence, le groupe COSUMAR devient de plus en plus exigeant sur l'amélioration de la productivité et de la qualité des produits, ces améliorations passent notamment par le développement de technologies nouvelles, par l'optimisation de l'outil industriel et l'amélioration des économies d'eau et d'énergie ainsi que par le lancement sur le marché de nouveaux produits répondant aux attentes de la clientèle.

La COSUMAR vise à appliquer la loi de Lavoisier '*rien ne se crée, rien ne se perd, tout se transforme*' d'où le sujet de mon stage optimisation du rendement du sucre des jets bas-produits dans la plus critique phase du raffinage 'la cristallisation'.

Durant mon stage à la COSUMAR j'étais amené à travailler dans la station de cristallisation dont le but d'augmenter le rendement de sucre de chaque jet des bas-produits en utilisant la méthodologie des plans d'expérience.

Afin de développer avec clarté les démarches mises en œuvre pour atteindre cet objectif, notre plan se subdivisera en deux axes principaux.

Dans le 1^{er} chapitre, nous présenterons la société industrielle du raffinage et des généralités sur le sucre.

Dans le 2^{ème} nous verrons en détail le procédé de raffinage et une description du lieu de déroulement de stage.

Dans le 3^{ème} nous développons les suivis et l'optimisation établis durant notre période de stage. Enfin nous terminerons par une synthèse du progrès de notre travail réalisé et de la valeur ajoutée à l'entreprise.

Chapitre I :

Présentation de la

société et étude

bibliographique

I. Présentation de la société

1. Historique

La COSUMAR est une société nationale qui a comme activité de base le raffinage de sucre brut et la commercialisation des produits finis (sucre raffiné et mélasse).

A partir de la production locale en canne et betterave, le Maroc couvre 47% des besoins en sucre du pays. Pour satisfaire ses besoins, le Maroc comble le reste en important du sucre brut de canne du Brésil.

En 2011, La COSUMAR a atteint une production annuelle de 818750,2 Tonnes avec un rendement de 97,4% dont :

- 35,5 % sous forme de pain
- 13,6 % sous forme de lingots et morceaux
- 50,9 % sous forme de granulés.

La COSUMAR est l'unique opérateur sucrière marocaine et elle est présente dans tout le territoire à travers ses cinq filiales : Cosumar SA, Surac, Sunabel, Suta, Sucrafor.

Elle assure :

- ✓ L'extraction du sucre à partir des plantes sucrières.
- ✓ Le raffinage du sucre brut.
- ✓ Le conditionnement et la commercialisation du sucre blanc.

Elle est fondée en 1929 par la société Siant-Louis de Marseille sous le sigle COSUMA.

En 1967, l'état marocain participe avec un capital de 50 % du capital de la COSUMA qui devient alors COSUMAR (Compagnie Sucrière Marocaine de Raffinage).

En 1985, l'Omnium Nord-Africain, ONA, prend le contrôle de la COSUMAR avec une participation de 55% du capital. La COSUMAR s'introduit dans la même année en Bourse.

En 1993, fusion de raffinerie avec les sucreries de Doukkala (Sidi Bennour et Zémamra).

En 2005, acquisition des 4 sociétés sucrières ex publiques SUTA, SUNABEL, SURAC et SUCRAFOR.

Et depuis 2005, COSUMAR n'a cessé de s'élargir et de renforcer son action dans ce secteur en développant le potentiel de sa production et la qualité de ses produits.

2. Fiche technique

Raison sociale	COSUMAR (compagnie sucrière marocaine et de raffinage)
Forme juridique	S.A (Société anonyme)
Siège social	8 Rue El Mouatamid Ibnou Abbed Roches noirs, Casablanca, Maroc
Chiffre d'affaire	5810,9 MDH
Capital	419 MDH
Capacité de production	2400 tonnes de sucre raffiné par jour
Superficie	20 hectares
Effectif	2400 personnes dont 105 cadres

3. Actionnaires

Les principaux actionnaires au 30/06/2009 sont :

ONA	55,49%
CIMR	12,82%
Divers actionnaires	11,63%
SNI	7,09%
Wafa ASSURANCE	5,35%
BANQUE ISLAMIQUE	3,41%
RMA WATANIYA	1,84%
MAMDA	1,42%
MCMA	0,77%
CELACO	0,18%
Total	100%

Tableau 1:Principaux actionnaires en 30/06/2009

4. Organigramme hiérarchique de l'entreprise

L'organigramme de l'entreprise est représenté dans la figure 1:

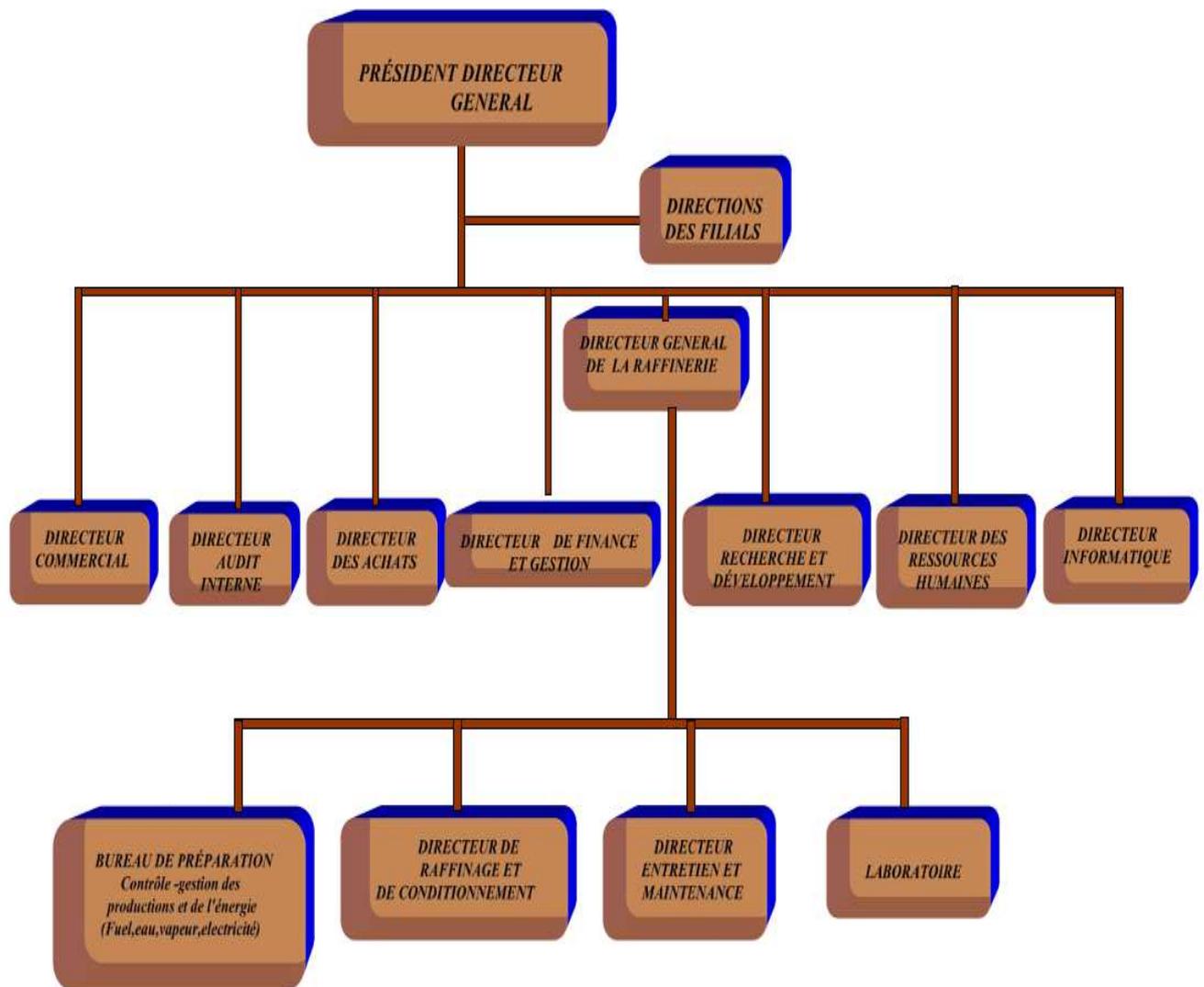


Figure 1: Organigramme hiérarchique de la COSUMAR

5. Gamme de produits

- **Pain à sucre :**

C'est un produit typiquement Marocain Pains il est emballer en papier de 2Kg puis en cartons de 24kg.



- **Le sucre Lingot :**

Utilisé pour la préparation du thé et du café et commercialisé sous forme des boites de 1 kg et en fardeau de 5 kg



- **Le sucre en morceau :**



Utilisé pour sucrer le café et constitue un totale de 650 tonne par jour avec le lingot et commercialisé sous forme des boites de 1 kg et des fardeaux de 5 kg.



- **Le sucre granulé :**

Sa production journalière étant de 450 tonnes (19%), et emballé dans du polyéthylène en sachets de 2 kg regroupés par 6, 12 ou 15 et sacs de 50 Kg.

- **Les coproduits :**

Ce sont les sous-produits qui résultent du raffinage du sucre :

La mélasse est une solution très pauvre en sucre qu'on n'a pas pu extraire, elle est destinée aux autres entreprises et utilisée comme substrat pour la fabrication de levures.

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

II. Etude bibliographique

1. Généralités sur le sucre

La cristallisation est un changement d'état qui conduit, à partir d'une phase liquide à un solide appelé cristal, de structure régulière et organisée [1].

C'est une opération de séparation et de purification faisant intervenir un transfert de masse et de chaleur. Elle est assez fréquente dans les industries agroalimentaires, telles que la sucrerie [2].

Caractéristique du sucre :

S : Quantité de saccharose à l'état liquide dans la masse totale ;

E : Quantité d'eau dans la masse totale ;

NS : Quantité des non-sucre dans la masse totale ;

Cr : Quantité des cristaux dans la masse totale ;

MS : Quantité totale de matières sèches ($S+NS$) présentes dans la solution.

- Brix liqueur mère

Le Brix liqueur mère est la mesure de la fraction massique de matières sèches (MS) contenue dans la liqueur mère ($S+NS+E$). Elle est définie par [3]:

$$Bx_{LM} = 100 \frac{S + NS}{S + NS + E} \quad \text{ou} \quad Bx_{LM} = 100 \frac{MS}{MS + E}$$

- *Brix masse-cuite*

Le Brix masse-cuite est la mesure de la fraction massique de matières sèches (MS) additionnée de la masse des cristaux de saccharose (Cr) contenue dans la masse-cuite ($S + NS + E + Cr$). Elle est définie par [3]:

$$Bx_{MC} = 100 \frac{S + SN + Cr}{S + SN + E + Cr} \text{ ou } Bx_{MC} = 100 \frac{MS + Cr}{MS + E + Cr}$$

- *Pureté liqueur mère*

La pureté liqueur mère est la fraction massique de saccharose à l'état liquide (S) dans les matières sèches (MS). Elle se définit par [3] :

$$Pte_{LM} = 100 \frac{S}{S + SN}$$

- *Pureté masse-cuite*

La pureté masse-cuite d'une solution est la fraction massique du saccharose à l'état liquide (S) additionnée de la masse des cristaux de saccharose (Cr) contenue dans la masse cuite ($S + NS + E + Cr$) moins la masse d'eau (E). Elle se définit par [3] :

$$Pte_{MC} = 100 \frac{S + Cr}{S + SN + Cr}$$

- *Teneur en cristaux*

La teneur en cristaux est définie par la masse des cristaux dans la masse totale [3] :

$$\%Cr = 100 \frac{Cr}{S + SN + E + Cr}$$

Cette teneur en cristaux peut être calculée soit à partir des Brix, soit à partir des puretés :

- A partir des Brix liqueur mère et masse-cuite :

$$\%Cr = 100 \frac{Bx_{MC} - Bx_{LM}}{100 - Bx_{LM}}$$

- A partir des puretés liqueur mère et masse-cuite :

$$\%Cr = \frac{Pte_{MC} - Pte_{LM}}{100 - Pte_{LM}} Bx_{MC}$$

✚ *La solubilité du saccharose*

La solubilité du saccharose se définit comme étant la quantité de saccharose qui peut être, dissoute pour une unité de volume de solvant donnée [5].

La solubilité du saccharose dans l'eau croît rapidement avec la température [6]. Elle dépend aussi de la pureté de la solution [7]. Effectivement, elle est fonction de la nature et de la quantité d'impuretés contenues dans la solution de saccharose. Ces impuretés peuvent être du glucose, sels organiques ou minéraux etc [6].

✚ *La saturation du saccharose*

La saturation correspond à la solubilité à saturation. Quand une solution contient la quantité totale du sucre qu'elle est susceptible de dissoudre, elle est saturée. En d'autres termes, une solution de sucre est saturée à une température donnée lorsque, mise en présence de cristaux de sucre, ces derniers ne se dissolvent pas et ne grossissent pas [5].

🚩 **La sursaturation du saccharose**

En dépassant la limite de solubilité, la solution est sursaturée. Dans cet état, le sucre devient potentiellement cristallisable. C'est un état d'équilibre stable.

Cet état est obtenu soit :

- Evaporation isotherme du solvant (1) ;
- Refroidissement direct ou par échange thermique (2) ;
- Concentration par évaporation (3) ;
- Relargage par ajout de sels ou de tiers solvant ;
- Précipitation (cristallisation par réaction chimique entre deux composés solubles pour former un composé insoluble) [8].

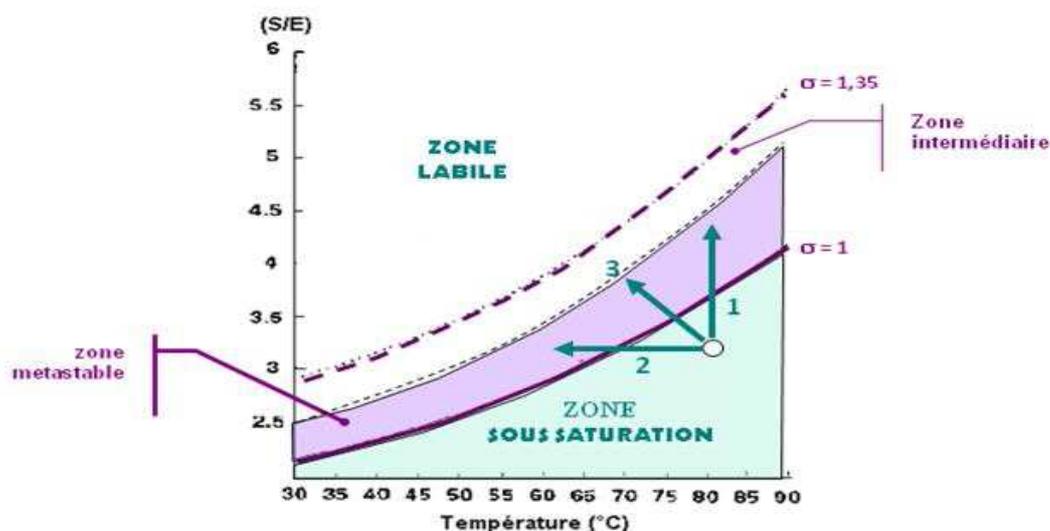


Figure 2: Courbe de solubilité en fonction de la température (source [5])

2. Mécanismes de la cristallisation

La cristallisation a lieu en phase sursaturée. Cependant, c'est une condition nécessaire mais pas suffisante pour l'apparition de nuclei. Ce n'est qu'à des niveaux élevés de sursaturation que la solution devient instable et que la formation d'une nouvelle phase prend place. En effet, une apparition spontanée de cristaux se fait dans la zone labile. Toutefois, la zone métastable est la zone recherchée en industrie[9].

🚩 **La nucléation**

La nucléation est le processus par lequel se forme la plus petite agrégation stable d'une phase cristalline [9]. Elle correspond à la naissance des cristaux et donc au retour de la solution à un état d'équilibre vrai.

Lorsque le sucre est dans l'eau, il convient d'établir une certaine sursaturation pour obtenir une cristallisation. Une fois établie, la solution laisse déposer des cristaux dans un laps de temps plus ou moins long, qui est fonction de la valeur de la sursaturation et du mécanisme de nucléation [10].

✓ *La nucléation primaire*

L'apparition des germes se fait dans un milieu où n'existe encore aucun cristal de la phase qui précipite [10]. Ils sont directement issus de la solution mère [1].

Il s'agit donc d'une nucléation spontanée très rapide et très forte. Ce type de nucléation a lieu dans la zone de sursaturation instable.

La nucléation primaire découle, dans les cristallisoirs industriels travaillant en solution, de deux mécanismes :

- *La nucléation primaire homogène*

Où les germes se forment dans le volume de la solution, de manière spontanée en l'absence des particules étrangères. Elle est due à une sursaturation élevée de la solution. L'élimination de tout solide étranger au soluté est impossible en cristallisation industriel. Ce genre de nucléation peut être considéré comme peu probable [1].

- *La nucléation primaire hétérogène*

Où les germes se forment sur les parois des cristallisoirs, sur les agitateurs ou sur des particules solides étrangères en suspension [1]. Elle est provoquée par des particules étrangères. Dans les appareils discontinus, l'apparition spontanée des tout premiers cristaux se fait plus probablement par ce type de nucléation puisqu'il est difficile d'éviter la présence de poussières ou de particules résiduelles de l'opération de cristallisation précédente [10].

✓ *La nucléation secondaire*

Deux phénomènes peuvent entraîner une nucléation secondaire :

- L'introduction de germes dans une solution sursaturée dans la zone métastable (l'ensemencement). Cela permet de déclencher le phénomène de cristallisation (par grossissement des germes) sans attendre la nucléation spontanée.
- Ou l'attrition de cristaux déjà présents dans la solution. En effet, lorsque la suspension est dense, les chocs entre cristaux libèrent des particules de taille microscopique qui peuvent se mettre à croître. Il y a alors nucléation secondaire. Ce type de nucléation n'existe pas en phase vapeur mais peut avoir une importance considérable en solution [9].

La croissance

Pour tendre vers l'état de plus grande stabilité, le système thermodynamique constitué par la suspension doit franchir la barrière d'énergie qui correspond à la formation des premiers cristaux. Le soluté en excès va être incorporé aux cristaux qui vont donc voir leur volume augmenter : c'est la croissance cristalline. Trois étapes se produisent successivement lors de la croissance des cristaux dans la solution [10] :

- le soluté est transféré depuis la solution jusqu'à la surface du cristal (étape de transfert).
- Le soluté est intégré au réseau cristallin au niveau d'un site de cristallisation (étape d'intégration).
- La chaleur de cristallisation libérée par l'intégration est dissipée

3. Résultat de la cristallisation : le cristal de saccharose

Un cristal est un solide caractérisé par un arrangement régulier des atomes, des molécules ou des ions suivant un modèle rigide qui est le réseau cristallin monoclinique, formant ainsi un motif géométrique bien défini et régulier.

Les coordonnées du cristal de saccharose [12] :

- ✓ $a = 10.8631 \text{ \AA}$.
- ✓ $b = 8.7044 \text{ \AA}$.
- ✓ $c = 7.7624 \text{ \AA}$.
- ✓ $\beta = 102.938^\circ$.

NB : Ces coordonnées diffèrent selon les auteurs.

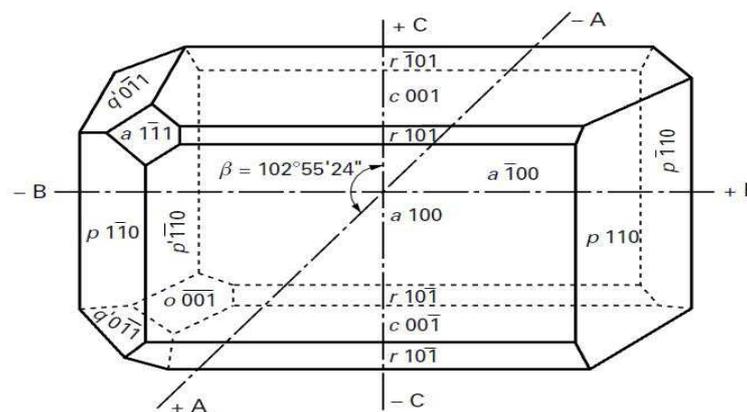


Figure 3: Forme du cristal de saccharose (source [6])

3.1 Propriétés physicochimiques du saccharose

Formule chimique	$C_{12}H_{22}O_{11}$
-------------------------	----------------------

Nom IUPAC	α -D-glucopyranosyl- (1-2) - β -D-fructofuranose
Structure cristalline	Monoclinique classe sphénoïdale
Masse moléculaire	342,29 g /mole
Masse volumique	1587,9 kg/m ³ à 15°C
Point de fusion	De 182°C à 192°C selon la pureté
Température de caramélisation	150°C
Polarisation de la lumière	Dextrogyre
Pouvoir rotatoire	A-D ₂₀ ^o du saccharose = +66,5°
Solubilité dans l'eau	2 g /1g d'eau (à 18°C) et 5g/1g d'eau (à 100°C) : <ul style="list-style-type: none"> - Elle augmente avec la température. - Elle dépend de la nature des non sucres.
Viscosité	Elle augmente quand : <ul style="list-style-type: none"> - La densité du liquide augmente (Brix plus élevé). - La pureté diminue (mêlasse et égout).
Pureté	Pour le saccharose cristallisé elle dépasse les 99,9%.
Enthalpie de formation	2424 kJ /mole (à 25°C et à 1 atm).
Chaleur spécifique	$C_p = 1,1269 + 4,24 \cdot 10^{-3} T + 6,24 \cdot 10^{-6} T^2$ Solutions de saccharose : $C_p = f$ (température / concentration)
Chaleur de combustion	5647 kJ /mole.
Chaleur de cristallisation	10,41KJ/mol à 30°C et 32,66 KJ/mol à 57°C.

Tableau 2:Propriétés physico-chimiques de la molécule de saccharose (source [13])

3.2 Paramètres influençant la vitesse de cristallisation

✓ L'agitation

L'agitation contribue à l'augmentation de la vitesse de cristallisation en renouvelant l'eau-mère au contact des cristaux. Ceci réduit l'épaisseur de la couche limite et favorise le transfert de matière de la solution vers la surface cristalline.

SMYTH (1971) a confirmé qu'à température et saturation constantes, la vitesse de cristallisation augmente avec l'agitation. Au-delà d'une certaine limite, la vitesse de cristallisation est contrôlée par le phénomène d'insertion des molécules dans le réseau cristallin [2].

✓ *La viscosité*

Lorsque la température augmente, la viscosité diminue et donc la vitesse de cristallisation s'élève.

Toutefois, à mesure que la concentration augmente, la viscosité de la solution de saccharose augmente d'une manière exponentielle. A un point donné, l'effet de la sursaturation est surpassé par la viscosité ce qui bloque la diffusion des molécules de saccharose vers la surface cristallines et fait diminuer la vitesse de cristallisation [2].

✓ *Le pH*

DUBOURG (1952) a étudié l'effet du pH sur la vitesse de cristallisation. Il a conclu que l'alcalinité réduisait la vitesse de cristallisation du saccharose, à cause de la formation de saccharates qui immobilisent une partie du saccharose de la solution [2].

✓ *La taille des cristaux*

La vitesse de croissance des cristaux dépend de la taille des cristaux. En fait, pour des cristaux de tailles comprises :

- ✓ entre 200 μm et 2 mm : plus grands sont les cristaux et plus grande sera leur vitesse de croissance. L'augmentation de la vitesse est accentuée par la présence de dislocations au niveau des cristaux de grande taille ;
- ✓ entre 1 et 2 μm : le grossissement des cristaux se fait à une vitesse très lente vu leur soumission à une sursaturation très faible dû à leur solubilité élevée.

Des cristaux ayant initialement la même taille, et se trouvant dans les mêmes conditions, ne grossissent pas de la même façon. Ceci est dû à la perturbation de la cinétique de l'intégration des molécules soit par la présence d'impuretés sur la surface soit par la déformation des cristaux et leurs dislocations de surface [14].

✓ *La température*

La température influence la vitesse de cristallisation, puisque elle a un effet direct sur la solubilité du sucre, la sursaturation et la viscosité [11].

Dans les conditions de cuisson industrielles, la température est limitée à 85 – 88°C, vu la sensibilité du saccharose à l'égard de l'élévation de température (dégradation en matières colorantes et développement de lacunes et dislocations au niveau du cristal) [2].

✓ *La sursaturation*

Pour une température constante, la vitesse de cristallisation est nulle à saturation, augmente linéairement quand la concentration de la solution augmente puis passe par un maximum avant de s'infléchir. Ceci est dû à la viscosité, puisque :

- au voisinage de la saturation, la sursaturation à une influence prépondérante favorable sur la vitesse de cristallisation ;
- à mesure que la concentration augmente, la viscosité de la solution de saccharose augmente d'une manière exponentielle. L'effet de la sursaturation est donc surpassé à un point donné par la viscosité. Son effet bloque donc la diffusion des molécules de saccharose vers la surface cristallines.

Si la concentration augmente jusqu'à atteinte de la zone métastable, la vitesse de cristallisation devient nulle.

Il a été établi que le taux d'absorption du saccharose par les cristaux était proportionnel au carré de la sursaturation [7].

✓ *La pureté*

Une pureté élevée de la liqueur se traduit par une vitesse de cristallisation forte [11]. Cette relation est illustrée par le schéma suivant :

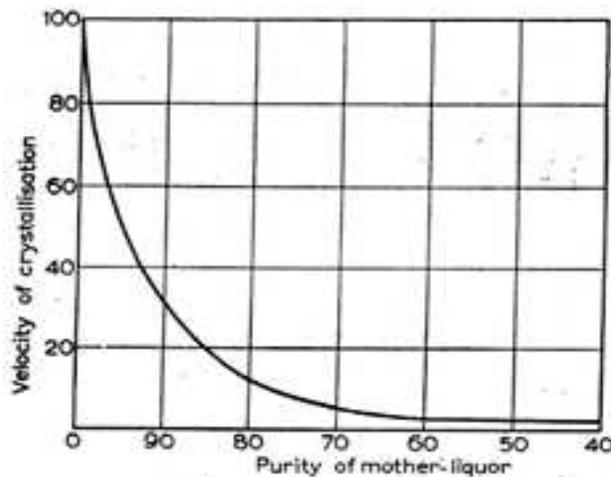


Figure 4: Variation de la vitesse de cristallisation avec la pureté de la liqueur-mère réalisé par WEBRE (source [7])



Chapitre II :

Procédé de

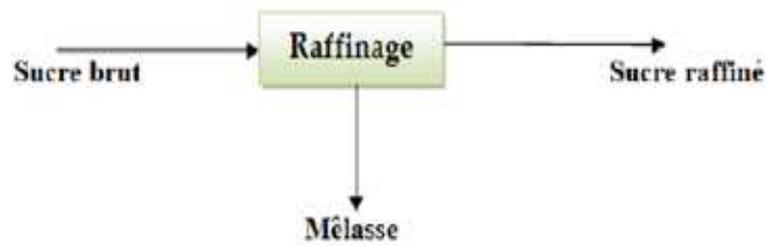
fabrication et

description du lieu

I. Procédé de fabrication

Le raffinage est le procédé qui permet d'obtenir à partir du sucre brut, un sucre raffiné le plus pur possible et une mélasse contenant le maximum d'impuretés venant du sucre brut et

le minimum de sucre. Et ça dans les conditions les plus économiques (économie d'énergie, d'emballage et évité toutes pertes de sucre).



Le sucre brut constitue la matière première de la raffinerie, il est stocké dans des grands "silos" dont la capacité est de 75000 tonnes.



Figure 5: Silos de stockage de sucre brut

Ce sucre est constitué du saccharose et de trois types d'impuretés :

- Impuretés externes.
- Impuretés internes.
- Autres types d'impuretés.

Dans le but d'éliminer ces trois types d'impuretés le sucre est transféré vers la station d'affinage grâce à des bandes transporteuses en passant par une Servo-balance pour déterminer le poids à l'entrée, un aimant pour éliminer les métaux ferreux et un tamis vibreur pour isoler les grosses impuretés.

1. L'affinage

Comme tout produit brut, le sucre contient des impuretés aussi bien internes qu'externes. L'empattage vise quant à lui à éliminer les impuretés externes. Au cours de cette première étape, le sucre passe tout d'abord dans des empâteurs où il est mélangé avec de l'eau sucrée saturée.

Afin de permettre l'accélération de la diffusion des non-sucre et la réduction de la viscosité de ce mélange, ce dernier est chauffé avec de la vapeur circulant au niveau de la double enveloppe. Le malaxage dans l'empâteur cause un frottement entre les cristaux et élimine les impuretés externes du sucre brut.

Le sucre dégagé de sa gangue est dit affiné, mais l'affinage n'a aucune action sur les impuretés incluses dans le système cristallin. Pour attaquer ces impuretés, il faut défaire le système cristallin, pour cela il sera destiné vers trois fondoirs pour assurer la fonte de ce sucre à l'aide des échangeurs en faisant des cycles fermés (échangeur-fondoir). A la sortie on obtient une fonte commune destiné vers l'étape suivante « l'épuration ».

Cette refonte est mélangée avec la refonte du sucre roux des bas produits pour constituer la **fonte commune**

2. L'épuration

Cette étape a pour but d'éliminer le maximum d'impuretés de la fonte commune, et elle est constituée de deux étapes principales :

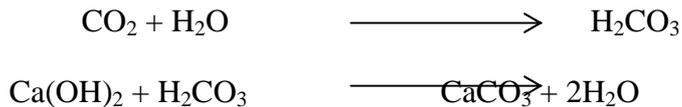
- La carbonatation : épuration Calco-carbonique (chimique)
- La filtration : Epuration mécanique.

➤ *La carbonatation*

Le chaulage est pratiqué à la température de la fonte commune 70 à 75°C afin d'accélérer la vitesse de la réaction et il ne faut pas dépasser cette température pour ne détruire la molécule de saccharose. Dans la conduite d'alimentation de la première chaudière, on injecte le lait de la chaux déjà préparé selon la réaction suivante :



Le pH du sirop varie entre 11 et 11,5. Dans chaque chaudière on injecte le gaz carbonique CO₂ à travers des vannes régulatrices situées en haut de chaque chaudière. Le barbotage de CO₂ permet la formation d'un précipité de carbonate de calcium qui va adsorber une grande proportion d'impuretés du sirop, suivant les réactions suivantes :



La concentration de la chaux passe de 6 g/l à 3g/l dans la première chaudière, de 3g/l à 1,5g/l dans la 2^{ème} pour sortir à la fin de la 3^{ème} chaudière avec une concentration de 0,06g/l. Le CO₂ utilisé provenant des chaudières de la centrale passe par un dépoussiéreur puis il subit un lavage à l'eau courante pour le débarrasser des matières indésirables.

A la fin de la carbonatation, le sirop obtenu est appelé «une commune carbonatée». Il sort avec un débit de 145m³/h, un Brix de 64%, un pH de 8,5 et une concentration de la chaux de 0,06 g/l.

Dans le cas d'une concentration d'amidon et de dextrane supérieur à 100 ppm, il y a ajout de réactifs enzymatiques « Termamyl et Dextranase » pour la dégradation de l'amidon et de la dextrane en produits de faible poids moléculaire.

➤ *La filtration*

L'objectif de la filtration est l'élimination des impuretés internes qui sont précipitées lors de la carbonatation par séparation liquide solide à l'aide des filtres, afin de séparer le sirop et le précipité de la carbonatation, huit filtres ont été installés. Les carbonates de calcium (CaCO₃) s'accumulent autour de la toile qui enveloppe les poches des filtres en formant un gâteau.

La « commune filtrée » est limpide d'une pureté supérieure à 99% et d'un brix de 63%.

3. La décoloration

La commune filtrée bien qu'elle est limpide et d'une pureté de plus de 99%, mais la cristallisation ne donnerait pas encore de cristaux parfaitement blancs à cause des matières

colorantes n'ayant pas pu être enlevées par la carbonatation ou retenues par la filtration. C'est pourquoi, que l'on procède à la décoloration de cette commune filtrée par son passage à travers des résines anioniques fortement basiques qui assurent 80% d'adsorption et 20% d'échange ionique.

4. L'évaporation

Après décoloration sur résine, le sirop obtenu appelé **raffinée non concentré** qui a une pureté plus de 99% et un Brix de 60 à 65%. Cette raffinade sera concentrée par élimination d'une partie de son eau dans deux corps évaporateur « Corps 2400 et 1600 » à double effet appelé CEFT (Corps évaporateur à flot tombant). La vapeur qui circule à 125°C, à travers des faisceaux tubulaires, cède sa chaleur latente par conduction à la raffinade, l'eau est ainsi évaporée et la vapeur condensée. Cette évaporation se fait sous vide partiel pour abaisser le point d'ébullition de la raffinade et éviter la caramélisation du sucre. La **raffinée concentrée** sort des deux évaporateurs avec un Brix compris entre 70 et 75%.

5. La cristallisation

C'est la dernière et la plus délicate parmi toutes les postes de la raffinerie, elle a une influence profonde sur le sucre et sur le rendement. La cristallisation est une opération de séparation et de purification. Elle a pour but d'extraire, avec un rendement aussi bien élevé que possible le sucre dissous dans le sirop sous forme cristallisé. Les non-sucre sont concentrés dans une solution épuisée appelée la mélasse.

II. Description de l'atelier decristallisation - Séchage

Tamisage des Granulés « STG2 »

1. Le procédé des trois jets

La production de sucre s'effectue en différentes étapes de cristallisation consécutives à partir du sirop issu de l'atelier d'évaporation. En effet, lorsque la teneur en cristaux d'une masse-cuite devient supérieure à 50%, l'augmentation de la viscosité du milieu entrave le phénomène de diffusion des molécules de saccharose vers les cristaux. La cristallisation fractionnée consiste à centrifuger la masse-cuite devenue trop visqueuse pour séparer les cristaux de la liqueur mère. La liqueur mère dont la concentration en saccharose est encore élevée, est épuisée lors des étapes suivantes. Elle est ainsi utilisée comme égout d'alimentation

au cours de la phase de croissance de l'étape suivante. Lorsque ces étapes sont répétées trois fois, il est dit « procédé des trois jets ».

Le procédé des trois jets comprend trois cycles complets de cristallisation. Chaque cycle commence avec la formation des cristaux dans la solution sucrée, et se termine par la séparation des phases solide et liquide. Chaque cycle se déroule en trois étapes :

- la cristallisation du saccharose à l'état liquide dans la solution par le procédé de cristallisation ;
- le malaxage qui permet d'épuiser au maximum la liqueur mère par la mise en pratique du procédé de cristallisation par refroidissement ;
- le turbinage, ou centrifugation, qui est l'étape de séparation des cristaux contenus dans la masse-cuite.

Les liqueurs mères successives s'appauvrissent en saccharose dissous en passant d'un jet à un autre.

Le sirop provenant de la station d'évaporation est cristallisé en utilisant deux types de cuites :

✓ *Cuite continue*

Cette cuite est formée de quatre compartiments classiques à puits central superposés et équipés d'agitateurs. Le magma alimente le compartiment supérieur et la MC circule, pour les cuites à jets riches par passage moyennant une vanne de régulation pour le maintien du niveau à environ 40 cm au-dessus du faisceau.

Le vide et la vapeur faisceau de chaque compartiment peuvent être contrôlés séparément.

✓ *Les cuites discontinues*

Les cuites de cristallisation sont de deux types de capacités, les cuites R2 et A de 710 hl et les cuites R3-1, R3-2, R4, C et B de 550 hl, qui sont des cuves parfaitement agitées. A l'intérieur de ces cuves on trouve un faisceau tubulaire qui permet l'échange thermique entre le sirop et la vapeur entrant dans la cuite lors de l'agitation.

Ces cuites assurent la transformation du sirop en masse cuite (égout mère + cristaux de sucre) par évaporation.

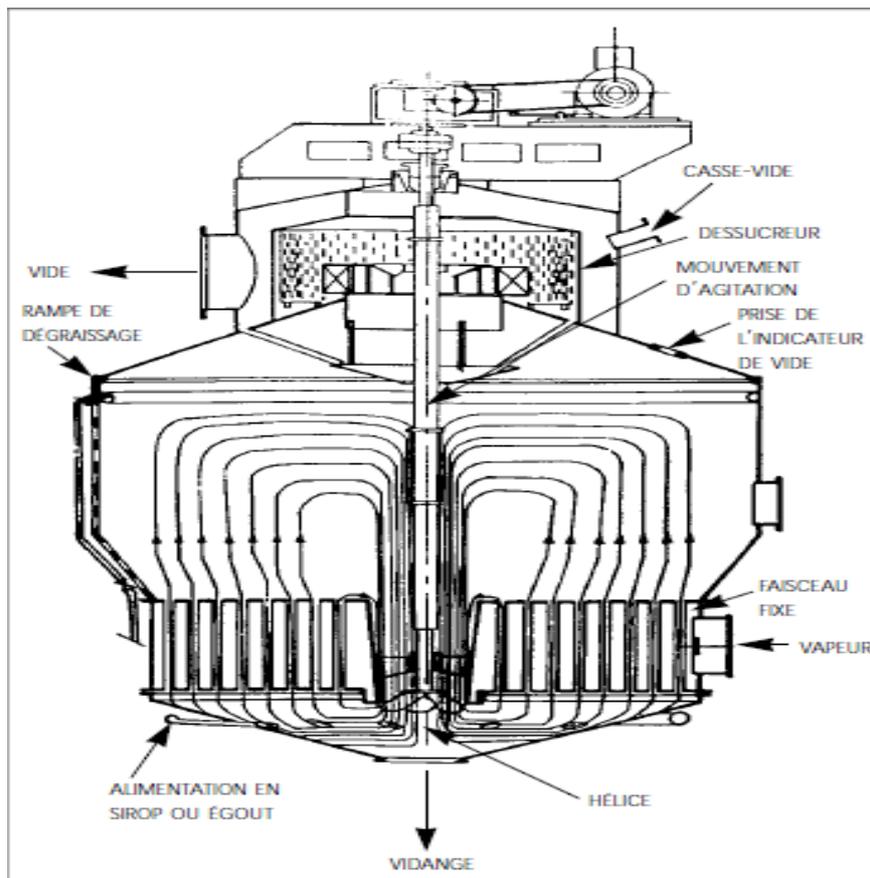


Figure 6:Schéma de l'appareil de cuisson (source [4])

Cette cuite comprend :

- La calandre : est l'enveloppe extérieure de l'appareil à cuire.
- Le faisceau tubulaire : placé tout en bas de la cuite car il doit toujours être entièrement couvert par le sirop. C'est un tambour muni de tubes allant d'une plaque à l'autre où la masse cuite circule dans les tubes et la vapeur à l'extérieur.
- L'agitateur : Son rôle est d'homogénéiser le mélange entrant et d'assurer l'échange thermique entre le mélange et la vapeur, ainsi que de favoriser le transfert de matière entre les cristaux et l'eau mère.

✓ *Cuites haut-produits*

Il y a quatre cuites qui assurent la cristallisation du sirop, cuite R_2 , R_{3-1} , R_{3-2} et R_4 le sucre de ces quatre cuites est destiné à la commercialisation.

✓ *Cuites bas-produits*

La cristallisation des bas-produits est réalisé à l'aide de trois cuites A, B et C, mais il n'y a que la cuite A et C qui sont en production, le sucre de la cuite C est utilisé pour le grainage de la cuite A par contre le sucre de la cuite A est destiné à la première étape du raffinage pour recommencer le cycle à zéro.

2. Les étapes de la cuisson

Avant de commencer la cuisson les bacs des cuites doivent être à 60 % de niveau. La cristallisation dans les cuites discontinue comprend six étapes à cités :

2.1 Remplissage et concentration

Après avoir établi le vide, on remplit la cuite 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, on démarre l'évaporation en ouvrant progressivement la vanne de la vapeur tout en gardant le vide à la valeur voulue.

Cette première phase de formation du pied de cuite est terminée quand la sursaturation convenable pour le grainage est atteinte.

- Intérêt de la concentration sous vide

Pour des températures comprises entre 100 et 150°C, le sucre est détruit en partie en donnant des produits colorés (caramel) et des produits non cristallisables (sucres réducteurs) ce qui constitue des pertes importantes de sucre. On a donc intérêt à diminuer le plus possible la température d'ébullition et à réduire la durée de cette ébullition. Il faut donc, cuire vite et à basse température, cette dernière condition est réalisée par la cuisson sous vide.

2.2 Grainage

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

Le grainage se fait par ensemencement à 80% de brix, cette méthode consiste à porter le pied de cuite à une faible sursaturation de 1.15 à 1.20 (zone métastable), puis on introduit, en évitant toute entrée d'air, une quantité suffisante de saccharose sous forme de poudre. Il s'agit alors de faire grossir cette quantité de cristaux sans produire d'autres grains.

- La semence est obtenue par broyage de sucre cristallisé à laquelle on ajoute de l'alcool isopropylique, pour la protection des germes pendant un certain temps contre le risque de dissolution.
- La quantité nécessaire pour le grainage d'une cuite est calculée d'après la relation suivante :

$$\text{Masse des } \mu \text{ cristaux} = \left(\frac{\text{longueur des } \mu \text{ cristaux}}{\text{longueur des gros cristaux}} \right)^3 * \text{masee des gros cristaux}$$

2.3 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). Il faut éviter pendant cette période une trop grande dispersion des germes, d'où la nécessité d'avoir ici une évaporation limitée.

2.4 Montée

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.

De plus, les cristaux produits doivent être aussi réguliers que possible, ne pas présenter de "macles" (plusieurs grains collés ensemble), ni de "poussière" (très fins grains formés accidentellement pendant la cuisson).

2.5 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.

2.6 Coulée et 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.

3. Les malaxeurs

Ce sont des appareils de capacité plus importante que celle des appareils à cuire, équipé d'un système d'agitation. Ils reçoivent la masse cuite coulée à partir du cristalliseur, afin de compléter la formation des cristaux et de pousser l'épuisement de l'eau mère, cela est réalisé grâce au refroidissement assuré par le système d'agitation.

4. Les turbines

Ce sont des centrifugeuses discontinues et continues automatiques. 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 les cristaux de sucre tout en laissant passer l'égout.

Ces centrifugeuses sont ouvertes de la partie supérieure permettant ainsi l'alimentation en masse cuite et de la partie inférieure permettant la décharge du sucre lors du moment de déchargement. Signalons qu'avant les turbines, la masse cuite malaxée arrive dans un distributeur ayant le même rôle qu'un malaxeur, il est appelé ragot.

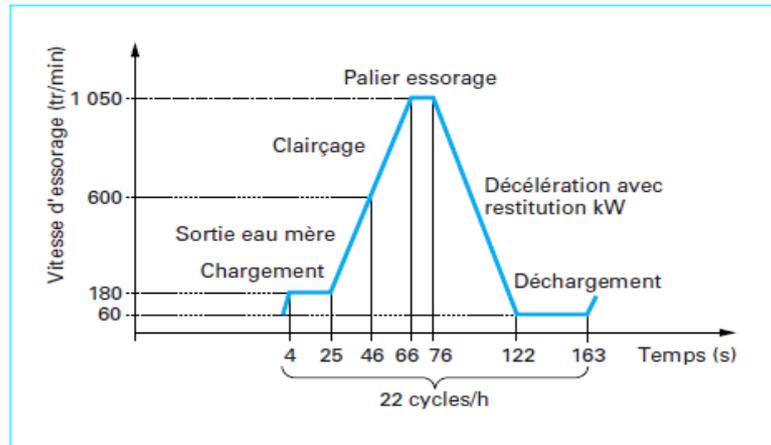


Figure 7: Cycle de fonctionnement normal d'une turbine discontinue (source [4])

5. Le séchage, refroidissement et stockage

Le sucre sortant des centrifuges titres encore 1 à 2% d'humidité. Il est nécessaire d'abaisser cette humidité aux alentours de 0.02 à 0.03 % afin d'éviter l'altération du sucre par attaque bactérienne ou par formation des agglomérats.

Pour réduire cette humidité, on fera appel à un tambour sécheur qui grâce à un courant d'air suffisamment chaud transformera le liquide qui entoure le cristal en vapeur qui sera extraite du sécheur.

C'est l'humidité libre qui disparaîtra au séchage, et l'humidité liée si elle est en excès il diffusera lentement à travers le cristal ce qui peut occasionner lors du stockage en vrac des sucres blancs des prises en masse ou des formations de agglomérats qui peuvent compromettre la conservation du sucre.

Le principe général du sécheur est de faire circuler de l'air chaud à travers le sucre qui tombe en pluie, et généralement sucre et air progressent à contre-courant.

Le sucre ensilé ou ensaché trop chaud ne se conservant pas, il est refroidit dans un refroidisseur à lit fluidisé qui permet d'abaisser la température aux environs de 35°C.

Une fois séché et refroidi le sucre est tamisé avant d'être stocké dans le but principal d'éliminer les fractions extrêmes de la dimension voulue, celle-ci étant en général obtenu lors de la cristallisation, et finalement sucre peut être ensuite stocké soit en sacs, soit en vrac dans les silos.

6. Analyses au laboratoire

L'analyse de la qualité du sucre brut, la surveillance de certains paramètres des phases critiques de la production et l'évaluation de la qualité du produit fini sont essentiels pour COSUMAR dont le but de conserver le fonctionnement des matériels et pour aboutir à des produits de bonne qualité. Pour cela plusieurs analyses sont effectuées sur le sucre brut, produits intermédiaires et finalement sur le sucre raffiné.

- Sucre brut

Ces analyses sont effectuées pour évaluer la qualité de sucre brut dont le but d'attribuer à la fin le prix d'achat, parmi ces analyses on trouve :

La polarisation, le taux de cendre, le taux de réducteurs, la coloration, le pH, le taux de dextrane, le taux d'amidon, l'humidité et les insolubles.

- Produits intermédiaires

Ces analyses permettent le suivi du procédé pour bien maîtriser la fabrication, ces analyses sont : % de brix, pH, la coloration, la pureté, les cendres et le glucose.

- Le sucre raffiné

Tous types de sucres raffinés est sujet de divers contrôles tel que : La coloration, la teneur en sulfite (SO₂), les cendres, le glucose, la pureté, l'humidité, le pH, la turbidité et les insolubles.

Les différents modes opératoires qui sont réalisés dans cette section du laboratoire sont recommandés par l'ICUMSA : Commission Internationale d'Uniformisation d'Analyse du Sucre « international commission of Uniform methods for Sugar Analysis ».



Chapitre III :

Suivi et

optimisation de la

marche des bas-

produits

I. Suivi de la marche des Bas-produits

1. Définition de la problématique

Le jet de cristallisation produisant des sucres de consommation, constitue ce qu'on appelle la cristallisation des hauts produits, les jets de cristallisation d'épuisement, conduisent à la cristallisation des Bas-produits.

Le dernier égout obtenu, qu'on considère comme pratiquement épuiser, ou qu'on renonce à épuiser, s'appelle "mélasse". Cette dernière contient encore du sucre en solution dont la présence de non-sucre rend impossible la cristallisation par une opération supplémentaire, la pureté de la mélasse devrait se situer en dessous de 60% ce qui n'est pas le cas actuellement.

➤ Pertes financières

Les pertes financières d'une cristallisation insuffisante peut-être calculé par la formule suivante [15]:

$$\text{Perte} = (\text{Prix sucre blanc} - \frac{\text{Prix mélasse} \times 100}{47}) \times (\frac{\text{Brix mélasse}}{100}) \times (\frac{Q1 - Q2}{100 - Q2})$$

Avec

Q1 : Pureté de la mélasse réelle

Q2 : Pureté de la mélasse techniquement possible

47 : indique le rendement

Exemple d'application : On a :

- Prix de sucre blanc : 7000 DH/ tonne
- Prix de la mélasse : 1500 DH/ tonne
- Brix de la mélasse : 84
- Q1 : 57
- Q2 : 56

Pour une tonne de la mélasse les pertes pour un point de différence entre la mélasse produit et la mélasse techniquement possible égale à 72,7DH/tonne.

Or la pureté de la mélasse fabriqué à COSUMAR est de supérieur à 60 donc pour 4 points de différence : pertes = $4 \times 72,7 = 290,8$ DH/tonne.

Sachant que COSUMAR fait le traitement de 3000tonne/jour et la mélasse produite est 1 % donc les pertes seront $30 \times 290,8 = 8724$ DH/jour.

Donc pour un mois on a $8724 \times 30 = 261720$ DH/mois.

Pour une année les pertes pour 4 points de différence entre la mélasse produites et la mélasse techniquement possible seront : $290,8 \times 30 \times 365 = 3184260$ DH/ année.

Donc devant cet énorme chiffre, l'optimisation de la marche des bas-produits devient indispensable dans la raffinerie.

➤ *Objectif*

- Minimiser la quantité et la pureté de la mélasse produite (valeur cible de la pureté 56)
- Augmenter l'épuisement de chaque cuite A et C
- Optimiser la marche de la turbine A et C.

➤ *Démarche à suivre*

- Brainstorming : Récolte de tous les facteurs qui peuvent influencer la marche des bas produits et augmenté la pureté de la mélasse.
- Diagramme cause à effet « Ishikawa » pour classer ces facteurs selon les 5M (Milieu, Matériel, Main d'œuvre, Méthode et Matière).

- Plan d'expérience pour chercher l'optimum des facteurs et atteindre la valeur désiré la pureté de la mélasse.

➤ **Suivi de la cristallisation des bas-produits**

Pour déterminer les causes et les problèmes rencontrés dans les bas-produits, on a procédé à un suivi de la marche de production :

3.1 Suivi de la cuite A

➤ **Pureté d'égout et rendement**

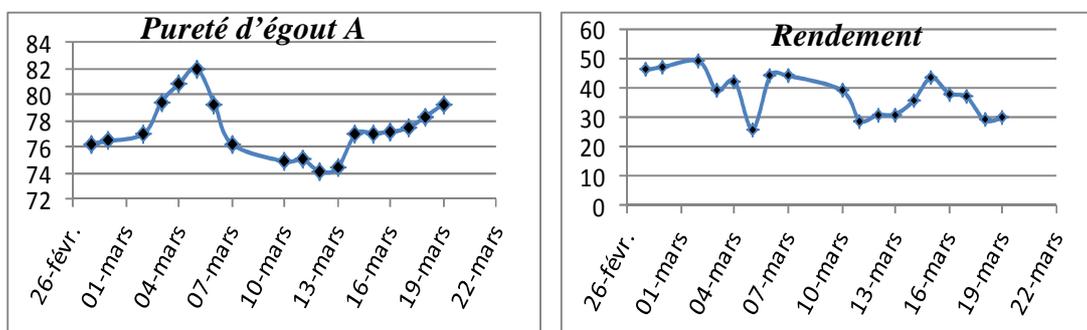


Figure 8: Représentation graphique de la pureté d'égout et du rendement

Selon ce suivi on constate que la marche de la cuite A à connait plusieurs perturbation ce qui signifie que les paramètres de cette cuite et de sa turbine ne sont pas contrôlés et doivent être optimisés.

➤ **Solubilité de sucre**

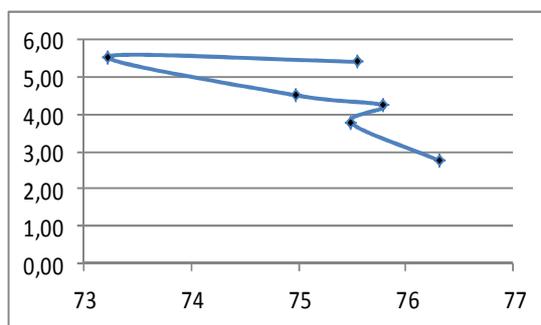


Figure 9: Solubilité de sucre dans la cuite

Selon le graphique qui représente la solubilité en fonction de la température on constate la présence des fluctuations de la solubilité qui indique la perturbation de la marche de cuisson au niveau des cuites.

➤ *Épuisement et % de Cristaux*

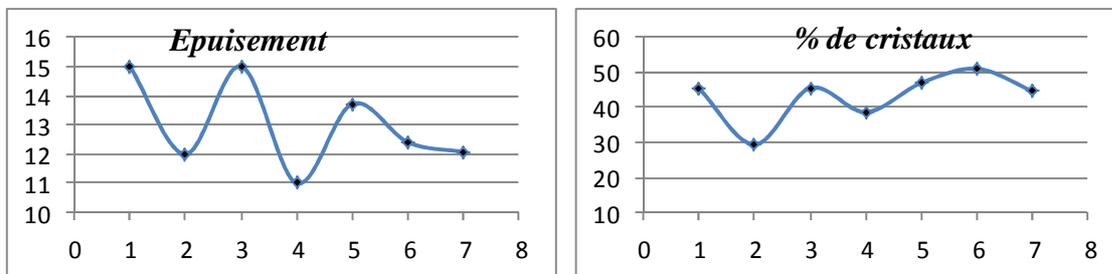


Figure 10: Représentation graphique d'épuisement et du % Cr dans la cuite A

On constate que le taux d'épuisement à connaît plusieurs perturbations et ne dépasse pas 15 de même pour le % de cristaux qui est non maîtrisable, ces deux derniers sont influencés par plusieurs paramètres qu'on tente de maîtriser: le coefficient de sursaturation, la quantité de semence et le brix de grainage.

3.2 Suivi de la cuite C

➤ *Pureté de la mélasse et rendement*

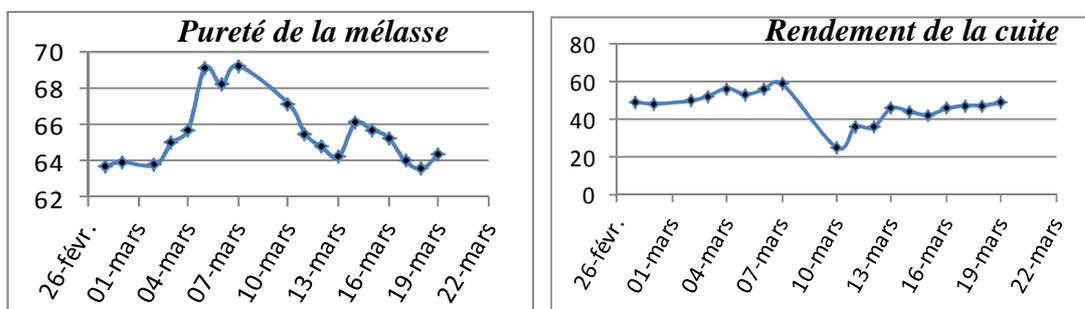


Figure 11: Représentation graphique de la pureté de la mélasse et du rendement de la cuite C

D'après cette représentation graphique la pureté de la mélasse n'atteint plus la valeur théorique « techniquement possible » $P_t = 56$, selon le suivi elle peut arriver jusqu'à 69, de même pour le rendement qui peut atteindre 20% la chose qui indique que les paramètres des cristalliseurs et des turbines ne sont pas contrôlés.

➤ *Solubilité de sucre*

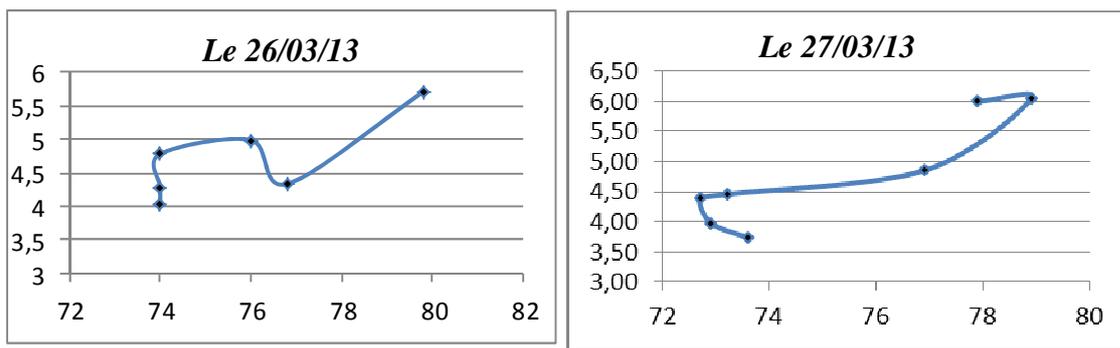


Figure 12: Solubilité de sucre dans la cuite C

La fluctuation présente dans les deux figures indique la mauvaise conduite de la cuisson dans la cuite C.

➤ *Epaissement et % de Cristaux*

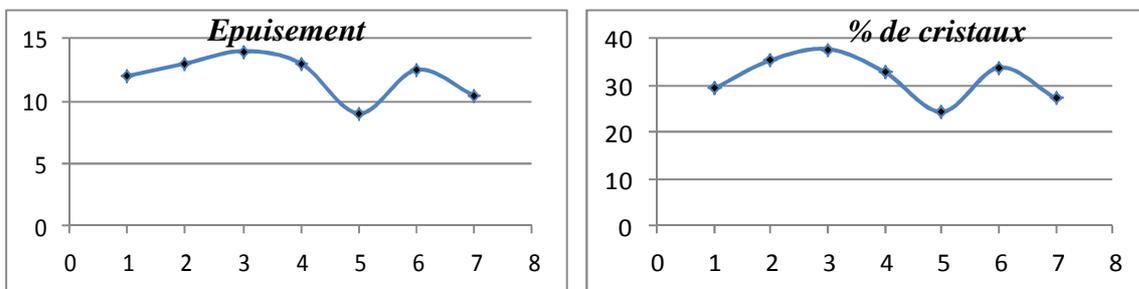


Figure 13: Représentation graphique d'épaissement et du % Cr dans la cuite C

Le taux d'épaissement à connait plusieurs perturbations et chute jusqu'à 9 de même pour le % de cristaux qui doit être compris entre 0,30 et 0,35, ces deux critères sont influencés par plusieurs paramètres qu'on estime de maîtriser: le coefficient de sursaturation, la quantité de semence et le brix de grainage.

Pour les deux facteurs Quantité de semence et Brix de grainage, on peut les fixés car on a trouvé une équation qui permet le calcul de ces deux derniers.

- *Quantité de semence*

La quantité de semence varie avec la pureté et le brix de la liqueur d'entrée. On peut calculer cette quantité par l'équation suivante [16] :

$$\text{Quantité de semence} = [(\text{volume cuite}) \times (\text{Pureté}/100) \times (\text{densité}) \times (\text{Brix}/100) \times (\text{rendement}) \times \left(\frac{\text{longueur des micro-cristaux}}{\text{longueur des gros cristaux}}\right)^3 \times 1,1 \times (13/5)]$$

Cette quantité est en (ml).

- *Brix de grainage*

De même pour ce paramètre il est dépendant de la pureté et de brix d'entrée de la liqueur. L'équation suivante permet le calcul de ce paramètre [4]:

$$\text{Brix grainage} = \frac{100 \times \frac{S}{E} \text{recherchée}}{\frac{S}{E} \text{recherchée} + (\text{Pté L}/100)}$$

Avec :

S/E : la solubilité de sucre recherché pour atteindre une solubilité de 1,2 sachant que k

$$= \frac{\frac{S}{E} \text{Recherché}}{\frac{S}{E} \text{Référence}} \quad \left(\frac{S}{E} \text{référence est obtenu a partir de la table de VAVRINECZ [4]} \right)$$

Pté L : Pureté de la liqueur d'entrée.

II. Optimisation du fonctionnement des cuites et des turbines

Selon les suivis établis on constate que la solubilité de sucre n'est plus maîtrisable soit dans la cuite A soit dans la cuite C chose qui nous à pousser à chercher les facteurs responsables de cette perturbation en passant par un brainstorming, un diagramme d'Ishikawa ou un diagramme de cause à effet (5M).

➤ *Brainstorming*

Au cours de notre diagnostique de la station de cristallisation on a utilisé la technique de brainstorming pour la récolte de facteurs qui peuvent influencer la pureté de la mélasse.

Le **Brainstorming** est une méthode qui permet de produire un maximum d'idées en un minimum de temps. Il est utilisé pour résoudre un problème en recherchant les causes et les solutions possibles. Il se déroule en trois phases :

- Phase de recherche :
- Phase de regroupement et de combinaison des idées :
- Phase de conclusion :

Le Brainstorming est un travail de groupe qui consiste à faire sortir le maximum d'idées. On a procédé par poser des questions aux différents techniciens et intervenants dans la STG2, et on a pu récolter les causes suivantes :

- Chute brutale du vide au cours de la cuisson.
- Décalage sur le brix de grainage.
- Quantité de semence.
- Temps de séjour dans la cuite (temps de cuisson).
- Temps de séjour dans le malaxeur.
- Nature de refroidissement dans le malaxeur
- Intensité de l'agitation.
- pH du milieu.

- Temps de grossissement.
- Formation des faux cristaux
- Concentration des impuretés « pouvoir mélassigène ».
- La communication entre les techniciens.
- Déchirure au niveau de la toile de la turbine.
- Egout pauvre R4.
- Quantité d'eau de clairçage.
- Température d'eau de clairçage.
- Passage de l'égout A vers C (sans recyclage).

➤ *Diagramme d'Ishikawa*

Ce diagramme représente de façon graphique les causes aboutissant à un effet. Il peut être utilisé comme outil de modération d'un brainstorming et comme outil de visualisation synthétique et de communication des causes identifiées. Il peut être utilisé dans le cadre de recherche de cause d'un problème existant ou d'identification et gestion des risques

Après le diagnostic par la technique du brainstorming on a classé ces causes selon le diagramme d'Ishikawa suivant :

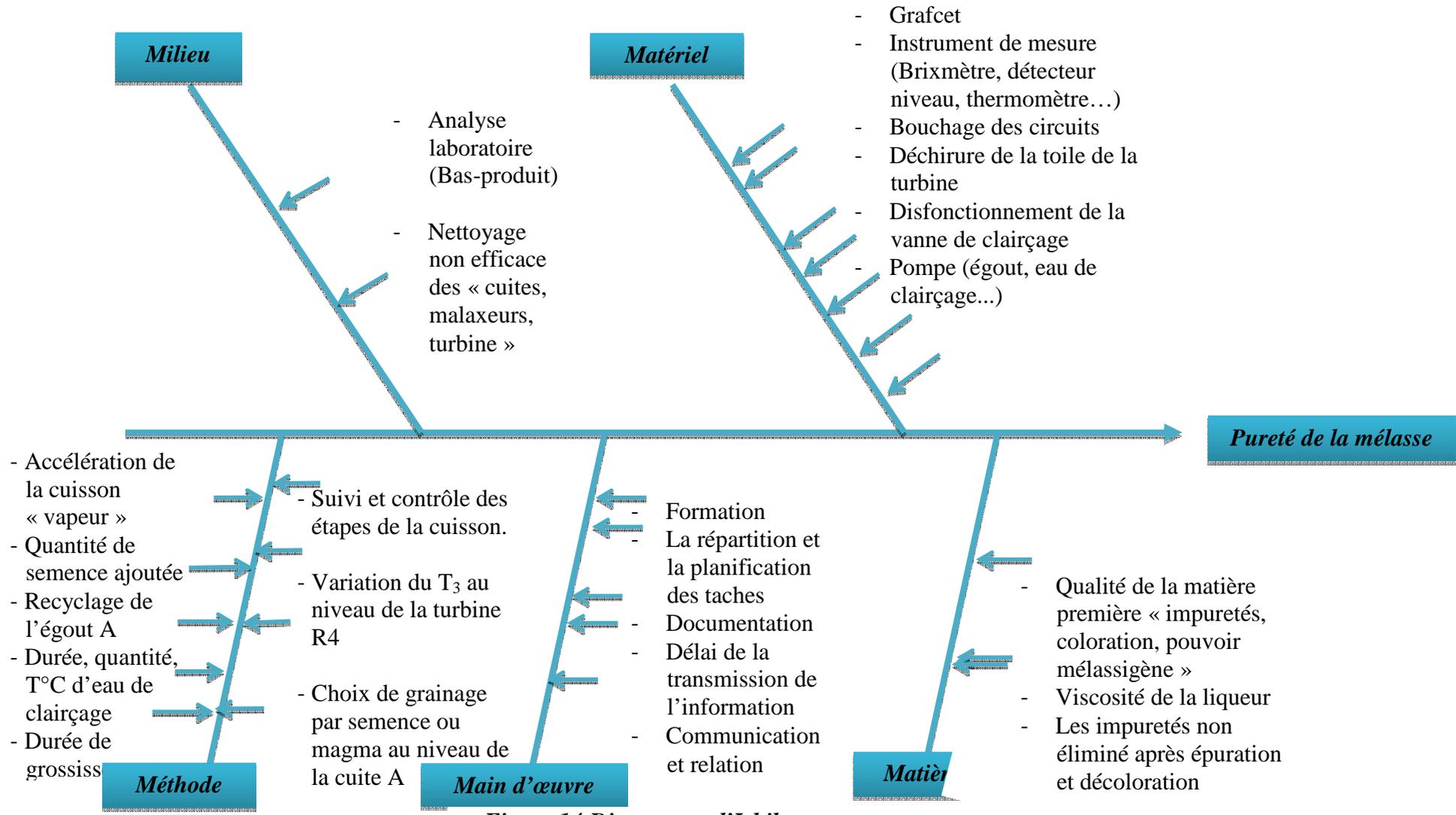


Figure 14: Diagramme d'Ishikawa

D'après le brainstorming et le diagramme d'Ishikawa on a pu déterminer les facteurs influents sur la pureté de la mélasse :

Au niveau de la cuite :

- Vide
- Agitation
- Vapeur
- Point de grainage « Brix de grainage »
- Quantité de semence/magma
- Temps de grossissement

Mais le problème rencontré est qu'il y a des facteurs incontrôlables dont on ne peut pas modifier le réglage de ces derniers comme le vide et l'intensité d'agitation.

Ces deux facteurs vont être fixés et on travaillera avec les autres.

Au niveau de la turbine :

- Quantité d'eau de clairçage
- Intensité de la turbine « quantité de la masse cuite turbiné »
- Température d'eau de clairçage

Aussi au niveau des turbines on ne peut pas contrôler la température d'eau de clairçage (cette eau est obtenu après condensation de la vapeur dans les cuites) par conséquent ce facteur sera négligé et les plans d'expérience seront lancés sur les facteurs restants.

1. Optimisation du fonctionnement des cuites

1.1 Optimisation de la cuisson dans la cuite A

La marche normale de la cuisson dans les cuites d'épuisement « Bas-produits » ne répond pas au besoin de la COSUMAR, pour répondre à ce besoin on a tendance à utiliser les plans d'expérience pour remédier à ce problème.

Le modèle qu'on va postuler est un modèle polynomial complet de degré deux (contenant un effet moyen général, des effets linéaires, des effets d'interactions mais aussi des effets quadratiques) permettant de donner une bonne modélisation du phénomène étudié. Le plan permettant de donner ce type de modèle est dit plan pour surface de réponse.

Ce choix a été motivé par le fait que notre but est surtout d'optimiser la marche des bas produits, ce qui impose l'utilisation d'un plan de surface de réponse qui est fortement

dépendant d'un choix du modèle polynomial, en l'occurrence un modèle de deuxième degré incluant aussi les effets dits quadratiques a_{11} , a_{22} et a_{33} .

Le plan d'optimisation qu'on a choisi est un plan composite car il est:

- Composé de N_f essais du plan factoriel ou fractionnaire (2^{k-r}).
- Composé de $2*k$ essais en étoile sur les axes à une distance α du centre de domaine.
- Composé de N_0 essais au centre du domaine.

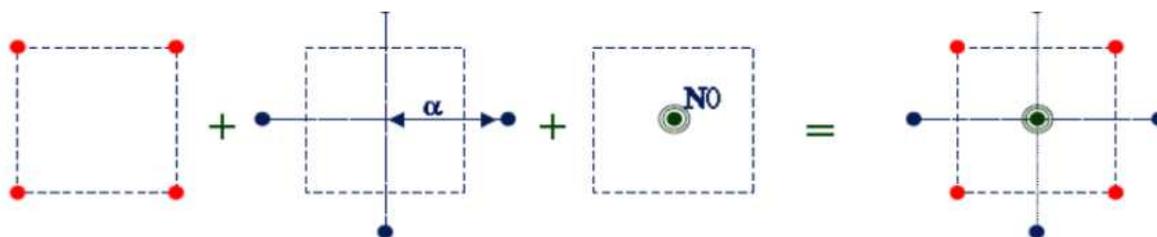


Figure 15: Plan composite pour deux facteurs

- Il permet de postuler un modèle quadratique.
- C'est un plan qui permet d'adopter une étude séquentielle par rapport au modèle.
- L'optimisation impose l'utilisation d'un plan de surface de réponse.

Les facteurs qui influent sur l'épuisement dans la cuite A sont:

X_1 : Pression de vapeur.

X_2 : Quantité de magma.

X_3 : Temps de grossissement.

Et les facteurs qui influent dans la cuite C sont :

X_1 : Pression de vapeur.

X_2 : Temps de grossissement.

Pour le brix de grainage et quantité de semence ils seront fixés car on a pu trouver une relation liant ces deux facteurs avec la pureté et le brix de la liqueur d'entrée.

Donc le modèle postulé est le suivant :

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

Avec :

b_0 : effet moyen

b_1 : effet de la pression de vapeur

b_2 : effet de la quantité de magma

b_3 : effet de la durée de grossissement

b_{12} : interaction entre la vapeur et la quantité de magma

b13 : interaction entre la vapeur et la durée de grossissement

b23 : interaction entre la quantité de magma et la durée de grossissement

b11 : effet quadratique de la vapeur

b22 : effet quadratique de la quantité de magma

b33 : effet quadratique de la durée de grossissement

Du fait de l'intervention de trois facteurs facilement modulables, un plan composite centré parait tout à fait approprié. Ce plan est constitué par un total de 17 expériences et permet l'estimation des 10 paramètres inconnus du modèle.

➤ **Construction du plan d'expérience**

Un tel plan d'expérience est qualifié de composite car il est constitué de trois parties différentes utilisables pour divers types d'ajustements. La première partie (expériences 1 à 8) est la partie factorielle constituée par les 8 sommets du cube unité. La seconde partie (Expériences 9 à 14) est la partie axiale « en étoile » constituée par des points sur les axes du repère utilisé, chacune d'eux utilisé pour un des facteurs des niveaux hors des valeurs de fonctionnement usuelles. Enfin la dernière partie du plan (expérience 15 à 17) est constitué par une triple répétition de l'expérience centrale.

Dans un contexte statistique il est intéressant de répéter plusieurs fois certaines expériences car la nature aléatoire du phénomène va entraîner que les réponses observées ne seront pas égales.

Facteurs	Pression de vapeur (mbar)	Quantité de magma	Durée de grossissement (s)
Niveau bas « -1 »	600	5%	100 s
Niveau haut « +1 »	1100	15%	300 s

Tableau 3:Domaine expérimental

Le plan d'expérimentation et les résultats d'analyse seront présentés dans le tableau suivant :

N°Exp	Pression.vap	Qté Magma	Temps Grossissement	Epuisement
1	600	5	100	13
2	1100	5	100	9,6
3	600	14	100	13,1
4	1100	14	100	13,4
5	600	5	300	15,8
6	1100	5	300	13,9
7	600	14	300	14,2
8	1100	14	300	15,4
9	600	9,5	200	12
10	1100	9,5	200	11
11	850	5	200	14,3
12	850	14	200	15,4
13	850	9,5	100	14,1
14	850	9,5	300	16,8
15	850	9,5	200	14
16	850	9,5	200	14,2
17	850	9,5	200	14,1

Tableau 4: Plan d'expériences et résultats d'essais

➤ **Interprétation des résultats**

A partir des résultats obtenus nous pouvant postuler un modèle mathématique qui doit être validé pour qu'on puisse passer à l'optimisation.

Pour qu'on puisse utiliser notre modèle mathématique il doit passer par plusieurs étapes ce qu'on appelle la validation du modèle mathématique, et on peut résumer cette validation dans les étapes suivantes :

- ANOVA 1 : la variance expliquée par le modèle doit être supérieure à celle non expliquée $V_{reg} > V_{res} : p < 5\%$.
- ANOVA 2 : l'erreur due au module doit être supérieure à l'erreur expérimentale $V_{lof} \geq V_{pe} : p > 5\%$.
- Les résidus doivent être distribués normalement « forme d'une cloche ou droite d'Henry »
- R^2 : donne le % de résultats expliqués par le modèle.
- R^2 ajusté : confirme la R^2 et il nous renseigne sur la qualité d'ajustement des coefficients.

➤ **Vérification de la validation du modèle par analyse de la variance**

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Regression	48,8399	9	5,4267	447,7167	< 0,01 ***
Résidus	0,0848	7	0,0121		
Validité	0,0648	5	0,0130	1,2969	48,7
Erreur	0,0200	2	0,0100		
Total	48,9247	16			

Tableau 5:Table d'Analyse de la variance 1 et 2

D'après l'ANOVA 1 $p < 5\%$ et $V_{REG} > V_{RES}$ donc Var. expliquée > Var. non expliquée donc l'ANOVA 1 est vérifiée, on peut juger la validité du modèle d'après l'ANOVA 2, le $p > 5\%$ et $V_{LOF} > V_{PE}$ donc l'erreur due au module est supérieur à l'erreur expérimental, donc le modèle est jugé validé.

➤ **Vérification des résidus de la réponse**

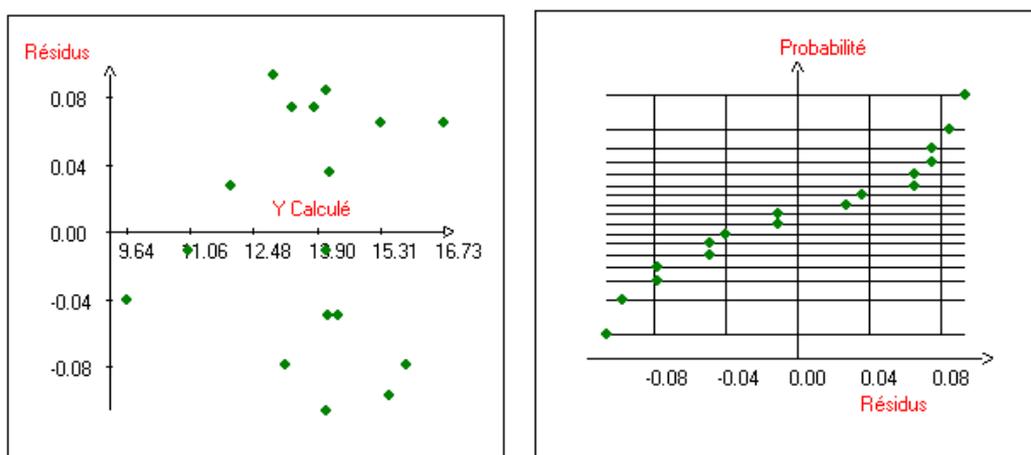


Figure 16:Etude des résidus de la réponse

La figure à gauche qui représente les résidus en fonction de Y_{calc} montre la bonne répartition des résidus de part et d'autre de l'axe 0.

La figure qui représente la probabilité en fonction des résidus montre que l'ensemble des résidus se sont bien alignés sur la droite de Henry.

➤ *Etude d'influence des paramètres et pertinence du modèle*

<i>Ecart Type de la réponse</i>	0,110
R^2	0,998
R^2_A	0,996
R^2_{pred}	0,974
<i>PRESS</i>	1,256
<i>Nombre de degrés de liberté</i>	7

Tableau 6: Estimations et statistiques des coefficients

<i>Nom</i>	<i>Coefficient</i>	<i>t.exp.</i>	<i>Signif. %</i>
<i>b0</i>	14,111	299,54	< 0,01 ***
<i>b1</i>	-0,480	-13,79	< 0,01 *
<i>b2</i>	0,490	14,07	< 0,01 ***
<i>b3</i>	1,290	37,05	< 0,01 **
<i>b11</i>	-2,620	-38,95	< 0,01 *
<i>b22</i>	0,730	10,86	< 0,01 ***
<i>b33</i>	1,330	19,78	< 0,01 *
<i>b12</i>	0,850	21,84	< 0,01 ***
<i>b13</i>	0,300	7,71	0,0177 *

b_{23}	-0,500	-12,85	< 0,01 **
----------	--------	--------	-----------

Tableau 7: Coefficient du modèle

A la lumière des résultats présentés dans le tableau 7, il existe une relation linéaire entre les trois facteurs étudiés et la réponse épuisement (Tout les coefficients sont significatives au seuil de 5%)

D'autre part, une relation quadratique a été observée entre l'épuisement et les trois facteurs (coefficient significative au seuil de 5%)

Et finalement une interaction entre les trois facteurs a été observé (valeur de p pour b_{12} , b_{13} et b_{23} significative au seuil 5%).

Les coefficients permettent d'établir le modèle du second degré avec un coefficient de détermination de $R^2=99,8\%$ et une probabilité de se tromper en acceptant le modèle vaut $0,01 < 5\%$

Donc le modèle estimé est le suivant :

$$Y = 14,111 - 0,480X_1 + 0,490X_2 + 1,290X_3 - 2,62X_1^2 + 0,73X_2^2 + 1,33X_3^3 + 0,85X_1X_2 + 0,3X_1X_3 - 0,5X_2X_3.$$

➤ **Optimisation de l'épuisement dans la cuite A**

La fonction de désirabilité de 'Derringer' a été définie pour notre réponse épuisement.

Notre optimisation a été accomplie en calculant la désirabilité individuelle (di). En maximisant cette désirabilité, les valeurs optimales des facteurs peuvent être déduites.

Le diagramme de désirabilité qu'on a obtenue est le suivant :

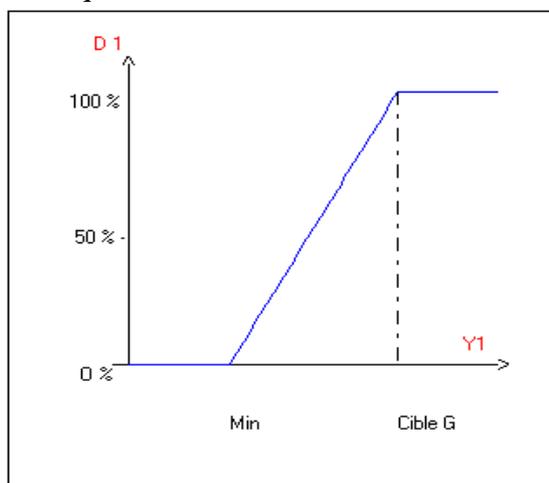


Figure 17: Graphe de la fonction de désirabilité « Unilatérale gauche »

Variable	Valeur	Facteur	Valeur
X1	-0,073555	Magma	9,2
X2	-0,988945	P.vap	603
X3	1,001710	Tps.Grs	300

Tableau 8: Coordonnées du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	(di) %	Poids	(di) min %	(di) max %
Y1	Epuisement	17,52	100,00	1	98,91	100,00
	DESIRABILITE		100,00		98,91	100,00

Tableau 9: Caractéristiques du maximum

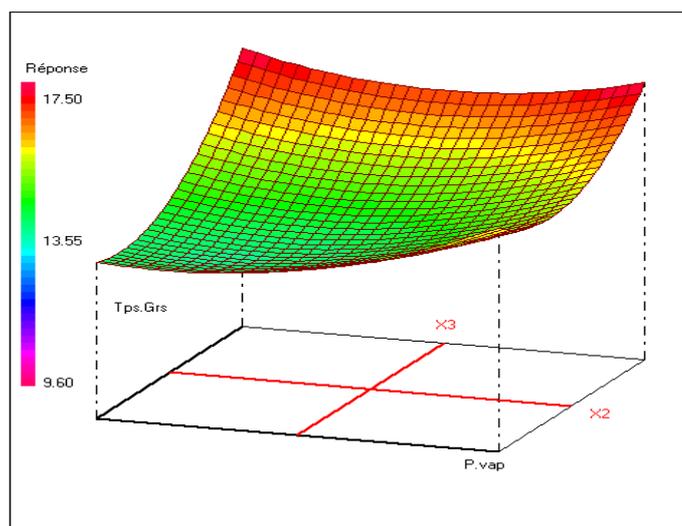


Figure 18: Variation de la réponse - Epuisement dans le plan : P.vap, Tps.Grs

Dans le but d’atteindre un épousiment de 17 point dans la cuite A il faut travailler avec une quantité de Magma 9,2%, pression de vapeur 603 et un temps de grossissement de 300 s.

1.2 Optimisation de la cuisson dans la cuite C

Les facteurs sur lesquels on va lancer un plan d’optimisation sont :

- Pression de vapeur.
- Temps de grossissement.

Le plan qu’on a choisi pour cette optimisation est un plan composite centré.

N° Exp	Pression.vap	Temps de grossissement	Epuisement
--------	--------------	------------------------	------------

1	600	100	12,5
2	1100	100	12,4
3	600	300	11
4	1100	300	13
5	600	200	12,5
6	1100	200	14
7	850	100	12,1
8	850	300	11
9	850	200	13
10	850	200	12,7
11	850	200	12,8

Tableau 10: Plan d'expériences et résultats d'essais

➤ Vérification de validation du modèle par analyse de la variance

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	7,3512	5	1,4702	20,5401	0,344 **
Résidus	0,3579	5	0,0716		
Validité	0,3112	3	0,1037	4,4461	18,9
Erreur	0,0467	2	0,0233		
Total	7,7091	10			

Tableau 11: Table d'Analyse de la variance 1 et 2

D'après l'ANOVA 1 $p < 5\%$ et $V_{REG} > V_{RES}$ donc Var. expliquée $>$ Var. non expliquée donc l'ANOVA 1 est vérifiée, on peut juger la validité du module d'après l'ANOVA 2, le $p > 5\%$ et $V_{LOF} > V_{PE}$ donc l'erreur due au module est supérieur à l'erreur expérimental, donc le modèle est jugé validé.

➤ Vérification des résidus de la réponse

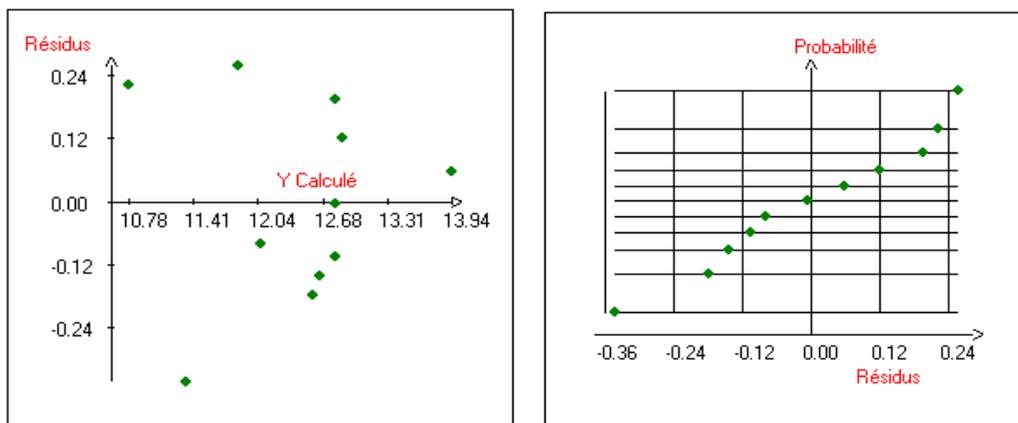


Figure 19: Etude des résidus de la réponse

Selon le graphique à gauche qui représente les résidus en fonction de Y_{calc} on voit que les résidus sont bien répartis de part et d'autre de l'axe zéro
 Et selon le graphique à droite les résidus sont bien alignés sur une droite dite droite d'Henry.

➤ *Etude d'influence des paramètres et pertinence du modèle :*

<i>Ecart Type de la réponse</i>	0,268
R^2	0,954
R^2_A	0,907
R^2_{pred}	0,566
<i>PRESS</i>	3,344
<i>Nombre de degrés de liberté</i>	5

Tableau 12: Estimations et statistiques des coefficients

<i>Nom</i>	<i>Coefficient</i>	<i>t.exp.</i>	<i>Signif. %</i>
<i>b0</i>	12,805	93,30	< 0,01 ***
<i>b1</i>	0,650	5,95	0,242 **
<i>b2</i>	-0,250	-2,29	7,0
<i>b11</i>	0,487	2,90	3,38 *
<i>b22</i>	-1,213	-7,22	0,118 **
<i>b12</i>	0,400	2,99	3,04 *

Tableau 13: Coefficient du modèle

Selon les résultats présentés dans le tableau 13, il existe une relation linéaire entre le facteur X_1 et la réponse épuisement (le coefficient est significative au seuil de 5%).

D'autre part, une relation quadratique a été observé entre l'épuisement et les deux facteurs X_1 et X_2 (coefficient significative au seuil de 5%).

Et finalement une interaction entre ces deux facteurs a été observé (seuil de signification est 5%).

Les coefficients permettent d'établir le modèle du second degré avec un coefficient de détermination de $R^2=95,4\%$ et une probabilité de se tromper en acceptant le modèle vaut $0,344 < 5\%$.

Donc le modèle mathématique postulé sera le suivant :

$$Y = 12,805 + 0,65X_1 + 0,487X_1^2 - 1,213X_2^2 + 0,4X_1X_2$$

➤ *Optimisation de l'épuisement dans la cuite C*

On a utilisé la fonction désirabilité qui permet la recherche de l'optimum.

Variable	Valeur	Facteur	Valeur
X1	1,003386	P.vapeur	1101
X2	0,056341	tps.gros	205,6341

Tableau 14:Coordonnées du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	(di) %	Poids	(di) min %	(di) max %
Y1	Epuisement	13,95	78,62	1	73,16	84,08
	DESIRABILITE		78,62		73,16	84,08

Tableau 15:Caractéristiques du maximum

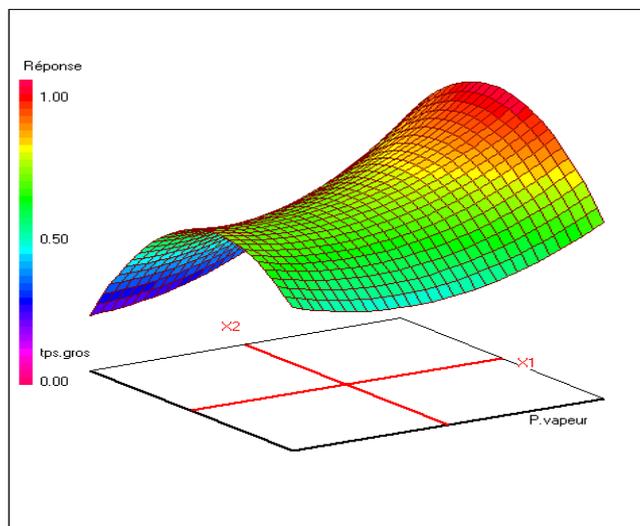


Figure 20:Variation de la désirabilité dans le plan : P.vapeur, tps.gros

Donc pour avoir un épuisement de 14 point dans la cuite C il faut travailler avec une pression de vapeur de 1100 et un temps de grossissement de 206 s.

2. Optimisation de la marche des turbines

1.1 La turbine A

C'est la dernière étape qui permet la séparation des cristaux de son égout.

Les paramètres étudiés dans cette partie sont :

- L'intensité : Régulation de l'ouverture de la vanne qui permet le passage de la masse cuite à turbiné.
- Quantité d'eau de clairçage : Vanne manuelle.

La réponse est la pureté de l'égout après séparation de sucre.

<i>Facteurs</i>	<i>Intensité</i> « angle d'ouverture de la vanne	<i>Quantité</i> <i>d'eau de</i> <i>clairçage</i>
<i>Niveau</i> <i>bas « -</i> <i>1 »</i>	50	25%
<i>Niveau</i> <i>haut</i> <i>« +1 »</i>	64	75%

Tableau 16:Domaine expérimental

Le plan qu'on va utiliser pour cette optimisation est un plan composite centré constitué de 11 essais.

<i>N° Exp</i>	<i>Intensité</i>	<i>Qté d'eau</i>	<i>Pureté d'égout A</i>
1	50	25	71,1
2	64	25	71,2
3	50	75	69,6
4	64	75	70,3
5	50	50	69,9
6	64	50	70
7	57	25	71,6
8	57	75	70,6
9	57	50	70
10	57	50	70,1
11	57	50	70,1

Tableau 17:Plan d'expériences et résultats d'essais

➤ **Vérification de validation du modèle par analyse de la variance**

<i>Source de variation</i>	<i>Somme des carrés</i>	<i>Degrés de liberté</i>	<i>Carré moyen</i>	<i>Rapport</i>	<i>Signif</i>
Régression	4,7922	5	0,9584	35,4865	0,128 **
Résidus	0,1350	5	0,0270		
Validité	0,1284	3	0,0428	12,8377	7,3
Erreur	0,0067	2	0,0033		
Total	4,9273	10			

Tableau 18:Table d'Analyse de la variance 1 et 2

Le modèle mathématique est jugé validé car l'ANOVA 1 est vérifié $p < 5\%$ et l'ANOVA 2 est validé car $p > 5\%$.



Vérification des résidus de la réponse

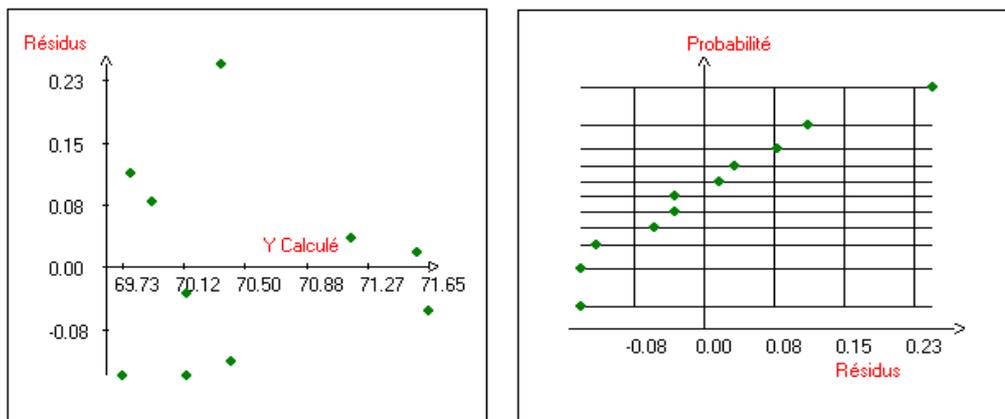


Figure 21: Etude des résidus de la réponse : Pureté

Le graphique à gauche qui représente les résidus en fonction de Ycalc, on voit que les résidus sont bien répartis de part et d'autre de l'axe zéro.

Pour le graphique à droite les résidus sont bien alignés sur la droite d'Henry.



Etude d'influence des paramètres et

pertinence du modèle

Ecart Type de la réponse	0,164
R²	0,973
R²A	0,945
R² pred	0,769
PRESS	1,141
Nombre de degrés de liberté	5

Tableau 19: Estimations et statistiques des coefficients

Nom	Coefficient	t.exp.	Signif. %
b0	70,132	831,87	< 0,01 ***
b1	0,067	0,99	36,8
b2	-0,650	-9,69	0,0421 ***
b11	-0,279	-2,70	4,24 *
b22	0,871	8,44	0,0674 ***
b12	0,275	3,35	2,07 *

Tableau 20: Coefficients du modèle

Selon les résultats présentés dans le tableau 20, il existe une relation linéaire entre le facteur X_2 et la réponse pureté d'égout (le coefficient est significative au seuil de 5%).

D'autre part, une relation quadratique a été observé entre la pureté d'égout et les deux facteurs X_1 et X_2 (coefficient significative au seuil de 5%).

Et finalement une interaction entre ces deux facteurs a été observée (seuil de signification est 5%).

Les coefficients permettent d'établir le modèle du second degré avec un coefficient de détermination de $R^2=97,3\%$ et une probabilité de se tromper en acceptant le modèle vaut $0,128 < 5\%$.

Donc le modèle mathématique postulé sera le suivant :

$$Y = 70,132 - 0,65X_2 - 0,279X_1^2 + 0,871X_2^2 + 0,275X_1X_2$$

➤ **Optimisation de fonctionnement de la turbine**

A

Pour avoir la pureté la plus minimale possible on va utiliser la fonction désirabilité :

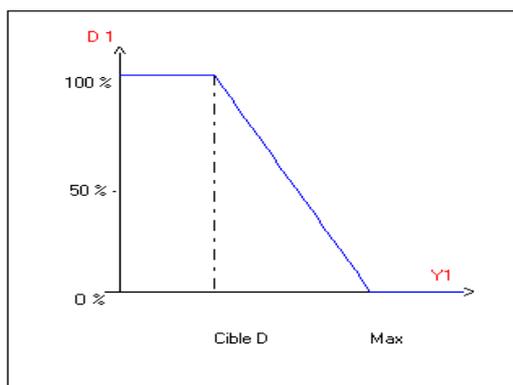


Figure 22: Fonction de désirabilité Unilatérale droite élémentaire de la Pureté

Variable	Valeur	Facteur	Valeur
X_1	-0,999614	Intensité	50
X_2	0,530546	Qté d'eau	63

Tableau 21: Coordonnées du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	(di) %	Poids	(di) min %	(di) max %
$Y1$	Pureté	69,54	57,20	1	52,64	61,77
	DESIRABILITE		57,20		52,64	61,77

Tableau 22: Caractéristiques du maximum

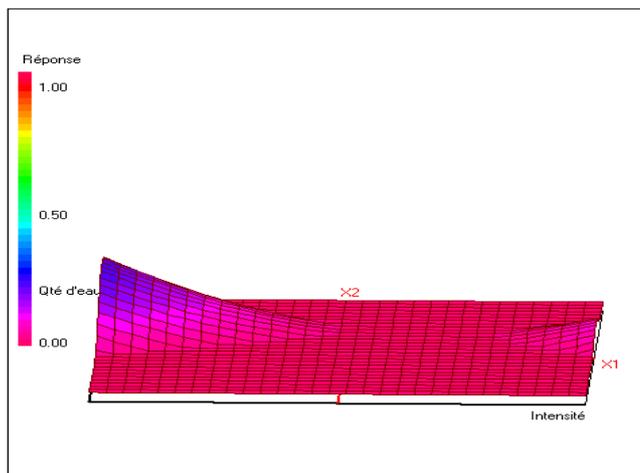


Figure 23: Variation de la désirabilité dans le plan : Intensité, Qté d'eau

Donc pour avoir la pureté d'égout A la plus basse possible il faut travailler avec une intensité de 50 et l'angle d'ouverture de la vanne de clairçage 60.

1.2 La turbine C

La turbine C permet la séparation de sucre de la mélasse destiné aux entreprises : donc si le sucre n'est pas bien séparé de la mélasse, il représentera une perte pour la société d'où la nécessité d'optimiser le fonctionnement de cette turbine.

Les facteurs qu'on va utiliser dans le plan d'expérience seront les même que ceux de la turbine A, donc le plan d'expérience qu'on utilisera pour cette optimisation sera le suivant :

<i>N° Exp</i>	<i>Intensité</i>	<i>Qté d'eau</i>	<i>Pureté de la mélasse</i>
1	50	25	59,2
2	64	25	57,8
3	50	75	64
4	64	75	61,5
5	50	50	60,5
6	64	50	59,3
7	57	25	59,8
8	57	75	63,6
9	57	50	60,7
10	57	50	61,1
11	57	50	60,9

Tableau 23: Plan d'expériences et résultats d'essais

➤ **Vérification de validation du modèle par analyse de la variance**

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	33,2269	5	6,6454	98,1440	0,0261 ***
Résidus	0,3386	5	0,0677		
Validité	0,2586	3	0,0862	2,1546	33,1
Erreur	0,0800	2	0,0400		
Total	33,5655	10			

Tableau 24: Table d'Analyse de la variance 1 et 2

L'ANOVA 1 est vérifié car $p < 5\%$ et l'ANOVA 2 est validé car $p > 5\%$, donc le modèle mathématique est jugé validé.



Vérification des résidus de la réponse :

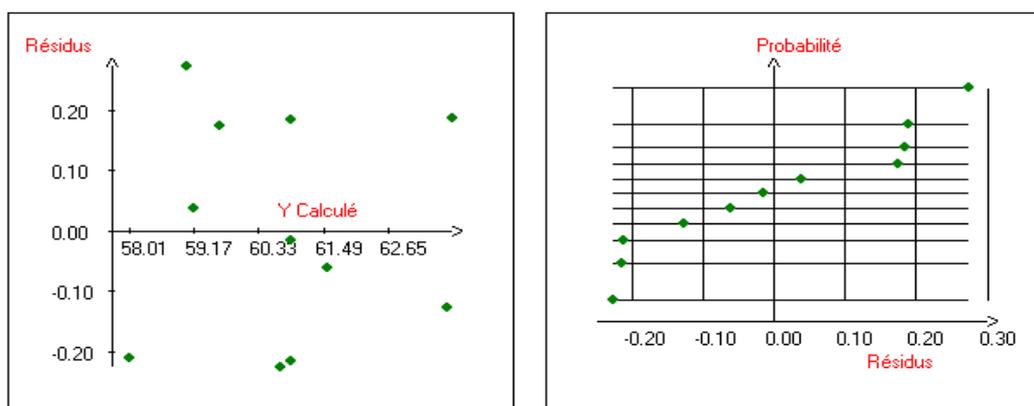


Tableau 25: Etude des résidus de la réponse : Pureté

Le graphique à gauche qui représente les résidus en fonction de Y_{calc} , on voit que les résidus sont bien répartis de part et d'autre de l'axe zéro.

Pour le graphique de droite les résidus sont bien alignés sur la droite d'Henry



Etude d'influence des paramètres et pertinence du modèle

Ecart Type de la réponse	0,260
R^2	0,990
$R^2 A$	0,980
$R^2 pred$	0,914
PRESS	2,876
Nombre de degrés de liberté	5

Tableau 26: Estimations et statistiques des coefficients

Nom	Coefficient	t.exp.	Signif. %
b_0	60,916	456,35	< 0,01 ***
b_1	-0,850	-8,00	0,0812 ***
b_2	2,050	19,30	< 0,01 ***

<i>b11</i>	-1,039	-6,36	0,188 **
<i>b22</i>	0,761	4,65	0,616 **
<i>b12</i>	-0,275	-2,11	8,7

Tableau 27: Coefficients du modèle

D’après les résultats présentés dans le tableau 25, il existe une relation linéaire entre les facteurs X_1 et X_2 et la réponse pureté de la mélasse (les coefficients sont significative au seuil de 5%).

D’autre part, une relation quadratique a été observée entre la pureté de la mélasse et les deux facteurs X_1 et X_2 (coefficients significative au seuil de 5%).

Et finalement il n’y a aucune interaction entre les deux facteurs étudiés.

Les coefficients permettent d’établir le modèle du second degré avec un coefficient de détermination de $R^2=99\%$ et une probabilité de se tromper en acceptant le modèle vaut $0.0261 < 5\%$.

Donc le modèle mathématique postulé sera le suivant :

$$Y = 60,916 - 0,85X_1 + 2,05X_2 - 1,039X_1^2 + 0,761X_2^2$$

➤ **Optimisation de fonctionnement de la turbine**

C

Pour avoir la pureté de la mélasse la plus basse possible on va utiliser la fonction désirabilité :

<i>Variable</i>	<i>Valeur</i>	<i>Facteur</i>	<i>Valeur</i>
<i>X1</i>	0,999720	Intensité	64
<i>X2</i>	-0,995178	Eau clairçage	25

Tableau 28: Coordonnées du maximum

<i>Réponse</i>	<i>Nom de la réponse</i>	<i>Valeur</i>	<i>(di) %</i>	<i>Poids</i>	<i>(di) min %</i>	<i>(di) max %</i>
<i>Y1</i>	<i>Pureté de la mélasse</i>	58,01	74,83	1	71,57	78,08
	<i>DESIRABILITE</i>		74,83		71,57	78,08

Tableau 29: Caractéristiques du maximum

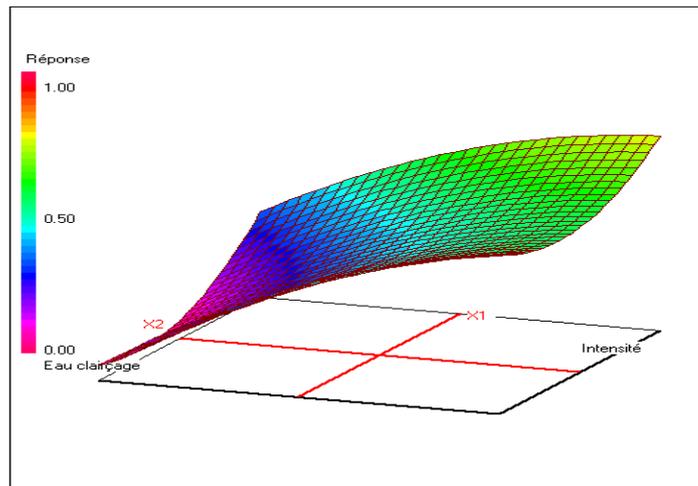


Figure 24: Variation de la désirabilité dans le plan : Intensité, Eau clairçage

Donc pour avoir la pureté de la mélasse la plus basse possible il faut travailler avec une intensité de 64 et l'angle d'ouverture de la vanne de clairçage de 25.

Selon l'étude de la station de cristallisation établidurant cette période de stage on n'a pas pu atteindre la pureté de la mélasse qui est techniquement possible $P_t = 56$, mais on a optimisé la marche de la cuisson dans les deux cuites d'épuisement A et C, et optimisé le fonctionnement des deux turbines et par conséquent on a abaissé cette pureté de 69 (selon le suivi) à 58 ce qui augmentera le rendement de sucre.

Conclusion générale

L'objectif de ce travail est d'améliorer les épaissements dans les cuites des bas-produits ainsi que de diminuer la pureté de la mélasse et par conséquent le rendement de sucre sera augmenté

D'une part, l'utilisation des plans d'expériences a permis de modéliser la réponse épaissement dans les deux cuites de cristallisation en fonction des facteurs étudiés « temps de grossissement, pression de vapeur et quantité du magma pour la cuite A » et « pression de vapeur et temps de grossissement pour la cuite C », et de modéliser la pureté de la mélasse et de l'égout A en fonction des deux facteurs quantité d'eau de clairçage et l'intensité de la masse cuite turbiné.

D'autre part, la modélisation a mis en exergue l'importance des interactions existantes entre différents facteurs soit au niveau des cuites de cristallisation soit au niveau des turbines.

L'étude de désirabilité appliquée nous a permis de trouver le réglage optimum des deux cuites A et C et des deux turbines étudiés.

Références bibliographiques

- [1] PUEL F., VEESLER S., MANGIN D. Cristallisation : Aspects théoriques. J2710, Traité Opérations unitaires - Génie de la réaction chimique, Les Techniques de l'Ingénieur. 2005.
- [2] KHATTABI M. J. Contribution à la connaissance de l'effet des éléments alcalins sur la cristallisation du saccharose. Mémoire de 3^{ème} Cycle Agronomie, Option Industries Agricoles et Alimentaires. Rabat : Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, 1980.
- [3] perfectionnement raffinerie de la COSUMAR.
- [4] Perfectionnement cristallisation de la COSUMAR.
- [5] CEDUS (Centre d'Études et de Documentation du Sucre). L'extraction du sucre.
- [6] DECLoux M. MANGIN D PUEL F. Procédés de transformation en sucrerie (Partie 2).
- [7] HUGOT E. La sucrerie de cannes. 3^{ème} édition. Paris : Technique & Documentation-Lavoisier, 1987, 1018 p.F6151, Traité Agroalimentaire, Les Techniques de l'Ingénieur. 2003.
- [8] KLEIN J.P, BOISTELLE R., DUGUA J. Cristallisation industrielle : Aspects pratiques. J2788, Traité Génie des Procédés, Les Techniques de l'Ingénieur.
- [9] MAFART P. Génie Industriel Alimentaire : Les procédés physiques de conservation.
- [10] KLEIN J.P., BOISTELLE R., DUGUA J. Cristallisation : Aspects théoriques. J1500, Traité Génie des Procédés, Les Techniques de l'Ingénieur. 1989.
- [11] AFISUC (Association pour la Formation dans les Industries Sucrières). Connaissances en cristallisation. Module 1. Paris. 19p.
- [12] HYNES (R. C.), LE PAGE (Y.). Sucrose, a convenient test crystal for absolute structures. Journal of Applied Crystallography. 1991, vol. 24, partie 4.
- [13] CEDUS (Centre d'Études et de Documentation du Sucre). Les propriétés physiques et chimiques du saccharose.
- [14] Ecole des Mines d'Albi-Carmaux. Les Fondamentaux de la Cristallisation et de la précipitation.
- [15] Technologies sucrières, les procédés de l'industrie sucrière Dr.R.Schick
- [16] Association AVH – 12e Symposium – Reims, Mars 2005 (P15 :P22).

Annexes

Optimisation de la marche des bas produits

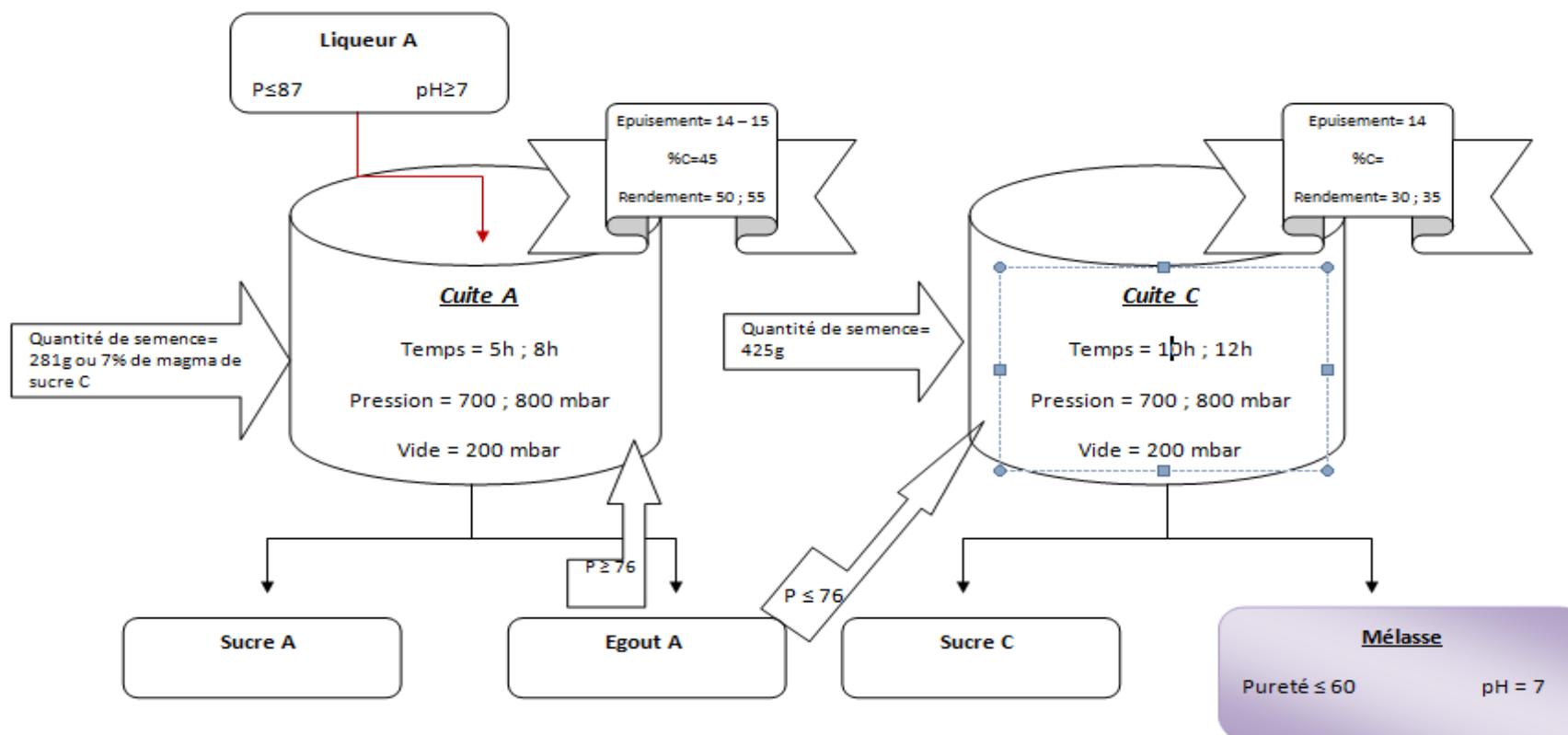


Figure 25 : Tableau de bord de la cristallisation des bas-produits



Brainstorming

Sujet : Optimisation de la marche des bas-produits

Veillez remplir cette fiche afin de pouvoir collecter tous les facteurs influençant la production de la mélasse.

Facteurs influençant	Interprétation

**Tableau 30 :
Tableau de brainstorming permettant la collecte des facteurs**

Merci de votre collaboration



SOLUBILITE DU SUCRE PUR DANS L'EAU PURE

TABLE DE VAVRINECZ

T°C	BRIX	S/E	T°C	BRIX	S/E
- 13	63,65	1,7513	16	66,17	1,9558
- 12	63,69	1,7545	17	66,30	1,9675
- 11	63,74	1,7579	18	66,44	1,9795
- 10	63,79	1,7615	19	66,58	1,9919
- 9	63,84	1,7654	20	66,72	2,0047
- 8	63,89	1,7695	21	66,86	2,0179
- 7	63,95	1,7739	22	67,01	2,0313
- 6	64,01	1,7786	23	67,16	2,0452
- 5	64,08	1,7836	24	67,31	2,0594
- 4	64,14	1,7889	25	67,47	2,0743
- 3	64,22	1,7944	26	67,63	2,0893
- 2	64,29	1,8003	27	67,79	2,1047
- 1	64,37	1,8064	28	67,95	2,1206
+ 0	64,45	1,8127	29	68,12	2,1368
+ 1	64,53	1,8193	30	68,29	2,1535
2	64,62	1,8262	31	68,46	2,1707
3	64,71	1,8335	32	68,63	2,1882
4	64,80	1,8411	33	68,81	2,2062
5	64,90	1,8489	34	68,99	2,2246
6	65,00	1,8570	35	69,17	2,2436
7	65,10	1,8654	36	69,35	2,2629
8	65,21	1,8741	37	69,54	2,2827
9	65,32	1,8832	38	69,72	2,3028
10	65,43	1,8926	39	69,91	2,3237
11	65,54	1,9023	40	70,10	2,3450
12	65,66	1,9123	41	70,30	2,3668
13	65,78	1,9227	42	70,49	2,3890
14	65,91	1,9333	43	70,69	2,4118
15	66,04	1,9444			

Tableau 31 : Table de VAVRINECZ de la solubilité de sucre pure dans l'eau pure