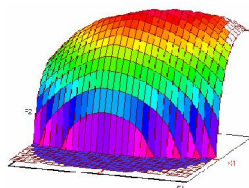




Année Universitaire : 2013-2014



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

Réduction du taux d'humidité et le taux de sucre dans
les tourteaux par la méthode des plans des expériences

Présenté par:

AMEKHCHOUN Mohamed

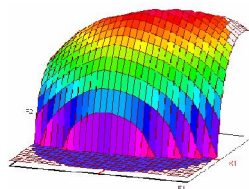
Encadré par:

- Pr. M. EL ASRI FST Fès
- M. S. OUTIFA COSUMAR Casa

Soutenu Le 16 Juin 2014 devant le jury composé de:

- Pr. M. EL ASRI
- Pr. E. H. EL GHADRAOUI
- Pr. E. EL HADRAMI

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: AMEKHCHOUN mohamed

Année Universitaire : 2013/2014

Titre: Réduction du taux d'humidité et le pourcentage de sucre des tourteaux par la méthode des plans des expériences.

Résumé

Réduction du taux d'humidité et le pourcentage de sucre Des tourteaux par la méthode des plans des expériences

La méthode des plans d'expériences est un moyen efficace pour caractériser, analyser et améliorer un système de filtration, des eaux boueuses par les filtres-presses au niveau de la station de désucrage des boues. Les tourteaux déchargés après filtrations possèdent un taux d'humidité et de sucre élevé.

L'objectif de ce travail est de réduire le taux d'humidité (à 30%) et le taux de sucre dans les tourteaux (à 0.01 g/ml). Une première étude d'influence des neuf facteurs sur les deux réponses (taux d'humidité, taux de sucre) par un plan de criblage a été menée. L'impact majeur des deux facteurs temps de compactage préliminaire et le temps de compactage final sur le pourcentage de sucre nous amène à faire une deuxième étude par la méthode des surfaces de réponse.

Mots clés:

Plan d'expériences

Plan de criblage

Plan de surface

Sucre

Humidité

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail a :

Mon père ;

Ma mère ;

Mes frères et sœurs ;

Tous mes amis(es).

REMERCIEMENTS

Ce travail est réalisé à la société COSUMAR en collaboration avec la Faculté des Sciences et Techniques de Fès.

Mes sincères remerciements vont à la direction de la COSUMAR, de m'avoir donné l'occasion de réaliser mon projet de fin d'étude au sein de cette société.

Que M. Mohammed EL ASRI, mon encadrant pédagogique, de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, trouve ici l'expression de toute ma reconnaissance pour ses précieux conseil et le savoir qu'il transmet.

L'encadrement industriel a été par M. Soufiane OUTIFA. Je tien a lui exprimer ma profonde gratitude pour l'intérêt soutenu qu'il a porté a l'avancement de ce travail.

Me sincères remerciement vont a tous les cadres et techniciens de la COSUMAR et a toutes les personne ayant participées de prés au de loin a la réalisation de ce travail.

Enfin, je tiens à exprimer ma profonde gratitude et reconnaissance a tous les professeurs qui m'ont assuré cette formation tout le long de ce parcours.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	8
I. PRESENTATION GENERALE DE LA SOCIETE	9
CHAPITRE 1	
PROCEDE DE FABRICATION DU SUCRE ET PRESENTATION DE LA STATION DE DESUCRAGE DES BOUES	
II. PROCEDE DE RAFFINAGE DU SUCRE	
II.1 Généralité sur le sucre.....	13
II.1.1 Définition du sucre.....	13
II.1.2 Production du sucre brut.....	13
II.1.3 Origine du sucre brut.....	13
II.1.3.1 La canne à sucre.....	14
II.1.3.2 La betterave.....	13
II.1.4 La composition du sucre brut.....	14
II.1.4.1 Le saccharose.....	14
II.1.4.2 Les cendre.....	15
II.1.4.3 Les sucre réducteurs.....	15
II.1.4.4 L'eau.....	15
II.2 Processus de raffinage du sucre brut.....	15
II.2.1 Réception et stockage du sucre brut.....	15
II.2.2 Affinage du sucre brut.....	16
II.2.2.1 But.....	16
II.2.2.2 Principe.....	17
II.2.3 Epuration.....	17
II.2.3.1 Carbonatation.....	17
II.2.3.2 Filtration mécanique.....	18
II.2.3.3 Décoloration : filtration chimique.....	18
II.2.3.4 Evaporation.....	19
II.2.3.5 Cristallisation.....	19
III. LA STATION DE DESUCRAGE DESBOUES.....	20
III.1. Description de Filtre-presse.....	20
III.2. Déroulement technologique de la filtration	22
III.2.1. Remplissage et filtration.....	22
III.2.2. Désucrage	22
III.2.3. Compactage préliminaire.....	22
III.2.4. Compactage intermédiaire.....	23
III.2.5. Lavage des tourteaux	23
III.2.6. Compactage final.....	23
III.2.7. Séchage des tourteaux	23
III.2.8. Purge du canal à l'eau boueuse	23
III.2.9. Séchage du canal a l'eau boueuse.....	23
III.2.10. Mise à l'atmosphère et débâtissage du filtre.....	23
III.2.11. Nettoyage des toiles de filtration	23

III.2.12. Séchage d'air comprimé	24
III.2.13. Consommation d'eau de lavage et d'air	24

CHAPITRE 2

REDUCTION DU TAUX D'HUMIDITE ET LE POURCENTAGE DU SUCRE DANS LES TOURTEAUX PAR LA TECHNIQUE DES PLAN D'EXPERIENCE

I. Généralité sur les plans d'expériences.....	26
II. Formalisation de problème.....	26
III. Criblage du facteur	26
III.1. Identification des facteurs	27
III.1.1. Application de la méthode d'Ishikawa (5M).....	27
III.1.2. La liste des facteurs qui peuvent avoir un impact sur cette réduction	29
III.1.3. La Liste des facteurs incontrôlables	29
III.2. Construction de la matrice d'expérience	30
III.3. Analyse globale des résultats d'essai.....	31
III.3.1. Estimation des poids des facteurs.....	32
III.3.1.1. Le taux du sucre	33
III.3.1.2. Le taux d'humidité.....	34
III conclusion.....	35
IV Optimisation plans a surface de réponse.....	36
IV.1.1. Introduction.....	36
IV.1.2. Facteur et niveaux.....	36
IV.1.3. Construction du plan d'expériences.....	37
IV.1.4. Résultats d'essais	37
IV.2. Analyse mathématique des résultats d'essais.....	37
IV.2.1. Objectif de l'analyse mathématique	38
IV.2.2. Estimation des p coefficient et des N résidus du modèle	38
IV.2.3. Estimations des coefficients	39
IV.3 Analyse statistique des résultats	39
IV.3.1. Qualité des estimateurs des coefficients	39
IV.3.2. Validité du modèle	40
IV.3.3. Qualité descriptive du modèle	40
IV.4. Analyse graphique des résultats.....	41
IV.4. Interprétation des surfaces de réponses et des courbes d'iso-réponses pour la réponse de pourcentage du sucre	42
IV.5. Conclusion	43
CONCLUSION GENERALE	44
BIBIOGRAPHIE	45

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Organigramme hiérarchique de COSUMAR.....	10
Figure 2 Formule d'une molécule de saccharose.....	13
Figure 3 : Raffinage du sucre.....	16
Figure 4 : image de filtre-presse.....	22
Figure 5: Etude graphique des effets de pourcentage du sucre.....	33
Figure6: Diagramme de Pareto pour la réponse de pourcentage du sucre.....	33
Figure 7 : Etude graphique des effets du taux d'humidité.....	35
Figure 8 : Diagramme de Pareto pour la réponse de taux d'humidité.....	35
Figure 9 : surfaces de réponse de pourcentage du sucre.....	41
Figure 10 : Courbe d'iso-réponse de pourcentage de sucre.....	42

LISTE DES TABLEAU

Tableau 1: Composition moyenne de la canne à sucre.....	14
Tableau 2 : Composition moyenne de la betterave sucrière.....	14
Tableau 3 : Composition des cendres.....	15
Tableau4 : Facteur et domaine d'étude.....	30
Tableau 5 : Plan d'expérimentation (criblage).....	31
Tableau 6 : Résultats des expériences (criblage).....	31
Tableau 7 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y1 : %sucre.....	32
Tableau 8 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y2 : taux d'humidité.....	34
Tableau 9 : Domaine Expérimental.....	36
Tableau 10 : plan d'expérimentation (optimisation).....	37
Tableau 11 : Résultats du plan d'expérimentations.....	37
Tableau 12 : Estimations et statistiques des coefficients.....	39
Tableau 13 : réponse mesuré	39
Tableau 14 : Tableau de l'analyse de variance pour la réponse % du sucre	41
Tableau 15 : qualité descriptive des modèles	42

INTRODUCTION GENERALE

Le sucre est une substance de saveur douce extraite de la canne à sucre. Il est majoritairement formé d'un composé nommé saccharose. Il est extrait de la betterave sucrière et d'autres végétaux permettent également de produire des produits composés essentiellement du saccharose.

Au Maroc, La consommation du sucre est très importante, Un marocain consomme environ 35 kg/an qui dépasse largement la moyenne mondiale qui est de 20 kg/an.

La compagnie sucrière marocaine de raffinage, COSUMAR, est l'unique producteur du sucre au Maroc depuis 2005, en produisant environ 3000 Tonnes par jour. Pour garder cette dominance, la COSUMAR s'engage dans l'amélioration continue de sa production. Ce qui nécessite un contrôle des différentes opérations techniques effectuées et une bonne optimisation de sa consommation d'énergie, de la matière première et de l'eau.

Au niveau de la station de désucrage des boues, les tourteaux déchargés après filtration ont une humidité, et un taux en sucre élevés. Ce qui pose des problèmes comme leur collage sur les toiles de filtration, d'où, la nécessité de la réduire.

L'objectif de ce travail est de réduire le taux d'humidité et le taux de sucre dans les tourteaux déchargés par l'utilisations de la méthode des plans d'expériences pour déterminer les effets principaux et les interactions des divers facteurs du système de filtration .

I PRESENTATION GENERALE DE LA SOCIETE

I.2 Identification de l'entreprise

Le groupe COSUMAR (Compagnie Sucrière Marocaine de Raffinage), filiale du groupe ONA depuis 1985, est une Entreprise Leader sur le marché national du sucre, elle est cotée en bourse des valeurs de Casablanca à partir de 1988. 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 . (1)

I.3. Historique de l'entreprise

La COSUMAR a été fondée en Avril 1929 sous le sigle « COSUMA» par la société SAINT-LOUIS de Marseille, pour une capacité de production quotidienne de 100 tonnes de sucre par jour. Au 1er janvier 1967, des accords entre l'Etat Marocain et COSUMA ont donné naissance à l'appellation «COSUMAR». La participation de l'état dans capital était de 50% et la production de 900 tonnes par jour. (1)

En 1985, L'ONA « Omnum Nord Africain» a participé avec 55% du capital de la COSUMAR. Le reste étant détenu par :

- Ø La Société Nationale d'Investissement SNI (11%)
- Ø La Caisse Interprofessionnelle Marocaine de Retraite CIMR (10%)
- Ø Le Fonds Marocain de Placement (7%).
- Ø Les petits porteurs (4%).
- Ø AL WATANYA (1%).

I.4. Fiche technique de l'entreprise

Raison sociale	: COSUMAR (Compagnie Sucrière Marocaine de Raffinage)
Statut juridique	: Société Anonyme S.A.
Adresse	: 8, rue Al Mouaâtamid Ibnou Abbad, Roches Noires, Casablanca
Registre de commerce	: CASA 30037
Site web	: www.cosumar-ona.com
Telegraph	: COSUCRIMA
Capital	: 4191 MDH dont 1300 MDH de subvention
Capacité de production	: 2400 tonnes/jour
Effectif	: 2400 personnes dont 105 cadres (1)

I.5. Organigramme hiérarchique de l'entreprise

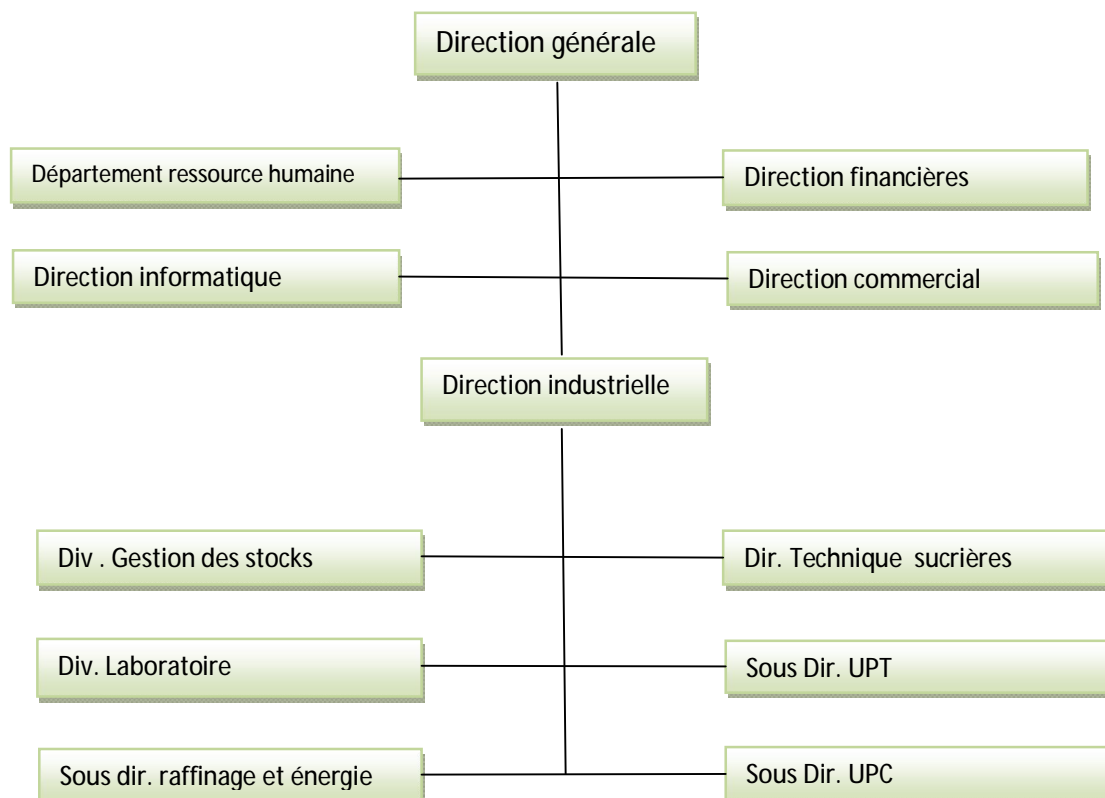


Figure 1: Organigramme hiérarchique de COSUMAR

COSUMAR est constituée de différentes unités fonctionnant comme sucrerie et produisant ainsi du sucre brut ou/et comme raffinerie et produisant du sucre blanc et cela comme le résume le tableau 1

I.6 Gamme de produits

Les Marocains sont dans le peloton de tête pour la consommation du sucre avec plus de 35 kg/hab/an par habitant et par an. Pour satisfaire les besoins nationaux, la COSUMAR est obligée d'importer 50% de ses besoins en sucre brut (sucre de canne), qui est traité à la raffinerie de Casablanca, et proposé en produits à utilisations variées :

*** Pain à sucre :**

Typiquement marocain, le pain de sucre est utilisé pour la préparation du thé et représente par ses 1300 tonnes produites une part importante de la production (54%). Son emballage est en papier (2kg), puis en carton de 24kg.

*** Le sucre lingot :**

Depuis les années 70, le lingot est utilisé traditionnellement pour préparer le thé et le café. Il est commercialisé en boîte de 1 kg et en fardeau de 5kg.

*** Le sucre morceau :**

Utilisé principalement pour sucrer le café, il constitue avec le lingot un total de 650 tonnes par jour (27%) et est commercialisé en boîte de 1kg et en fardeau de 5kg,

*** 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 co-produits :**

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 à l'export et est utilisée comme substrat pour la fabrication de levures. (1) .

CHAPITRE 1 :

**PROCEDE DE FABRICATION DU SUCRE
ET PRESENTATION DE LA STATION DE
DESUCRAGES DES BOUES**

II PROCÉDE DE RAFFINAGE DU SUCRE

Dans ce chapitre, nous allons présenter des généralités sur le sucre. Ensuite, nous allons détailler le processus de raffinage du sucre.

II.1 Généralité sur le sucre

II.1.1 Définition du sucre

On entend par le terme « sucre », le sucre blanc de consommation, c'est-à-dire le saccharose. C'est une substance blanche, dure et brillante, de saveur plus ou moins sucrée, formée de petits cristaux agglomérés, qui est généralement extraite de la betterave sucrière ou de la canne à sucre.

Du point de vue chimique, le sucre est un hydrate de carbone, un disaccharide constitué d'une molécule de glucose et d'une molécule de fructose. Sa formule brute est $C_{12}H_{22}O_{11}$, [2].

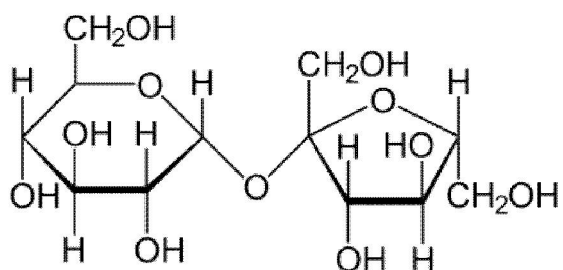


Figure 2 : Formule d'une molécule de saccharose

II.1.2 Production du sucre brut

Le sucre de canne et le sucre de betterave sont produits dans la plante par photosynthèse. En effet, à l'aide de la lumière du soleil, les feuilles vertes de la canne à sucre et de la betterave sucrière convertissent le dioxyde de carbone (CO_2 = air usé) et l'eau en hydrate de carbone, c'est-à-dire en sucre (assimilation du CO_2). Le soir, les feuilles sont remplies de grains de féculs qui se transforment en eau sucrée. Ensuite, l'eau coule dans la betterave ou dans la canne, où elle est de nouveau convertie en fécul pour être emmagasinée jusqu'au moment de la récolte.

II.1.3 Origine du sucre brut

Le sucre est largement répandu dans le monde végétal. En effet, on en trouve dans les tiges de toutes les herbes et les racines des légumes notamment: les carottes, les navets et même dans la sève de nombreux arbres comme les palmiers.

A l'échelle mondiale l'exploitation de la canne à sucre et de la betterave sucrière restent les plus importantes.

II.1.3.1 La canne à sucre

Les différentes parties de cette plante sont : les racines, les feuilles et la tige. Cette dernière peut atteindre une hauteur de 4 à 5m et un diamètre de 4 à 6cm, elle est constituée d'une succession de nœuds et d'entre-nœuds où est stocké le saccharose. [2]

Composant	Eau	Fibres ligneuses	Saccharose	Impuretés
Teneur (%)	70	14	14	2

Tableau 1: Composition moyenne de la canne à sucre

II.1.3.2 La betterave

La betterave sucrière, appartient à la famille des chénopodiacées. Elle se présente sous la forme d'un bambou pouvant atteindre une hauteur de 1m50 à 3m et un diamètre de 2cm à 5cm. Il s'agit d'une plante cultivée dans les zones tempérées et ses principaux producteurs sont l'Inde, l'Indonésie et l'Amérique centrale.

Il est à noter qu'une betterave récemment récoltée contient à peu près 75,9 % d'eau. Le tableau ci-dessous présente la composition de la betterave sucrière, [2].

Composant	Eau	Non-sucre	Sucre	Pulpe
Teneur (%)	75.5	2.6	16	5,5

Tableau 2 : Composition moyenne de la betterave sucrière

II.1.4 La composition du sucre brut

Le sucre brut est le premier résultat de l'extraction de la betterave à sucre ou la canne à sucre, Il est composé de plusieurs éléments, énumérés ci-dessous : [2].

II.1.4.1 Le saccharose

Le saccharose est, dans notre alimentation, le plus utilisé des sucres dits rapides, c'est-à-dire directement assimilables. En effet, ce disaccharide $C_{12}H_{22}O_{11}$ subit une hydrolyse très rapide, dès la température de 35°C, en milieu acide, ce qui permet, dans l'estomac humain, le doublement de sa molécule en une molécule de glucose et une molécule de fructose.

II.1.4.2 Les cendres

Les cendres sont des matières minérales incluses dans les cristaux de sucre. Elles proviennent du sel, des amendements, fumures, engrais et eau d'arrosage. Aussi elles sont variables en quantité et en nombre. Le tableau II-3 présente le pourcentage des éléments se trouvant généralement dans les cendres.

Composé	Calcium	Fer et aluminium	Carbonates	chlorures	Silice	Sulfates	Potassium	Sodium	Magnésium	phosphates
pourcentage	10	3	11	22	2	21	25	1	3	2

Tableau 3 : Composition des cendres

II.1.4.3 Les sucres réducteurs

Les non sucres, appelés aussi matières organiques comprennent :

- Des acides organiques libres ou composés aux bases minérales des sels
- Des produits de la décomposition du saccharose provenant de la fabrication du sucre brut
- Des gommes, des résines et de la cellulose
- Des bactéries ou moisissures (sources d'inversion)
- Des matières colorantes.

II.1.4.4 L'eau

Comme tout corps non déshydraté, le sucre renferme de l'eau. Notons que la détection des éléments chimiques mentionnés plus haut, demande un travail très précis par le laboratoire industriel. En effet, ces éléments peuvent être considérés comme paramètres de qualité, qui déterminent la valeur commerciale du sucre.

II.2 Processus de raffinage du sucre brut

Le raffinage est le procédé qui permet d'obtenir à partir du sucre brut (mélange de saccharose et de non- sucres) 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 ce, dans des conditions les plus économiques possibles : économie d'énergie, d'emballages et des pertes en sucre.

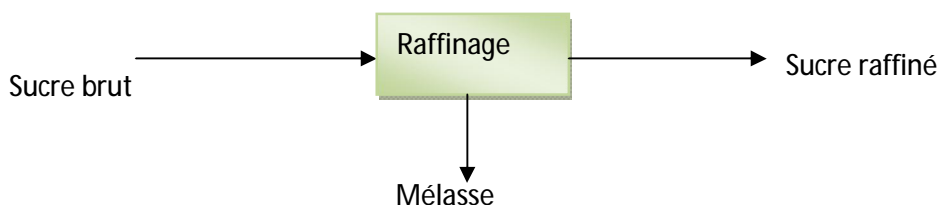


Figure 3 : Raffinage du sucre

Dans le procédé de raffinage, il existe un certain nombre d'opérations qui permettent :

- Û De retirer les impuretés extérieures au cristal, c'est l'étape de **l'affinage**.
- Û De retirer les impuretés intérieures au cristal de sucre brut après refonte du cristal de sucre affiné, c'est la clarification.
- Û De retirer les colorants de la fonte par passage sur des résines anioniques, c'est l'étape de décoloration.
- Û De recristalliser le saccharose pour obtenir un cristal pur à partir de la solution purifiée c'est l'étape de cristallisation.

II.2.1 Réception et stockage du sucre brut

Le sucre brut constitue la matière première de la raffinerie, il est stocké dans des grands magasins appelés "silos" dont la capacité est de 75000 tonnes, ensuite il est transféré vers la station d'affinage grâce à des bandes transporteuses en passant par deux servo-balances, un aimant pour éliminer les métaux ferreux, et un tamis vibreur pour isoler les grosses impuretés.

II.2.2 Affinage du sucre brut

II.2.2.1 But

Le sucre brut est constitué de cristaux de saccharose enrobés d'un film de sirop. Ce sirop contient la majorité des impuretés tant au point de vue matières organiques que matières minérales (cendres). Le cristal de saccharose ne contient que quelques impuretés incluses dans ce cristal.

Il se débarrasser en premier lieu du sirop entourant le cristal et se débarrasser par la suite des impuretés incluses dans le cristal du saccharose. Pour enlever le sirop entourant le cristal, on lave les cristaux avec un sirop dont la pureté est supérieure à celle du film.

II.2.2.2 Principe

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. Trois étapes sont nécessaires pour la réalisation de cette opération : l'empattage, le turbinage et la refonte

- **Empattage**

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 vise 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 50°-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'empattage. 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.

- **Turbinage**

Les turbines utilisées à la COSUMAR sont des centrifugeuses essoreuses discontinues. Elles consistent à séparer l'égout des cristaux afin d'obtenir du sucre qui va être fondu par la suite, le turbinage n'est utilisé que si la coloration du sucre brut est supérieure à 800 ICUMSA. (Mauvaise qualité du sucre)

- **Fonte**

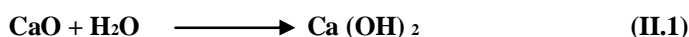
Le sucre récupéré après turbinage est dirigé vers trois fondoirs. Le premier fondoir contient une quantité de commune non carbonatée avec l'eau sucrée passant par le premier échangeur pour atteindre une température de 60°C et un brix de 65% et revient au même fondoir. Ensuite, cette commune passe vers 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 la carbonatation.

II.2.3 Epuration

L'épuration permet d'éliminer les impuretés incluses dans le système cristallin de sucre affiné, tout en ajoutant certains produits à la fonte pour agglomérer le floculant formé et faciliter la filtration.

II.2.3.1 Carbonatation

Cette étape a pour but de précipiter les impuretés incluses dans le système cristallin de sucre affiné, et une grande partie des matières colorantes par addition du lait de chaux. Cette opération se fait dans trois chaudières à carbonater, de capacité 55, 50 et 45m³, installées en série avant de pomper la commune non carbonatée vers les chaudières. Le sirop est réchauffé pour élever sa température à 75°C pour accélérer la vitesse de la réaction de carbonatation, mais il ne faut pas dépasser cette température afin de ne pas détruire le saccharose. 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 et dans chaque chaudière on ajoute le gaz de CO₂ à travers des vannes de régulation située 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 :



Dans la première chaudière la concentration de la chaux passe de 6 g/l à 3g/l, à la sortie de la deuxième chaudière la concentration de CaO vaut 1.5g/l, et pour la dernière chaudière le sirop sort avec une concentration de CaO de 0.06 g/l. Le CO₂ utilisé provient des chaudières de la centrale.

Avant son utilisation, il 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.

II.2.3.2 Filtration mécanique

Cette étape permet l'élimination des impuretés internes qui sont précipitées lors de la carbonatation par séparation liquide solide à l'aide de filtres, afin de séparer le sirop et le précipité de la carbonatation, huit filtres ont été installés: six de surface de 318 m² chacun et contiennent 80 poches, et deux autres de surface de 445m² et contiennent 46 poches. Ces poches sont enveloppées d'une toile qui ne permet que le passage du sirop seul, alors que les carbonates de calcium (CaCO₃) s'accumule autour de la toile en formant un gâteau qui facilite la filtration, et on obtient enfin un sirop filtré qui est envoyé vers un bac de commune filtrée, puis vers l'installation de résines échangeuses d'ions pour la décoloration.

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

II.2.3.3 Décoloration : filtration chimique

Cette opération permet l'élimination des matières colorantes restant dans la commune filtrée qui n'étaient pas éliminées au niveau de la carbonatation, par adsorption sur résines anioniques fortement basiques. La coloration du sirop filtré est due aux impuretés contenues dans la commune filtrée qui peuvent être

- Û Des matières colorantes
- Û Des cendres et des sels dissous
- Û Des matières colloïdales.

La COSUMAR dispose de deux stations de décoloration sur résines échangeuses d'ions l'une à une capacité de 110 m³ /h et l'autre de 35 m³ /h. Chaque station contient trois colonnes et comporte deux compartiment contenant deux types de résines: une résine anionique forte et une résine inerte qu'on appelle copolymère et qui sert à éviter le blocage des crépines par la résine anionique.

L'alimentation des colonnes en sirop se fait par la méthode UP FLOW (du bas vers le haut). La station 35 m³ /h contient 4,5 m³ de résines dans chaque compartiment, et la station de 110 m³/h contient 13,75 m³. Les deux stations ont le même principe de fonctionnement.

Pendant la phase de décoloration, la résine se charge en matières colorantes et en anions, elle se sature au cours du temps, donc il est nécessaire d'extraire les impuretés retenues sur les résines en faisant à la fin de chaque cycle une régénération, c'est pendant cette phase qu'on extrait les impuretés retenues telles que les matières colorantes par une solution saturée de chlorure de sodium à 6 à 30%, et celui en milieu basique avec utilisation de la soude à 1%. Deux rinçages de la colonne sont effectués : un rinçage long nécessite 30m³ d'eau et un deuxième rapide 25m³ d'eau. Après chaque cycle de 240 m³, on fait une régénération basique avec une saumure contenant 10% de NaCl et 1% de NaOH, et après une dizaine de régénérations basiques, on effectue une régénération acide avec une saumure contenant 10% de NaCl et 1% de HCl. cette régénération acide est faite

avant la régénération basique habituelle permet d'extraire les matières polluantes (oxyde ferrique) qui ne seraient pas éliminées en milieu alcalin. La résine régénérée est prête de nouveau à décolorer un sirop pré-décoloré de production.

II.2.3.4 Evaporation

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. Pour réaliser cette opération, Cosumar dispose de deux évaporateurs CEFT 2400 et 1600.

L'évaporation se fait dans des CEFT (Corps Evaporateur Flow Tomb) munis de faisceaux tubulaires chargés en sirop et à travers lesquels circule la vapeur qui libère sa chaleur latente par conduction à la raffinade. La raffinade est entrée en série dans deux corps évaporateurs : CEFT 2400 puis CEFT 1600. Quant à la vapeur, elle est produite dans les chaudières de la centrale thermique en utilisant l'eau déminéralisée afin de ne pas provoquer des dégâts au niveau des tuyaux du corps évaporateur, cette vapeur subit une détente et prend le nom de vapeur d'échappement (VE), ensuite elle se dirige vers le CEFT 2400 pour concentrer le sirop, en sortant de ce corps, la vapeur générée prend le nom de VP1, celle-ci est conduite elle même vers la VKT, les échangeurs de chaleur et le CEFT 1600, à la sortie de ce dernier, la vapeur est appelée VP2.

II.2.3.5 Cristallisation

Le but de cette étape est de former le maximum de cristaux à partir de la liqueur standard, qui est composée de trois flux : la raffinade concentrée, l'égoût riche et le sirop 1. La cristallisation se fait dans des appareils à cuire appelés cuites. Elle permet aussi d'enlever une grande partie d'eau et d'extraire les grains de saccharose. [2].

III. LA STATION DE DESUCRAGE DES BOUES

III.1. Description de Filtre-presse

Le filtre-presse est utilisé pour la filtration des boues pour objectif de la récupération des sucres résiduels issus de la filtration de sirop de carbonatation.

Caractéristiques technique de filtre a presse :

- Surface de filtration : 128 m
- Dimensions des plateaux : 1300*1300 mm
- Volume des chambres : 2976 L
- Nombre de chambre : 46
- Profondeur des chambres : 50 mm
- Pression maximale de service : 7,5 bar

Les filtres-presses ont connu un regain d'activité dans leurs applications comme extracteurs, en particulier dans les traitements des eaux résiduaires.

Le filtre-presse modèle PKF 140 NG est utilisé principalement dans l'industrie sucrière pour la séparation du carbonate de calcium précipité dans les jus d'épuration .

Il s'agit d'un filtre-presse entièrement automatique. les boues sont filtrées dans le filtre-presse, les tourteaux sont compactés, lavés, recomposé, séchés puis déchargés en tant que carbonate de calcium prêt a l'épandage .

Le filtre-presse est équipé en version standard d'une terminale d'exploitation. Sur demande, un autre terminal d'exploitation peut être fourni.

Le filtre-presse est homologué pour une pression de service de 7.5 bar maximum et une température de 90 °C. (3)

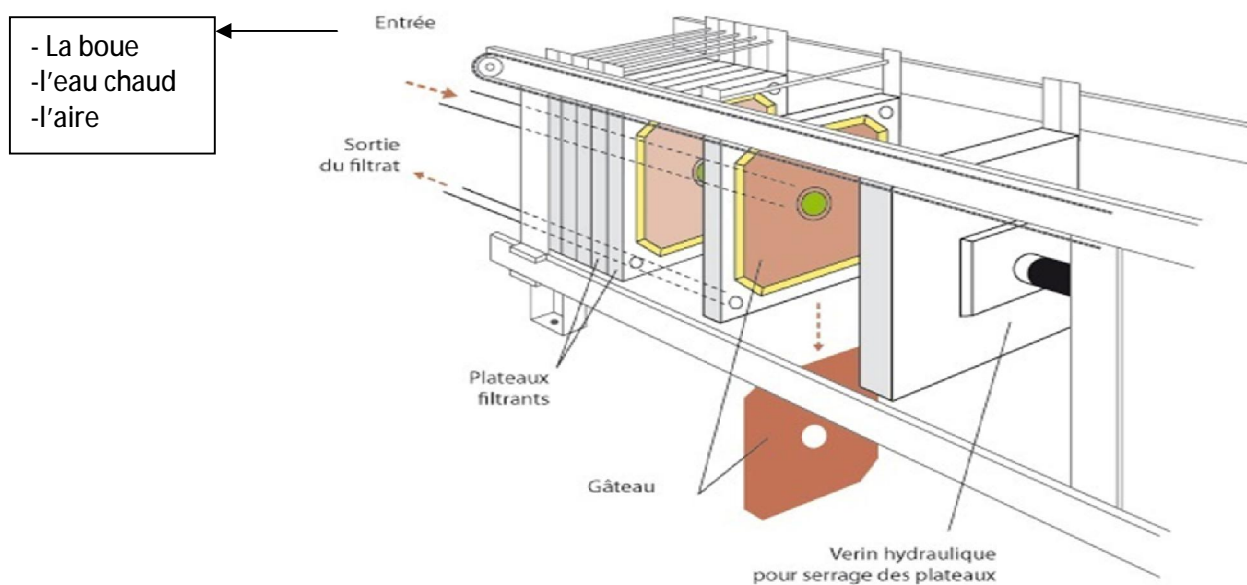


Figure 4. : Schéma descriptif du filtre presse (PKF)



Figure 5. : schéma représentatif du circuit de l'air comprimé



Figure 6 : image de filtre-presse

III.2. Déroulement technologique de la filtration

III.2.1. Remplissage et filtration

Pendant la filtration, les boues entrent dans le filtre presse. Après avoir atteint la quantité de boues réglable, les filtrats commencent à s'évacuer vers le bac à filtrats.

Lors de la filtration, une quantité minimum de matière sèche doit être pompée dans le PKF afin d'éviter un endommagement des membranes. Si pendant la filtration, la quantité de boues fixée n'est pas atteinte, les membranes ne seront pas gonflées lors du cycle, l'alarme déclenchée et la filtration est terminée.

III.2.2. Désucrage

Les boues résiduelles dans le canal en fin de filtration sont rincées à l'eau qui rentre dans le filtre-presse. Les boues se trouvant dans le PKF sont chassés vers le bac à filtrats par les sorties filtrats.

III.2.3. Compactage préliminaire

Et les membranes sont gonflées à l'air comprimé à une pression auparavant sélectionnée (2.5 bar). Cette pression est maintenue durant un temps réglable. Les filtrats extraits des tourteaux s'écoulent vers le bac à filtrats.

III.2.4. Compactage intermédiaire

Après écoulement du temps de compactage préliminaire sélectionné, la pression de gonflage des membranes augmente à 4.5 bars, cette pression est maintenue durant un temps réglable. Les filtrats extraits des tourteaux s'écoulent vers le bac à filtrats.

III.2.5. Lavage des tourteaux

Une quantité d'eau de lavage déterminée est pompée dans le PKF. Dans cette étape l'eau ne peut sortir du PKF qu'en traversant tout le tourteau. Le sucre encore présent dans le tourteau est ainsi extrait par l'eau. Les filtrats de lavage du tourteau sont conduits vers le bac à filtrats. La pression de l'eau et son débit sont réglables par la vitesse de rotation de la pompe. Le temps de lavage du tourteau est contrôlé. Ce temps de contrôle est réglable et déclenche une alarme si la quantité d'eau de lavage fixé n'a pas traversé le tourteau dans le laps de temps imposé.

III.2.6. Compactage final

Durant cette étape, la pression de gonflage des membranes augmente à 6.5 bars. Les filtrats extraits des tourteaux sous l'effet de la pression s'écoulent vers le bac à filtrats.

III.2.7. Séchage des tourteaux

Dans cette étape, de l'air comprimé rentre dans le PKF. Cet air comprimé ne sort du PKF qu'en traversant obligatoirement tous les tourteaux. A la sortie du PKF, l'air comprimé est conduit vers un hydrocyclone au-dessus du bac à boues.

III.2.8. Purge du canal à l'eau boueuse

Dans cette étape, le canal à l'eau boueuse est nettoyé à l'air comprimé. L'air entre dans le PKF, puis en bout du canal à l'eau boueuse sur la pièce de queue du PKF. Après avoir traversé le canal à l'eau boueuse, l'air sort du PKF sur la pièce de tête et est conduit vers l'hydrocyclone au-dessus du bac à boues. La durée du nettoyage du canal à l'eau boueuse est contrôlée.

III.2.9. Séchage du canal à l'eau boueuse

Une fois la durée de purge du canal à l'eau boueuse écoulée, ce canal est séché à l'air qui rentre directement dans le canal à l'eau boueuse à partir de la pièce de tête, l'air introduit sort du PKF, puis, est conduit vers l'hydrocyclone au-dessus du bac à boues.

III.2.10. Mise à l'atmosphère et débâtissage du filtre

En fin de cycle de filtration a lieu la détente d'air des membranes et toutes les sorties filtrats sont ouvertes. Le PKF reste environ 10 secondes avec les vannes ouvertes afin de réduire la pression résiduelle dans le PKF. En fin d'étape de mise à l'atmosphère du PKF, la pression hydraulique est réduite et le filtre-pressé débâti. Le cycle se termine à la fermeture des panneaux d'égouttures.

III.2.11. Nettoyage des toiles de filtration

Le nettoyage des toiles de filtration peut être effectué par jet d'eau à haute pression à l'aide du dispositif de lavage automatique (pont laveur) pour éliminer les tourteaux résiduels. Pour le nettoyage des toiles de filtration, on règle le filtre-pressé en mode semi-automatique. Pour éviter le colmatage des buses de pulvérisation par des impuretés contenues dans l'eau de lavage, cette

dernière est filtrée sur des filtres à cartouche (seuil de filtration 200 μm). En mode de marche semi-automatique, on avance étape par étape jusqu'à ce que le filtre-presse soit ouvert le premier ensemble de plateaux ouvert. On démarre ensuite le lavage automatique.

III.2.12. Séchage d'air comprimé

Le séchage d'air comprimé est une opération technique qui est utilisée pour réduire le taux d'humidité relative de l'air comprimé et éviter les problèmes liés à l'eau condensée ou à la corrosion dans un réseau d'air comprimé. Les sècheurs d'air ambiant sont généralement appelés déshumidificateurs. L'air atmosphérique ambiant contient toujours une certaine quantité d'eau, variable en fonction de sa température et de sa pression. Cette teneur en eau est généralement de l'ordre de quelques grammes d'eau par kilogramme ou (m) d'air. Dans un compresseur, l'air ambiant subit une augmentation de sa température et une réduction de son volume l'amenant à la saturation. De ce fait, tout refroidissement provoque de la condensation, les sècheurs d'air sont utilisés pour abaisser le taux d'humidité de l'air comprimé et éviter ce phénomène.

III.2.13. Consommation d'eau de lavage et d'air

Pour un taux de sucre résiduel de 0.5 % dans les tourteaux, il faut prévoir une quantité d'eau de lavage de 70 % sur tourteaux (siccité de 70 %) ou de 100 % matières sèches. Pour une charge d'environ 3300 kg de tourteaux (2300 kg de matière sèche), la consommation d'eau de lavage est de 2.3 m^3 à une température de 85 à 90 °C. Lors de la filtration de refonte, environ 8 à 10 m^3 d'eau de lavage sont nécessaires pour obtenir un Taux de sucre résiduel de 1-1.5

La quantité d'air comprimé à 10 bars nécessaires pour le séchage et le compactage des tourteaux s'élève à 385 Nm^3/h . (3)

CHAPITRE 2

REDUCTION DU TAUX D'HUMIDITE ET LE TAUX DE SUCRE DANS LES TOURTEAUX PAR LA METHODE DES PLANS D'EXPERIENCES

IV. Généralité sur les plans d'expériences

La Méthode Des Plan d'Expérience est une suite ordonnée d'essais d'une expérimentation. Son principe consiste à faire varier simultanément les niveaux de un ou plusieurs facteurs (qui sont les variables, discrètes ou continues) à chaque essai. Ceci va permettre de diminuer fortement le nombre d'expériences à réaliser tout en augmentant le nombre de facteurs étudiés, en détectant les interactions entre les facteurs et les optimaux par rapport a une réponse. C'est-a-dire une grandeur utilisée comme critère et en permettant de modéliser facilement les résultats.

Il existe actuellement plusieurs plans d'expériences, On peut cependant classer les plans d'expériences en deux grandes catégories :

- Les plans de criblage.
- Les plans de surface de réponse.

Afin d'obtenir des informations pertinentes, une démarche méthodologique doit être suivie :

- Définition des objectifs et critères ;
- Définition des facteurs études étudiés et du domaine expérimental,
- Construction du plan d'expériences,
- Expérimentation,
- Analyse des résultats,
- Conduite éventuelle d'essais supplémentaires,
- Validation des résultats,
- Conclusion de l'étude.

A l'issue de cette procédure, on pourra conclure sur les résultats donnés par les plans. (4)

V. Formalisation de problème

Présentation de l'étude

La méthode de filtration par les filtres-presses est un élément indispensable, dans les sucreries pour traité les eaux résiduaires.

Le résidu (les tourteaux), est la partie solide qui reste retenue sur les toiles à filtres. On effectue sur ces tourteaux deux types d'analyse de la quantité :

- Taux d'humidité (30 %)
- Taux de sucre (0,01)

L'exigence fixe pour les deux taux d'humidité (30 %) et celui de sucre à (0,01) ces taux dépasse largement les exigences de l'entreprise. Humidité (34 %), sucre (0.1).

Nous nous somme fixés comme objectif dans le cadre de ce travail de réduire le taux de sucre à (0.01) et l'humidité a (30%).

VI. Criblage du facteur

- Stratégie du criblage

Dans le criblage, l'additivité est une hypothèse forte : on détermine donc le "poids" de chacun des facteurs et on met l'hypothèse qu'il n'y a pas d'interactions, ainsi, le modèle mathématique utilisé est un modèle linéaire du 1^{er} degré.

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + \dots + b_n X_n$$

Les plans de criblage offrent uniquement des possibilités d'estimation des effets moyens des facteurs. Lorsque le nombre de niveau m_i égal à 2 pour tous les facteurs, le nombre N de traitement expérimentaux distincts à réaliser est égal au multiple de 4 immédiatement supérieur ou égale au nombre p d'inconnues à estimer. Plackett et Burmann ont généralisé la méthode de construction de tels plans d'expériences.

Les plans de Plackett et Burmann ont connu et rencontrent encore aujourd'hui un grand succès dans le monde industriel ou, pour des raisons économiques, le nombre N de traitements expérimentaux distincts reste généralement limité (en général, il faut que N reste inférieur à 25). (4)

Le criblage des facteurs consiste à distinguer, parmi un ensemble de facteurs potentiellement influents, ceux qui le sont effectivement dans un domaine d'étude fixé. Parmi les plans d'expériences largement utilisés pour le criblage des facteurs, on peut citer les plans de :

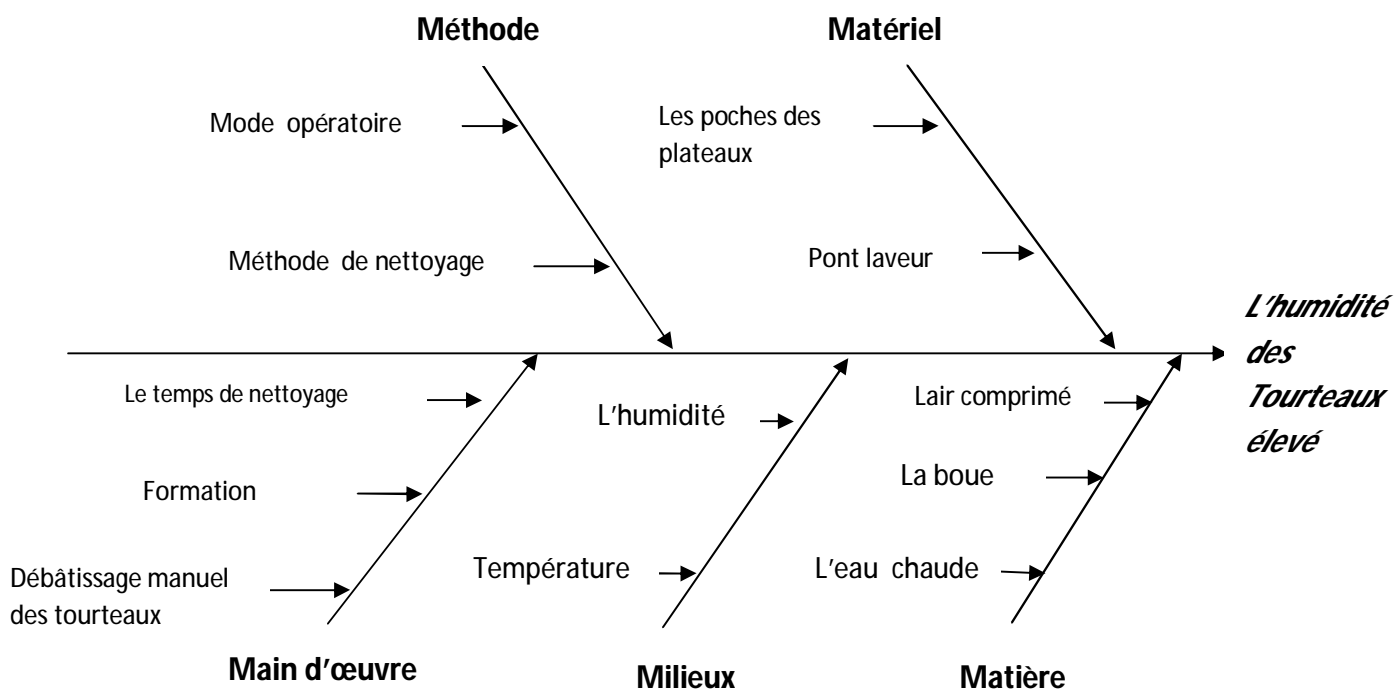
- Plackett et Burman ;
- Taguchi ;
- criblage asymétriques ;
- supersaturés.

Les plans de Plackett et Burman, et à un degré moindre ceux de Taguchi, ont été les plus utilisés. (5)

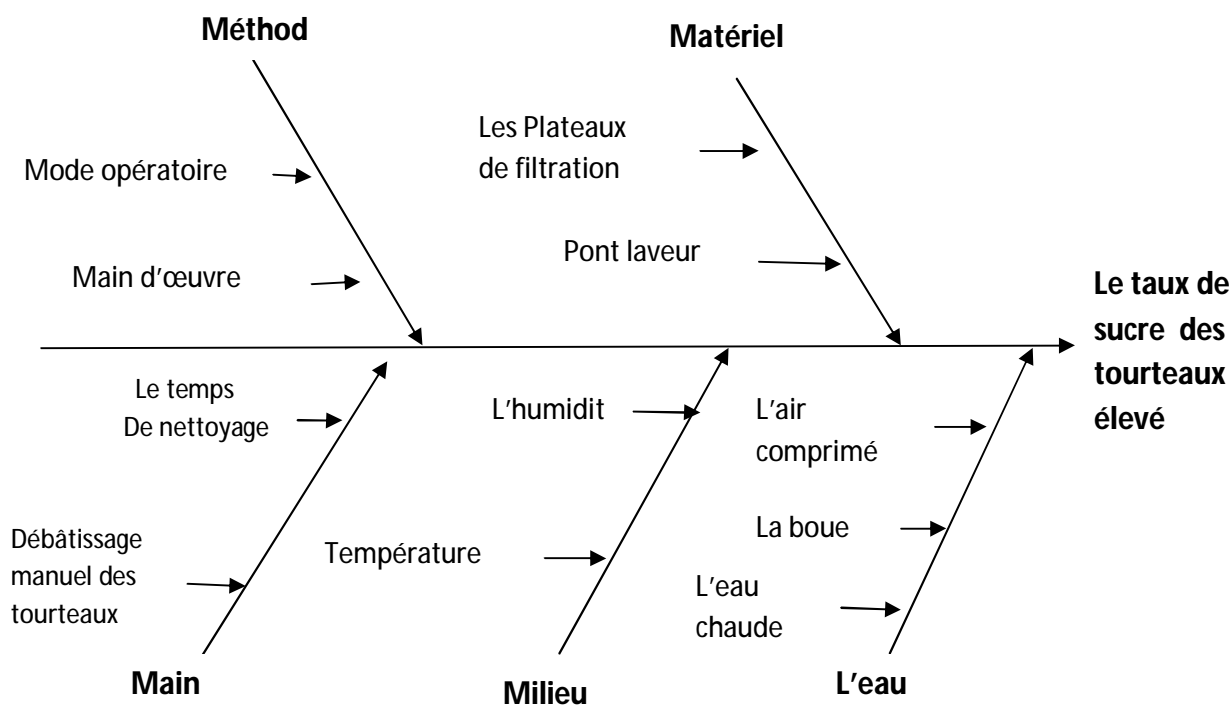
IV.1. Identification des facteurs

IV.1.1. Application du diagramme d'Ishikawa.

A l'aide du diagramme d'Ishikawa on a identifié tous les facteurs susceptibles.



La figure 7 représente les différentes causes qui peuvent augmenter l'humidité des tourteaux.



La figure 8 : représente les différentes causes qui peuvent augmenter le taux de sucre.

IV.1.2. **La liste des facteurs qui peuvent avoir un impact sur cette réduction :**

- Le temps du compactage préliminaire
- Le temps du compactage intermédiaire
- Le temps du compactage final
- Temps de séchage
- Pression de boue
- Débit d'eau de désucrage
- Débit d'eau de lavage
- Pression d'eau maximale
- Echelle de BRIX de l'eau bouse

IV.1.3. **La Liste des facteurs incontrôlables**

- La température de fonctionnement des filtres-presses est d'environ 70 C°.
- La formation des opérateurs incomplets peut causer à des erreurs d'intervention.
- la durée de vie des plateaux
- L'existence des buses colmatées qui empêchent la sortie de l'eau sur le pont laveur
- l'air comprimé qui contient de la vapeur d'eau
- Le temps de purge canal a boues, séchage canal a boues, mise a l'atmosphère filtre,
- déplacements plateaux, durée de marche tapis à tourteaux
- Pression du compactage préliminaire
- Pression du compactage intermédiaire
- Pression du compactage finale
- Débit de boue

Ø Avec l'équipe de la COSUMAR Nous avons retenue neuf paramètres.

Ø Nous avons aussi fixé le domaine de variation de ces paramètres (tableau 4).

	Facteur	Unité	Niveau bas (-)	Niveau haut (+)
X1	Temps de compactage préliminaire	s	20	60
X2	Temps de compactage intermédiaire	s	25	65
X3	Temps de compactage Final	s	70	110
X4	Temps de séchage	s	50	130
X5	Pression de boue	bar	3.8	5.8
X6	Débit de l'eau de désucrage	m ³ /h	20	60
X7	Débit de l'eau de lavage	m ³ /h	20	60
X8	Pression d'eau maximale	bar	3	5
X9	Viscosité de boues	BRIX	10	20

Tableau 4 facteur et domaine d'étude

IV.2. Construction du plan d'expérience

Ø Objectif de la construction d'un plan de criblage

La construction d'un plan de criblage consiste à extraire du domaine expérimental un nombre suffisant N de combinaisons particulières à fin d'estimer, de la meilleure façon possible, et les p inconnues du modèle additif, tout en respectant au mieux les objectif et les Contraintes techniques et/ou économiques de l'étude. Une des premières conditions nécessaires est de disposer d'un nombre N de traitements distincts supérieurs ou égal au nombre p d'inconnues du modèle : $N \geq p$

Il faut que les N traitement distincts retenus dans le dispositif étudié, permettent d'estimer les effets moyens de la meilleure façon possible. pour cela ,on cherche a obtenir une incertitude a la fois la plus faible et la plus homogène possible pour l'estimation des inconnues du modèle , ce qui se traduit en quelque sorte, par une répartition la plus uniforme possible des essais a réaliser au sein du domaine étudié.

Ø Principe de construction d'un plan de Plackett et Burmann

La construction d'un plan de Plackett et Burman est basée sur la duplication de lignes ou des colonnes contenant une alternance particulière de signes négatifs et positifs, par simple permutation circulaire.

Ø Expérimentation

L'étude de neuf paramètres, nous exigeons de faire d'abord leur criblage. Pour cela notre choix c'est parti sur le plan **Plackett** et **Burmann**. Ce plan exige pour neuf paramètres 12 essais. Nous regroupons dans le **tableau 5** suivant le plan d'expériences

N°Exp	temps de compctage prilim	temps de compactage inter	temps de compactage final	temps de séchage	pression de boues	Débit de l'eau de désucra	débit de l'eau de lavage	pression d'eau max	Echelle Brix de tortaux
	s	s	s	s	Bar	g m3/h	m3/h	Bar	BRIX
1	60	65	70	130	3.8	60	20	3	10
2	20	65	110	50	3.8	60	60	3	10
3	60	25	110	130	5.8	60	60	5	10
4	20	65	70	130	3.8	20	60	5	20
5	20	25	110	50	3.8	60	20	5	20
6	20	25	70	130	5.8	60	60	3	20
7	60	25	70	50	3.8	20	60	5	10
8	60	65	70	50	5.8	60	20	5	20
9	60	65	110	50	5.8	20	60	3	20
10	20	65	110	130	5.8	20	20	5	10
11	60	25	110	130	3.8	20	20	3	20
12	20	25	70	50	5.8	20	20	3	10

Tableau 5 : Plan d'expérimentation (criblage)

IV.3. Analyse globale des résultats d'essai

Après réalisation des essais, nous avons déterminé le taux d'humidité et le taux de sucre dans les tourtaux .

Nous regroupons dans le **tableau 6** suivant les résultats de ces réponses.

N°Exp	%sucre	taux d'humidité
	g/100ml	%
1	0.21	33.30
2	1.50	37.20
3	1.02	34.00
4	0.69	32.20
5	1.40	37.90
6	0.30	34.90
7	0.25	38.00
8	0.21	36.69
9	0.43	37.00
10	1.17	35.00
11	0.32	33.00
12	0.68	36.00

Tableau 6 : résultats des expériences (criblage)

IV.3.1. Estimation des poids des facteurs

L'analyse des résultats de ce plan de criblage permet de livrer plusieurs informations relatives à chaque réponse

IV.3.1.1. Le taux du sucre

En ce qui concerne le taux de sucre l'analyse des résultats du plan de criblage permettes d'estimer les coefficients du model de 1^{er} degré sans interaction les résultats sont regroupé dans le tableau 7.

Nom	Coefficient
b0	0.682
b1	-0.275
b2	0.020
b3	0.292
b4	-0.063
b5	0.047
b6	0.092
b7	0.017
b8	0.108
b9	-0.123

Tableau 7: Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y1 : %sucre

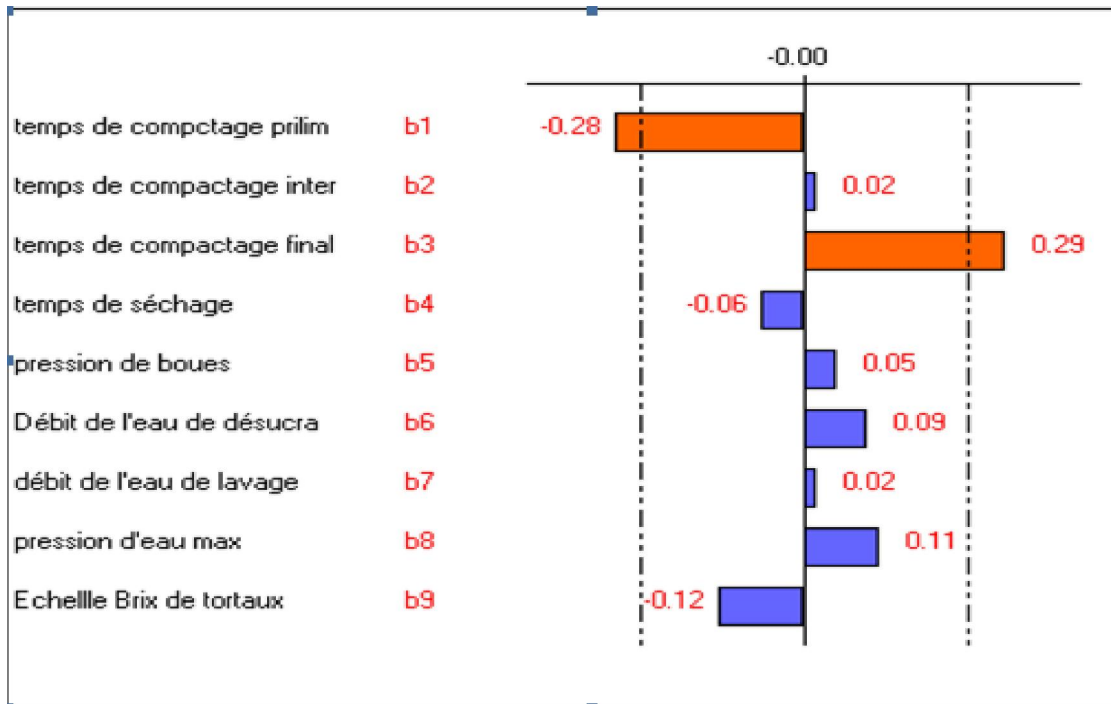


Figure 9: Etude graphique des effets du taux du sucre

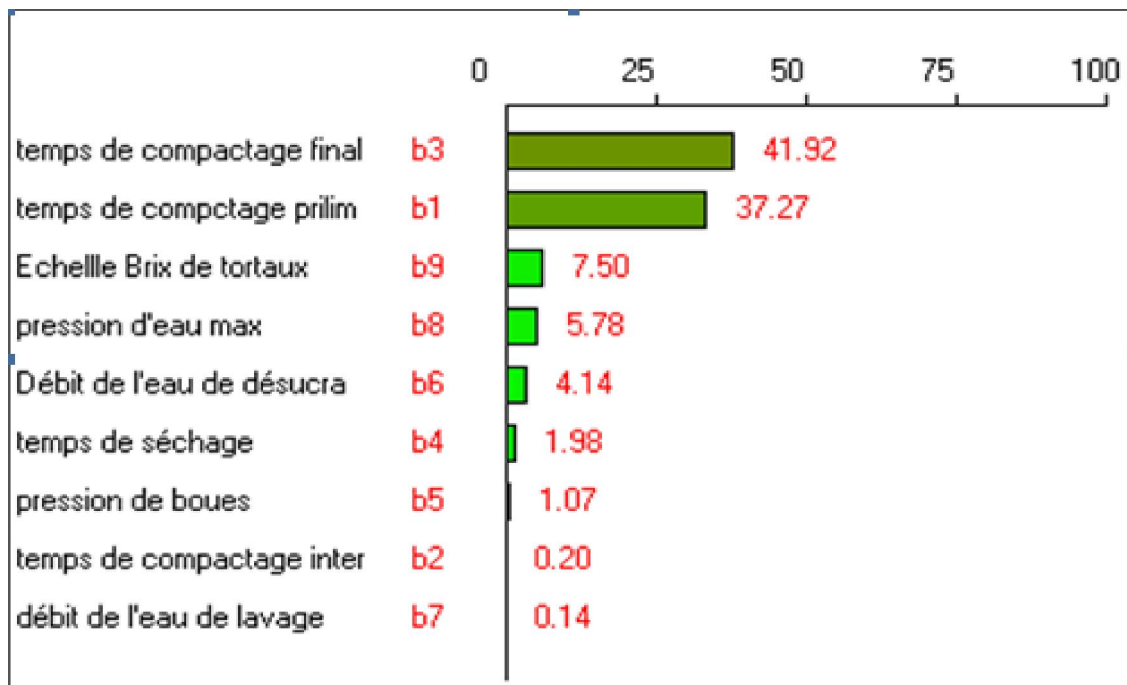


Figure 10 Diagramme de Pareto pour la réponse de pourcentage du sucre

L'analyse du graphe de Pareto **Figure 10** et le **tableau 7** permet de retenir que les facteurs qui ont une influence significative sur le taux de sucre.

- *temps de compactage final*
- *temps de compactage primum.*

IV.3.1.2. Le taux d'humidité

Le **tableau 8** et le tracé des effets moyens la **Figure 12** montrent que la réponse traduisant le **taux d'humidité** fait ressortir immédiatement le facteur important : le **temps de séchage** a le plus grand effet (négatif) sur l'augmentation du taux d'humidité, de plus. L'expérience des opérateurs et la connaissance du groupe de travail ont confirmé ces résultats.

Nom	Coefficient
b0	35.433
b1	-0.101
b2	-0.201
b3	0.251
b4	-1.699
b5	-0.166
b6	0.232
b7	0.118
b8	0.199
b9	-0.151

Tableau 8 Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y2 : taux d'humidité

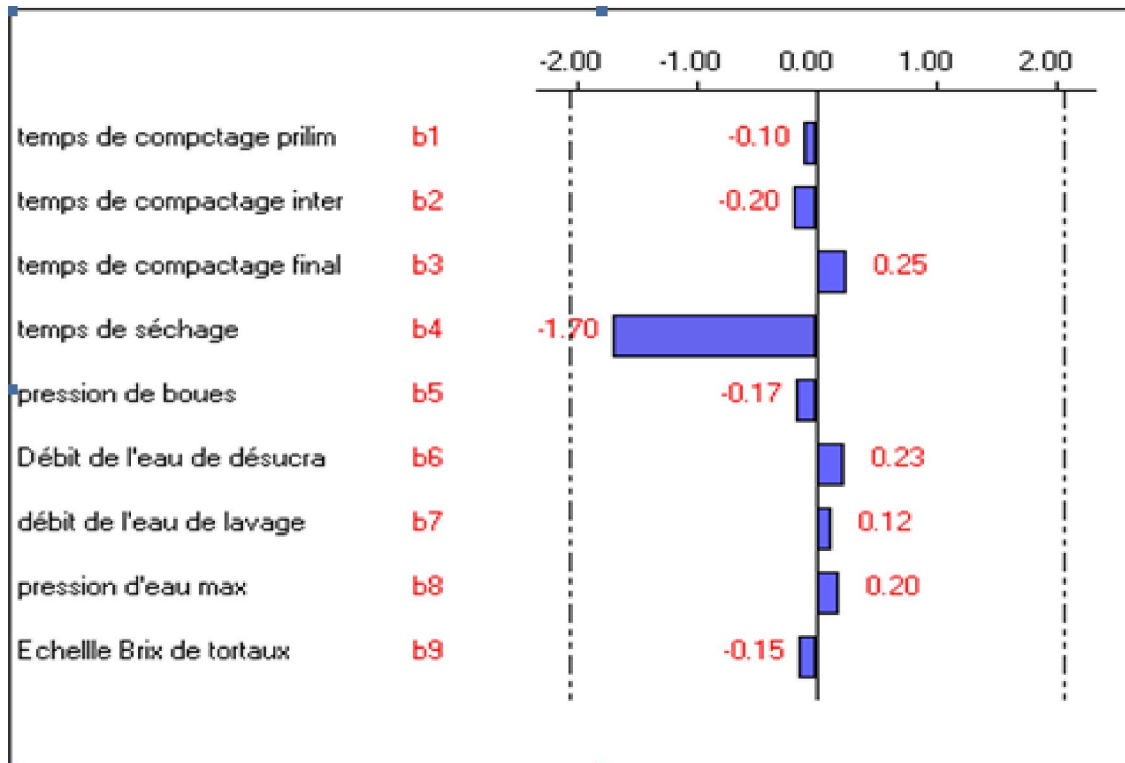


Figure 11 Etude graphique des effets du taux d'humidité

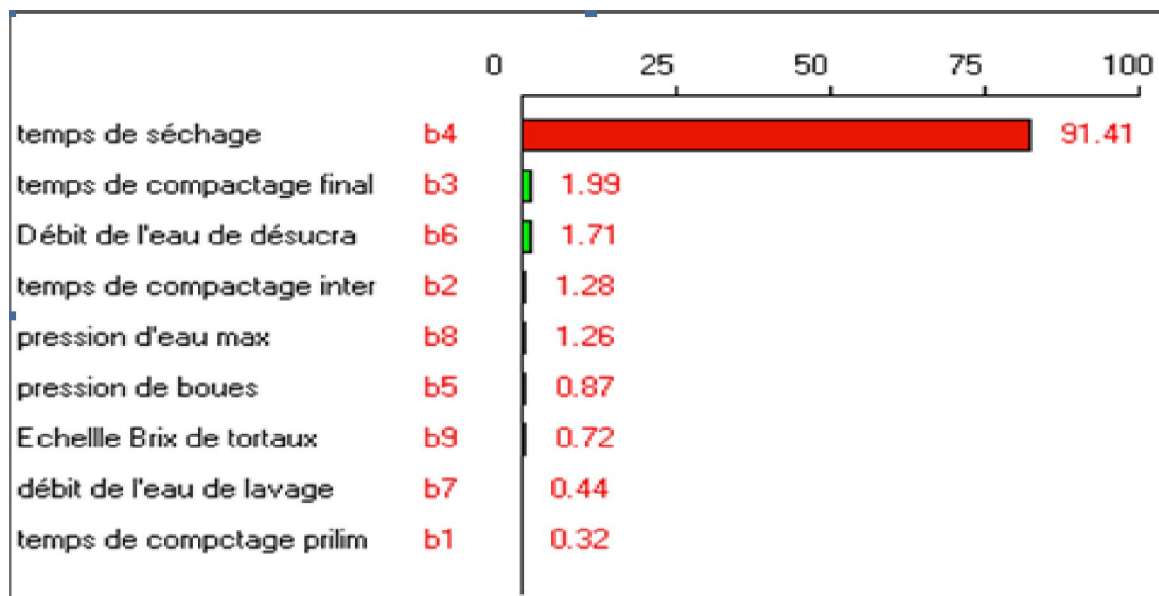


Figure 12 Diagramme de Pareto pour la réponse de taux d'humidité

L'analyse du graphe de Pareto **La figure 12** permet de regrouper le facteur qu'a une influence sur le taux d'humidité. C'est : *le temps de séchage*. Les autres facteurs n'ont pas d'influences sur la réponse.

Conclusion :

Le plan de criblage mené dans le cadre de cette étude pour la réponse " taux d'humidité " met bien en évidence les paramètres qui n'ont pas d'influence sur le système de filtration. Il montre clairement que le facteur **temps de séchage** qui a une influence sur l'augmentation du taux d'humidité.

Pour le taux de sucre le plan de criblage montre que deux paramètres ont une influence.

- *temps de compactage final*
- *temps de compactage prilim*

V Optimisation plans a surface de réponse

V.1.1. introduction

Il existe différentes méthodes d'optimisation parmi lesquelles on peut citer les plans d'expériences pour l'étude des surfaces de réponses.

Ø Les plans d'expérience pour l'étude des surfaces de réponse constituent souvent une deuxième étape, après un plan de criblage destiné à identifier les facteurs les plus influents.

V.1.2. Facteur et niveaux

Les 2 facteurs utilisés ont été déterminés par le plan de criblage : **le temps compactage préliminaire, le temps de compactage final.**

A présent, on définit le domaine expérimental qui détermine les limites de variation des deux facteurs à l'intérieur des quelles on définira des niveaux (**tableau 9**)

	Facteur	Unité	centre	Pas de variation	Xmin	Xmax
X1	Tps de compact prilim	S	40	20	20	60
X2	Tps de compactage finale	S	90	20	70	110

Tableau 9 Domaine Expérimental

V.1.3. Construction du plan d'expériences.

Le nombre de ligne d'une matrice d'expérience destinée à l'étude de surface de réponse croit très rapidement en fonction du nombre de facteur .Le plan d'expérience illustré dans ce travail est un plan de Doehlert.

Ø Par définition, comme pour tout plan d'expérience, on doit respecter la relation :

$$P = N \text{ dans notre cas } N=10 \quad P : \text{ nombre d'inconnue } \quad N : \text{ expérience a réalisé.}$$

La géométrie sphérique ou cubique ainsi que le nombre de niveaux qu'il est possible de réaliser influence la construction de la matrice d'expérience. En effet, le nombre de niveaux influence la restitution des courbures de la réponse en fonction de leurs variations.

Les matrice de Doelhart sont des matrices asymétriques pour lesquelles tous les facteurs ne possèdent pas le même nombre de niveaux et dont le nombre de traitements expérimentaux distincts obéit a la relation : $N = K^2 + K + 1$

N°Exp	tps de compact prili	tps de compact final
	s	s
1	60.0000	90.0000
2	20.0000	90.0000
3	50.0000	107.32
4	30.0000	72.68
5	50.0000	72.68
6	30.0000	107.32
7	40.0000	90.0000
8	40.0000	90.0000
9	40.0000	90.0000
10	40.0000	90.0000

Tableau 10 : plan d'expérimentation (optimisation)

IV.1.4. Résultats d'essais

Les valeurs des différentes sorties du plan a surface de réponse sont regroupées dans **le tableau 11**

N°Exp	tps de compact prili	tps de compact final	% du sucre
	s	s	g/ml
1	60.0000	90.0000	0.52
2	20.0000	90.0000	0.67
3	50.0000	107.32	0.64
4	30.0000	72.68	0.31
5	50.0000	72.68	0.17
6	30.0000	107.32	0.43
7	40.0000	90.0000	0.49
8	40.0000	90.0000	0.61
9	40.0000	90.0000	0.55
10	40.0000	90.0000	0.50

Tableau 11 résultats du plan d'expérimentations

V.2. Analyse mathématique des résultats d'essais

V.2.1. Objectif de l'analyse mathématique

L'analyse mathématique consiste à estimer, grâce à la méthode des moindres carrés, les p coefficients du modèle et les N (écarts entre les valeurs observées et les valeurs prévues par le modèle) pour chacun des traitements du plan d'expériences.

V.2.2. Estimation des p coefficient et des N résidus du modèle

Nous ferons ici un rappel succinct de la méthode des moindres carrés, facile à mettre en œuvre à partir d'un tableau informatique ou d'un logiciel spécialisé.

Pour la réponse pourcentage du sucre, on peut écrire compte tenu de la forme générale du modèle :

La relation suivante :

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{11} X_{11} + b_{22} X_{22} + b_{12} X_{12} + e$$

Avec : Y la valeur observé de la réponse (**pourcentage du sucre**) pour le deux facteur ; **le temps de compactage préliminaire et le temps de compactage finale**

Si on utilise les notations plus générales, on obtient :

$$(Y) = (X) (B) + (E)$$

Avec (X) : matrice du modèle,

(Y) : matrice des résultats d'essais pour une réponse donnée,

(B) : vecteur des estimateurs des coefficients,

(E) : matrice des résidus,

L'estimation des coefficient a partir de la méthode des moindres carrés fait appel à l'équation matricielle suivante : $(B) = ({}^TXX)^{-1} (X)(Y)$.

Les réponses estimées par le modèle sont alors obtenues à partir de l'équation suivante :

$$(\hat{Y}) = (X) (B)$$

Par suite, on obtient donc le résidu pour le traitement i à partir de l'équation suivante :

$$e_i = y_i - \hat{y}_i$$

La comparaison des **réponses mesurées** (y_i) et des **réponses calculées** (\hat{y}_i) permet de conclure sur la qualité du modèle.

V.2.3. Estimations des coefficients

Les estimations des coefficients pour le modèle de la réponse **pourcentage du sucre** sont indiquées dans le **tableau 12**

Nom	Coefficient
b0	0.538
b1	-0.038
b2	0.170
b11	0.057
b22	-0.219
b12	0.202

Tableau 12 *Estimations et statistiques des coefficients*

V.2.4. Comparaison des réponses observée et des réponses calculées (validation du model postule).

Il est nécessaire de tester la validité du modèle postulé en réalisant des expériences point tests. Ces points tests sont choisis de façon que les informations obtenues en ces points nous apportent la réponse à la question :

Le modèle représente-t-il la réponse étudiée dans le domaine expérimental d'intérêt ? (6)

Le tableau 13, nous donne les résultats (réponse) du taux de sucre dont les paramètres fixé à la valeur normale (valeur de centre $X=0$).

Essai	Tp de compac prilim	Tp de compac final	Taux de sucre
1	40	90	0.59
2	40	90	0.65
3	40	90	0.56
4	40	90	0.52
5	40	90	0.7

Le tableau 13 réponse mesuré

- La valeur moyenne des résultats de réponse mesurée est égal $Y = 0.60$ g/ml
- D'après le module postulé on détermine la reponse calculée

$$= 0.538 - 0.038X_1 + 0.170X_2 + 0.057 X_1 X_1 - 0.219 X_2 X_2 + 0.202 X_1 X_2$$

- La réponse calculée au centre ($X_1=0$ et $X_2=0$) est égale $= 0.538$ g/ml

Le résidu $e = Y - = 0.06$

La comparaison des réponses mesurées et la réponse calculée ne sont pas à première vue de qualité suffisante, pour cela on élimine les coefficients qu'a un seuil de signif.% élevé.

Donc on élimine le coefficient b_{11} et on obtient le nouveau modèle suivant :

$$= 0.557 - 0.038X_1 + 0.170X_2 - 0.226 X_2X_2 + 0.202 X_1X_2$$

Le résidu $e_1 = Y - \hat{Y} = 0.04$

D'après cette comparaison, on peut dire que la qualité descriptive du modèle du taux de sucre est importante.

V.3 . Analyse statistique des résultats

L'équation du modèle empirique n'est qu'une approximation de la réalité la mise en œuvre de tests statistiques nous permettront de porter un jugement sur les résultats obtenus :

- Connaître la qualité des estimations des coefficients,
- Estimer la validité du modèle avec les résidus traduisant les écarts entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées (tableau d'analyse de la régression)
- Exprimer la qualité descriptive du modèle dans le domaine expérimental (R_a^2).

V.3.1. Qualité des estimateurs des coefficients

On appelle que l'incertitude sur les coefficients est donnée par la formule

$$\beta_{i=1,2} = t_{\alpha} \cdot \sqrt{\text{var}(\beta_i)}$$

Avec t_{α} , la valeur de **student** au risque 5% qui nous donnera la valeur d'un t_{exp} associé à chacun des coefficients. Cette analyse statistique des coefficients est basée sur l'hypothèse nulle suivante :

H_0 : le coefficient b_i est nul

La probabilité associée à cette hypothèse nous permet d'obtenir le pourcentage associé à l'hypothèse nulle (H_0) (Voir **tableau 15**).

On regarde ce **tableau 9** pour savoir si on peut choisir un modèle de degré inférieur. Ici, on peut choisir un modèle de degré 2 puisque les deux coefficients associés à un modèle de degré 1 et 2 ont un pourcentage d'être nul pas élevé (1.20 % pour b_2 , 1.92 % pour b_{22})

V.3.2. Validité du modèle (ANOVA)

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	0.1907	4	0.0477	11.0638	1.21 *
Résidus	0.0216	5	0.0043		
Validité	0.0125	2	0.0062	2.0620	27.3
Erreur	0.0091	3	0.0030		
Total	0.2123	9			

Tableau 14 tableau de l'analyse de variance pour la réponse % du sucre.

L'analyse statistique aboutissant à la validité du modèle est décrite dans un tableau d'analyse de régression.

Les résultats de test de validation 2 pour la réponse : **pourcentage du sucre**

La réponse **pourcentage du sucre** a une très faible probabilité F_1 (Signif 1.21 *), on valide donc le modèle pour la réponse **pourcentage du sucre**.

V.3.3. Qualité descriptive du modèle

Le coefficient de détermination traduit la contribution du modèle dans la restitution de la variation de la réponse observée. Par définition, le coefficient de détermination appartient à l'intervalle suivant :

0 R^2 1. En présence de plusieurs variables explicatives, il faut éviter l'utilisation du coefficient de détermination R^2 pour comparer la qualité descriptive de différents modèles. Il faut recourir à l'utilisation du coefficient de détermination ajusté $R^2_{\text{ajusté}}$.

Rappel : plus la valeur du coefficient de détermination ajusté est proche de 1 (100%), plus la qualité descriptive

R2	0.898
R2A	0.817

Tableau 15 qualité descriptive des modèles

D'après le **tableau 11**, on peut dire que la réponse a une qualité descriptive très satisfaisante.

V.4. Analyse graphique des résultats

Le domaine expérimental étant défini à partir de la variation de deux facteurs, donc il est facile de restituer de façon simple la variation de la réponse.

L'analyse graphique du modèle consiste à restituer l'équation de ce dernier sous deux formes : les surfaces de réponse et les courbes iso-réponses.

§ Surfaces de réponse

Les surface de réponse sont des graphique en trois dimensions (voire **Figure 11**). Le plan horizontal de la figure matérialise le domaine de variation de deux facteurs ; l'axe vertical matérialise la variation de la réponse à partir du modèle.

Nous allons étudier la réponse **pourcentage de sucre**

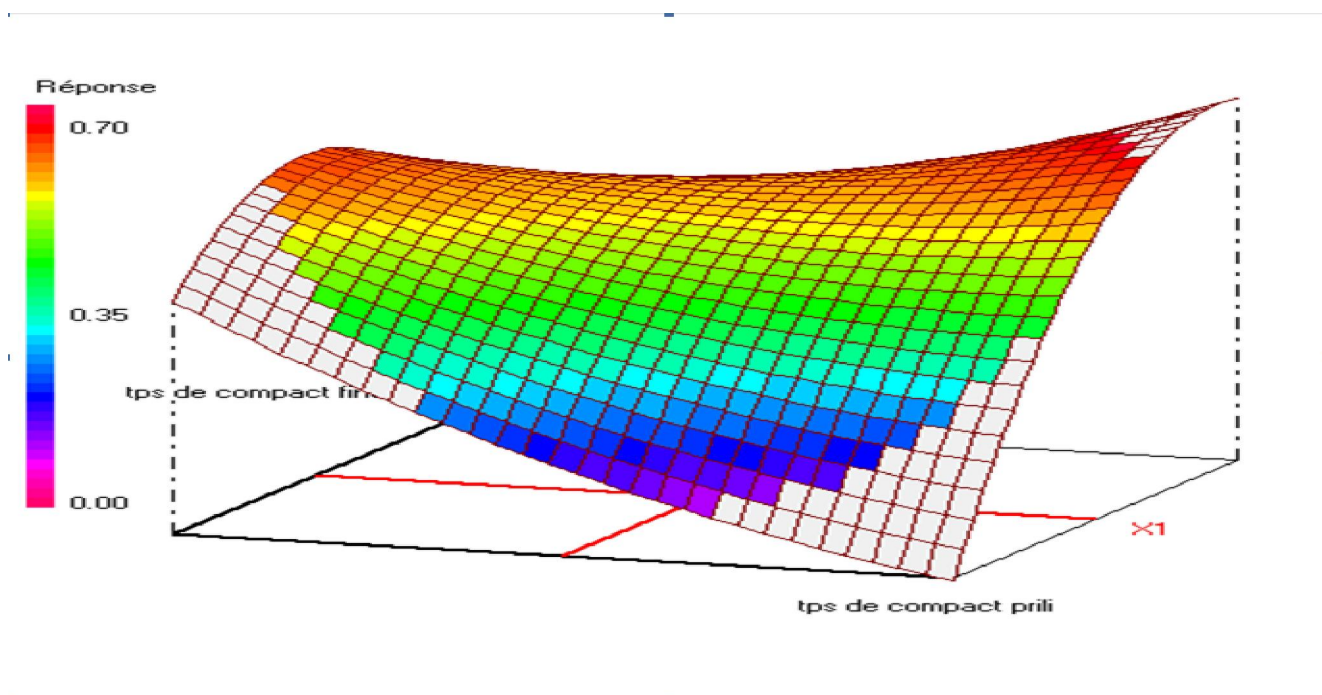


Figure 11 surfaces de réponse de **pourcentage du sucre**

X_1 : temps de compactage préliminaire.
 X_2 : temps de compactage finale.

Courbe iso réponses

Les courbes d'iso-réponse constituent une projection de la surface de réponse dans le plan horizontal (**Figure 6**). Elles s'interprètent comme des courbes de niveaux sur lesquelles est projetée la valeur de la réponse.

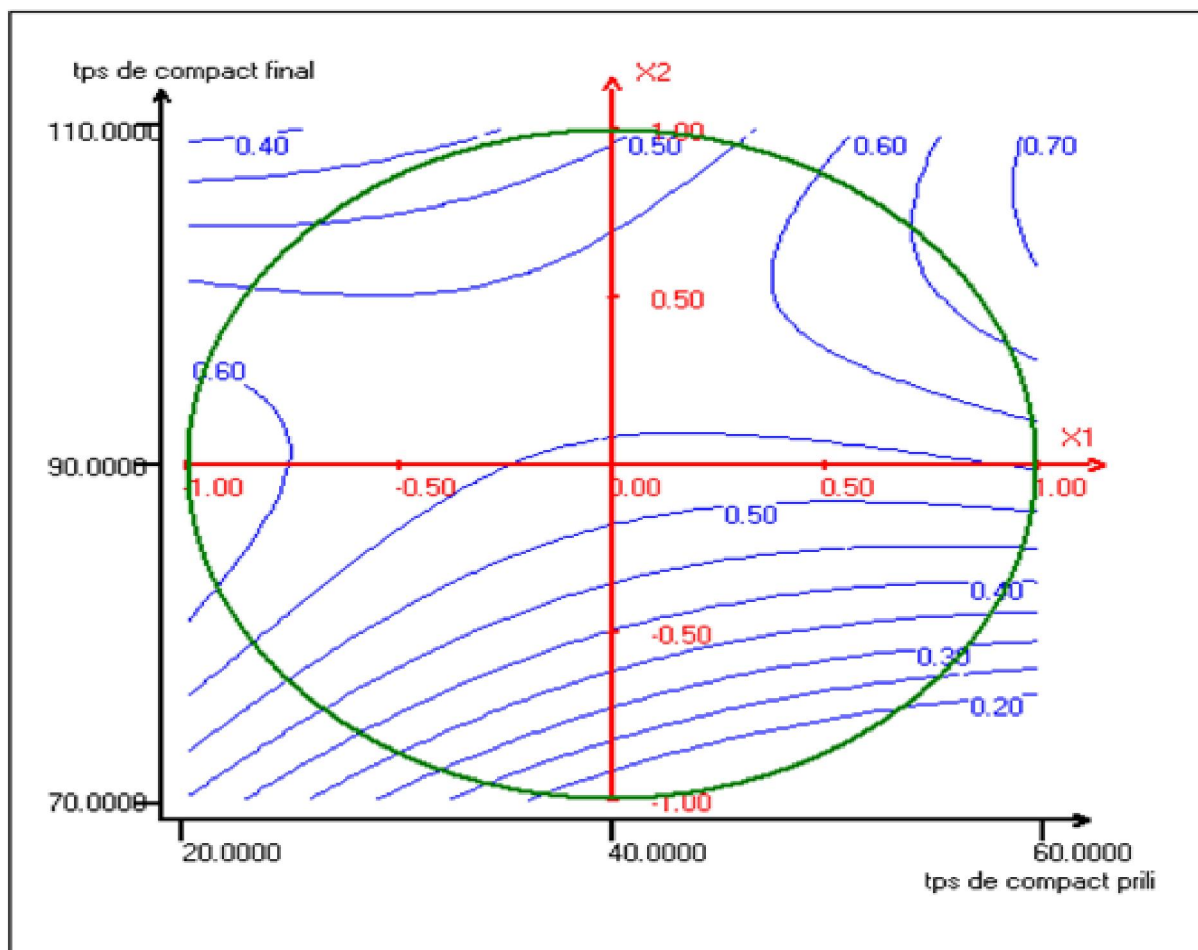


Figure 12 Courbe d'iso-réponse de pourcentage de sucre

IV.4.1. Interprétation des surfaces de réponses et des courbes d'iso-réponses pour la réponse de pourcentage de sucre

§ Les facteurs principaux influant sur l'augmentation de taux de sucre dans les tourteaux sont (X_1) temps de compactage préliminaire et (X_2) temps de compactage final. une augmentation de temps de compactage préliminaire dans le cycle de filtration entraîne une forte diminution de taux de sucre dans les tourteaux tandis qu'une diminution de temps de compactage finale conduit aux mêmes résultats.

IV.5. Conclusion

L'analyse des résultats du plan nous montre que le système de filtration par les filtres-presses permet la réduction du taux de sucre dans les conditions de variation des deux paramètres :

- Si le temps de compactage est fixé à (70 seconde) valeur minimum et aussi le temps de compactage préliminaire est fixé à (48.44 seconde) valeur maximale sachant que les autres facteurs sont déjà fixés, entraîne une diminution au pourcentage du sucre (0.06 g/ml). sachant que le taux de sucre avec le fonctionnement de marche (en moyenne est égal 0.2g/ml).

Notre objectif c'est de réduire le pourcentage de sucre à 0.01 g/ml. La réduction de 0.2 g/ml (résultats du taux de sucre avec le fonctionnement normale) à 0.14 g/ml c'est un résultat satisfaisant pour notre étude.

Le plan de criblage nous a permis de classer les facteurs par ordre de leur importance sur la variation du taux de sucre et le taux d'humidité dans les tourteaux.

Les conditions optimales pour la diminution du taux de sucre et le taux d'humidité dans les tourteaux sont trois types : une valeur de (130 seconde) pour le temps de séchage et le temps de compactage préliminaire (48 seconde) et le temps de compactage finale (70.17 seconde) sont réalisés dans les conditions qui fournissent le moins d'énergie au système.

CONCLUSION GENERALE

Le présent travail avait pour objectif, la réduction de taux d'humidité à 30 % et le pourcentage de sucre à 0.01 g/ml des tourteaux déchargé. Dans le travail réalisé axé essentiellement sur les plans d'expériences,

Nous avons présenté dans le chapitre 1 les différentes étapes du procédé de fabrication du sucre et la station de désucrage des boues.

Le chapitre 2 est consacré pour étudier les influences des facteurs sur les deux réponses. Un criblage des facteurs a été réalisé. Ce dernier nous a permis d'alléger l'étude de surface de réponse en éliminant les variable ayant un " poids" non significatif.

Le criblage des facteurs a été réalisé à neuf facteurs. Les facteurs identifiées comme ayant un " poids" significatif sur le taux d'humidité et le pourcentage de sucre sont :

- Le temps de compactage préliminaire
- Le temps de compactage final
- Le temps de séchage

Le plan d'expérience pour l'études des surfaces de réponse a permis d'obtenir un réglage plus affiné pour les deux paramètres correspondant a une réduction de taux de sucre . Ce plan d'optimisation a permis de déterminer les conditions optimale pour obtenir un tourteau qui contient un taux de suce d'ordre de 0,14 g/ml.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) (2) Documentation de la Société COSUMAR
- (3) Documentation et fiche technique des filtres-presses
- (4) JACQUES GOUPY. Les Creighton “ INTRODUCTION AUX PLANS D’EXPERIENCES “ 3e édition
- (5) <http://www.techniques-ingenieur.fr/> plans d’expériences
- (6) Pr.M. EL ASRI . “Cours des plans d’optimisation et plan de mélange “FSTF . 2014