

PM :Pois moléculaire.

ICUMSA :International Commission for Uniform Methods for SugarAnalysis
(Commissioninternationale pour l'unification des méthodes d'analyse du sucre).

Bx :Brix

PDAH :Produits de poids moléculaire élevé fortement colorés.

CEFT : corps évaporateur à flot tombant.

MS : Matière sèche.

E : Eau.

P : Pureté.

NS : Non-sucre.

FTD :Filtre à toile drainée : DIASTARD GAUDFRIN.

Sommaire

Introduction	
générale.....	1
Chapitre I : Présentation générale de la société COSUMAR.....	2
I. Identification de l'entreprise.....	3
II. Historique de l'entreprise.....	3
III. Fiche technique.....	5
IV. Organigramme.....	6
V. Le Groupe COSUMAR.....	7
VI. Gamme de produits.....	8
Chapitre II : Généralités et processus de raffinage du sucre	9
I. Généralités sur le sucre.....	10
I.1-Introduction.....	10
I.2-Les plantes saccharifères.....	10
I.2-1- La canne à sucre : (<i>sacchareuse officinarum</i>).....	10
I.2-2-La betterave.....	11
I.3-Composition du sucre.....	11
I.3-1 –Le sucre ou saccharose.....	12
I.3-2- Les cendres	12
I.3-3- Les sucres réducteurs.....	12
I.3-4- Les non-sucres.....	13
I.3-5- L'eau.....	13
I.4- Les différents aspects du sucre.....	13
I.4-1-Caramel.....	13

I.4-2-Sirop de raffinerie.....	13
I.4-3- Sucre brun.....	13
I.4-4- Mélasse.....	13
II.Raffinage du sucre.....	14
II.1-Réception et stockage du sucre brut	14
II.2- Affinage du sucre brut.....	14
II.2-1- But.....	14
II.2-2- Principe.....	15
II.2-2- a)-L'empattage.....	15
II.2-2- b)- La fo.....	15
II.3- Epuration.....	15
II.3-1- Carbonatation.....	15
II.3-2- Filtration.....	16
II.4- Décoloration.....	16
II.4-1- Généralités.....	16
II.4-1-a)- Les colorants de la matière première.....	16
II.4-1-b)- Les mélanines.....	16
II.4-1-c)- Complexes fer-polyphénols.....	16
II.4-1-d)- Produits de dégradation alcaline des hexoses.....	17
II.4-1-e)- Caramels.....	17
II.4-1-f)- Produits de la réaction de Maillard.....	17
II.4-2- Principe.....	17
II.4-3- Types de résines.....	18
II.4-4- Description du procédé.....	18
II.5- Evaporation.....	19
II.6- Cristallisation.....	20
II.6-1- Les cuites de cristallisation.....	20
II.6-2- Les malaxeurs.....	22
II.6-3- Les turbines.....	22
II.7- Séchage et refroidissem.....	22
II.8- Stockage dans les silos.....	22
Chapitre III : Revue bibliographique.....	23
I. Définitions des paramètres utilisés en raffinerie.....	24
I.1- Brix.....	24
I.2- Polarisation (<i>teneur en saccharose</i>).....	24
I.3- Pureté.....	24
I.4- Non-sucre.....	24
I.5- Alcalinité.....	25
II. Filtration.....	25
III. Modélisation statistique	26
III.1- Le modèle linéaire.....	27
III.2- Le modèle linéaire gaussien.....	27
III.3- La régression linéaire.....	28
III.3-1- Le modèle de régression linéaire simple	28
III.3-2- Le modèle de régression linéaire multiple.....	29
III.4- Analyse en composantes principales.....	30
Chapitre IV : Matériels et Méthodes.....	31
I. Cadre et objectifs.....	32
II. Matière à épurer.....	32
III. Epuration.....	33
II.1- Carbonatation.....	33
II.2- Filtration.....	34
II.3- Cycle des filtres DIASTAR.....	35
Chapitre V : Résultats et Discussions.....	36
I. Analyse de variation.....	37
I.1- Taux de décoloration.....	37
I.2- Filtrabilité.....	38
I.3- Paramètres intervenants dans le procédé carbonatation-Filtration.....	38
I.3-1- Le brix.....	38

I.3-2- pH du sirop.....	38
I.3-3- Chaulage.....	39
I.3-4- Richesse du CO ₂	39
I.3-5- Teneur en amidon.....	39
I.4- Sélection des facteurs à suivre et leur fréquence.....	40
II. Modélisation.....	41
II.1- Analyse des données (Réalisation d'une ACP).....	41
II.2- Réalisation d'une régression linéaire multiple (RLM).....	44
II.2-1- Taux de décoloration.....	44
II.2-2- Différence de pression des filtres (Δp) :.....	46
II.3- Conclusion d'étude.....	48
Conclusion générale.....	49

INTRODUCTION GÉNÉRALE :

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

Le sucre est l'une des principales composantes des denrées alimentaires à côté de l'huile et des céréales, au Maroc la consommation annuelle est d'environ 20Kg par personne, cette dernière augmente en moyenne de 2,5% chaque année. Actuellement le Maroc produit environ 65% de ses besoins en sucre, la consommation du sucre s'effectue sous deux formes: la première est directe, le sucre est vendu tel que, la deuxième est industrielle dite indirecte, elle concerne le sucre incorporé dans les aliments et les boissons. La Compagnie Sucrière Marocaine de Raffinage, à elle seule, produit vers les 2000 tonnes de sucre raffiné par jour.

Pionnière au Maroc dans ce secteur d'activité et première entreprise de la filière sucrière, COSUMAR produit depuis plus de 70 ans, du pain de sucre. Un produit riche en valeurs traditionnelles, dont les habitudes de consommation sont séculaires. Et fidèle à cette tradition elle s'est installée dans la modernité, en proposant toute gamme de sucre, adaptée aux habitudes de consommation d'aujourd'hui, et en adoptant un processus de fabrication relevant d'une grande technologie, comportant plusieurs étapes.

Nous nous sommes intéressés, dans le cadre de ce projet, à la maîtrise statistique du procédé de carbonatation-filtration considérée comme une étape clé dans le raffinage du sucre brut. Une telle maîtrise passe par l'élaboration d'un modèle postulé, à partir d'un traitement des données récoltées. Dans un premier temps nous chercherons les paramètres de réglage qui influencent significativement le procédé à l'aide d'une Analyse en Composante Principale (ACP), avant de mener une modélisation par une régression linéaire Multiple (RLM).

Le présent document contient 5 parties essentielles, la première et la deuxième seront consacrées à la présentation de l'unité d'accueil ainsi que le processus complet du raffinage. Les 2 parties suivantes proposeront une synthèse bibliographique dans laquelle on définit, dans un premier temps, des notions de base sur la modélisation, ensuite le cadre et l'objectif du sujet. Finalement le dernier chapitre présentera les résultats de l'étude ainsi que les interprétations correspondantes.

CHAPITRE I : Présentation générale de la société «COSUMAR»



I. Identification de l'entreprise :

Le groupe COSUMAR (Compagnie Sucrière Marocaine de Raffinage) 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.

La raffinerie fonde son métier sur 3 principales activités:

- L'extraction du sucre à partir des plantes sucrières: canne et betterave à sucre.
- Le raffinage du sucre brut importé.
- Le conditionnement sous différentes variétés.

II. Historique de l'entreprise :

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

- **1^{er} janvier 1967**, des accords entre l'Etat marocain et COSUMA ont donné naissance à COSUMAR (**Compagnie de Sucrierie Marocaine et de Raffinage**). La participation de l'Etat à hauteur de 50% du capital a permis d'atteindre une production journalière de 900 tonnes.
- En **1985**, L'ONA «**Omnium Nord-Africain**» prend le contrôle du capital de COSUMAR avec 55,48%, le reste étant détenu par d'autres actionnaires.
- En **1993**, la COSUMAR absorbe les sucreries de Doukkala (Zemamra et Sidi Bennour), dont elle détenait déjà une part significative.
- **2002** : Passage en blanc de la sucrerie de Sidi Bennour (production de sucre granulé destiné à la consommation directe.
- **2003** marque une étape importante dans l'évolution de la COSUMAR. En effet, elle a été certifiée ISO 9001 version 2000 par l'organisme français AFAQ et actuellement la capacité journalière de production de sucre affiné peut atteindre 700 000 tonnes.
- **2004** : COSUMAR investit 800 MDH dans le projet d'extension de la capacité de traitement des Sucreries Doukkala. La même année, le Groupe augmente sa capacité de stockage de 20 000 tonnes grâce au projet de réalisation d'une nouvelle plate-forme logistique de 12 280 m² à Casablanca.
- **2005** : COSUMAR devient l'Opérateur national de l'industrie sucrière par l'acquisition des participations détenues par l'Etat dans le capital des quatre sociétés sucrières nationales SURAC, SUTA, SUCRAFOR et SUNABEL.
- **2006** : La COSUMAR met en œuvre le projet « **INDIMAGE 2010** », destiné à intégrer, mettre à niveau et développer les sucreries acquises en 2005.
La même année, la capacité de traitement de betterave augmente de 10 000 à 15 000 TB/J à Sidi Bennour, grâce à la réalisation de la deuxième phase du projet d'extension du site. Le groupe déploie par ailleurs un nouveau procédé de fabrication du pain de sucre. Poursuite de la mise en œuvre du projet « INDIMAGE 2010 » et développe de la filière sucrière grâce à la poursuite des investissements nécessaires à l'augmentation des performances industrielles.
- **2007** : COSUMAR intègre l'Organisation Internationale du Sucre (ISO).

- **2008:** Poursuite du projet de modernisation et d'extension de la raffinerie de Casablanca, lancé à la fin de 2007.
- **2009 :** *COSUMAR fête ses 80 ans, sortie d'un timbre dédié à l'industrie sucrière marocaine.*
- **2010 :** Modernisation des unités de traitement des plantes sucrières et la raffinerie de Casablanca.
- **2011 :** A l'instar de certaine autre filière de SNI, les négociations sur la vente de la COSUMAR sont en bonne voie.
- **2012 :** Un système de management intégré SMI Qualité Sécurité Environnement conformément aux normes ISO en vigueur, a été mis en place.
- **2013 :** SNI cède 27,5% à WILMAR INTERNATIONAL et 26 % aux investisseurs marocains.

III. Fiche technique :

Raison sociale	COSUMAR (compagnie sucrière marocaine et de raffinage)
Forme juridique	S.A (Société anonyme)
Secteur d'activité	Production de sucre
Siège social	8 Rue El Mouatamid Ibnou Abbed Roches noirs, Casablanca, Maroc
Téléphone	(0522) 67 83 00
Fax	(0522) 24 10 71

E-mail	contact@cosumar.co.ma
Site web	www.cosumar.co.ma
Registre de commerce	Casa 30007
Chiffre d'affaire	4 Milliards de Dirhams
Identification fiscale	01 64 03 53
Capital	419 105 700 Dirhams
TVA	616 051
CNSS	192 800 3
Implantation	5 sociétés
Effectif	3000 collaborateurs
Amont agricole	80000 agriculteurs
Superficie agricole	90000 hectares
Capacité de production	2400 tonnes de sucre raffiné par jour

IV. Organigramme :

Pour bien atteindre ses objectifs , la *COSUMAR* dispose non seulement d'une expérience de 71 ans dans le raffinage de sucre mais également de potentialités humaines couvrant presque 2000 personnes , directeurs, cadres, employés, agent de maîtrise et manouvres, dont l'organisation hiérarchique se présente comme suit :

Conseil d'administration

Administrateur M. KUOK Khoon Hong	Administrateur MAMDA représentée par M. Hicham BELMRAH	Président-Directeur Général M. Mohammed FIKRAT
Administrateur M. Jean Luc Robert BOHBOT	Administrateur RCAR représentée par M. Anass Houir ALAMI	Administrateur M. Abdellaziz ABARRO
Administrateur M. Régis Karim SALAMON	Administrateur Wafa Assurance représentée par M. Mohamed Ramses ARROUB	Administrateur M. Khalid CHEDDADI

Figure 1 : Membres du conseil d'administration :

Le comite de direction

Président-Directeur Général M. Mohammed FIKRAT		
Directeur du Développement à l'international M. Mouhcine BAKKALI	Directeur Général Délégué de COSUMAR SA en charge de la Raffinerie et des Sucreries des Doukkala M. Mohammed Jaouad KHATTABI	Directeur Général Délégué SURAC et SUNABEL M. Hassan MOUNIR
Directeur de la Coordination de l'Amont Agricole, de la Coordination technique et de la Communication M. Abdelhamid CHAFAI EL ALAOUI	Directeur du Conditionnement et de la Production à la Raffinerie M. Abdeljalil KADDOURY	Directeur des SUCRERIES DES DOUKKALA M. Abdeljaouad SLAOUI

Figure 2 : Membres du comité de direction:

V. Le Groupe *COSUMAR*:

Depuis le rachat des sucreries publiques en 2005, le groupe *COSUMAR* se compose de cinq sociétés spécialisées dans l'extraction, le raffinage et le conditionnement du sucre sous différentes formes.

- *COSUMAR SA*, regroupe la raffinerie de Casablanca et les sucreries de Doukkala. L'usine de conditionnement installée à Casablanca produit le pain de sucre, le granulé, le lingot et le morceau sous la marque "Enmer".
- *SUNABEL*, regroupe les sucreries de la région Gharb-Loukkos, elle produit du sucre granulé, issu de la betterave sucrière, commercialisé sous la marque "El Bellar".

- *SURAC*, la sucrerie raffinerie de canne située à Mechra Bel Ksiri produit le lingot, le morceau et le sucre granulé, disponible sous le nom "Al Kasbah".
- *SUCRAFOR*, Créée en 1972, la sucrerie raffinerie de L'Oriental produit du sucre blanc granulé, sous la marque "la Gazelle".
- *SUTA*, les sucreries du Tadla, créées en 1971, produisent du sucre granulé et du lingot, commercialisés sous la marque "Palmier".

Unité	Région	Matière première	Sucre produit
SURAC	Gharb	Canne à sucre	Brut et blanc
	Loukkous	Canne à sucre	Blanc
SUTA	TADLA (Ouled Ayyad)	Betterave sucrière	Brut et blanc
COSUMAR	Casablanca	Sucre brute	Blanc
	Doukkala (Sidi Bennour)	Betterave sucrière	Blanc
SUNABEL	Gharb	Betterave sucrière	Blanc
	Loukkous	Betterave sucrière	Blanc
SUCRAFOUR	Moulouiya	Betterave sucrière	Blanc

Tableau 1: différentes unités industrielles de la COSUMAR :

VI. Gamme de produits :

Les Marocains sont dans le peloton de tête pour la consommation du sucre avec plus de 32 kg 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 :

Tableau 2 : Gamme de produits proposés par COSUMAR :

<i>Nom de produit</i>	<i>Image du produit</i>	<i>Description</i>
<i>Pain</i>		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.
<i>Lingots</i>		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.
<i>Morceaux</i>		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.
<i>Granulé</i>		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.

Chapitre II: Généralités et processus de raffinage du sucre :



Dans ce chapitre, des généralités sur le sucre seront présentées ainsi qu'une idée générale sur le processus de raffinage du sucre.

I. Généralités sur le sucre :

I.1- Introduction :

Le sucre ou saccharose 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. Il se forme naturellement dans les feuilles de nombreuses plantes et se concentre dans leurs racines ou leurs tiges. Il est couramment extrait de la canne à sucre et de la betterave à sucre. On en trouve aussi dans l'érable au Canada, dans le palmier dattier en Afrique, le sorgho, le raisin, etc. Le sucre se dissout dans l'eau par l'action de la chaleur.

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

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

- **Le saccharose** : Le sucre blanc, que nous consommons.
- **Le sucre inverti** : Extrait des fruits et du miel, il se détruit partiellement et brunit vite pendant le travail.

I.2- Les plantes saccharifères :

I.2-1- La canne à sucre : (*sacchareuse officinarum*) :

C'est une plante vivace dont la production est assurée par bouture. Ses différentes parties sont : les racines, les feuilles et la tige qui forme un tube d'écorce dur remplie de fibre plus tendre, où se trouve le sucre. Cette tige peut atteindre 4 à 5 m de hauteur pour 3 à 6 cm de diamètre avec une richesse en sucre entre 13 et 18 %.



Figure 3 : image d'un tronçon de canne à sucre

Son aire de culture se trouve dans les régions tropicales apportant chaleur et forte humidité pour la croissance. La récolte est généralement annuelle.

Composant	Eau	Fibres ligneuses	Saccharose	Impuretés
Teneur en %	70	14	14	2

Tableau 3: Composition moyenne de la canne à sucre

I.2-2- La betterave :

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

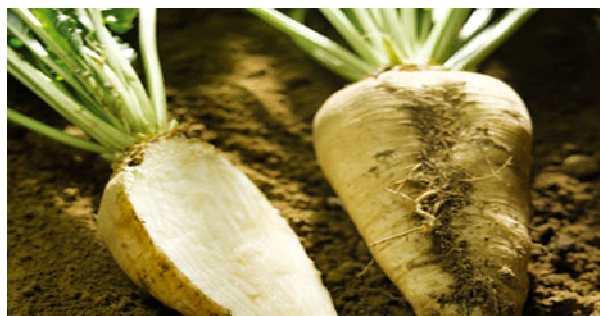


Figure 4 : image de la betterave

Composant	Eau	Non sucres	Saccharose	Pulpes
Teneur en %	75,9	2,6	16	5,5

Tableau 4: Composition moyenne de la betterave sucrière :

I.3- Composition du sucre :

Le sucre brut provient de la cristallisation du saccharose dans une eau mère impure : Sirop de canne ou de betterave. Les cristaux de saccharose de haute pureté sont entourés de film d'eau mère, de basse pureté, adhérant à ces cristaux et contenant la plupart des impuretés, cependant, certaines impuretés se trouvent incluse dans le cristal lui-même.

On définit le sucre brut par sa composition qui comprend :

I.3-1- Le sucre ou saccharose :

Sa formule chimique est $C_{12}H_{22}O_{11}$, d'une densité $d = 1.6$ et un poids moléculaire de $PM = 342$. Il est très soluble dans l'éther, il ne peut entrer en fermentation alcoolique qu'après inversion en glucose.

Cette propriété représente un grand avantage pour sa conservation. Les cristaux de saccharose fondent à une température de $160^{\circ}C$, si cette température est maintenue, il y aura altération et transformation en glucose. Le pouvoir sucrant du saccharose sert de référence dans l'échelle des produits sucrants.

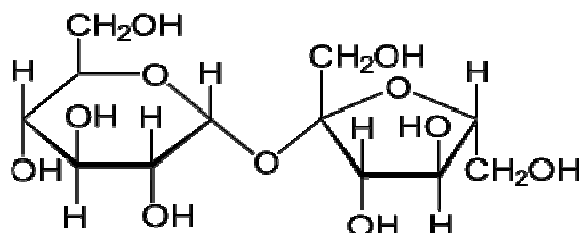


Figure5: Formule chimique semi-développée d'une molécule de saccharose

I.3-2- Les cendres :

Ce sont des matières minérales incluses dans les cristaux de sucre. Elles proviennent du sol, des amendements, fumures, engrais et eau d'arrosage. Aussi elles sont variables en quantité et en nature. [1]

Elles se composent principalement de :

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

Tableau 5 : Composition des cendres :

I.3-3- Les sucres réducteurs :

Ce terme désigne l'ensemble des sucres non cristallisables. Ils résultent de l'inversion du saccharose. Ils sont donc aussi appelés les sucres invertis. Leur présence est indésirable en

sucrerie, puisqu'ils réduisent le taux de saccharose ce qui engendre par la suite la diminution du rendement de la cristallisation. Les deux sucres rencontrés sont le glucose et le fructose.

I.3-4- 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 gommages, des résines et de la cellulose.
- Des bactéries ou moisissures (sources d'inversion).
- Des matières colorantes. [2]

I.3-5- L'eau :

Tout corps, qui n'est pas déshydraté renferme de l'eau.

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

I.4- Les différents aspects du sucre :

On peut diviser le sucre en plusieurs types on peut citer quelques-uns :

I.4-1- Caramel :

Aussi connu sous le nom de sucre caramélisé, il s'utilise pour certaines spécialités qui requièrent une couleur et un goût particulier : la crème caramel par exemple. Peut être préparé à la maison.

I.4-2- Sirop de raffinerie :

Aussi connu sous le nom de sirop de raffinerie ou sirop de sucre raffiné. Il contient du saccharose et du sucre inverti (saccharose séparé en glucose et fructose). Et il est fait à partir d'un mélange de sirop de sucre de canne raffiné et épaissi par évaporation. On l'utilise dans les recettes ou comme garniture.

I.4-3- Sucre brun :

Aussi connu sous le nom de cassonade dorée. Sucre blanc cristallisé humide mélangé avec de petites quantités de sirops de sucre pur choisis pour leur couleur et leur goût.

Il peut également être produit en faisant bouillir les sirops de raffinage de la canne à sucre jusqu'à ce qu'ils se cristallisent en cassonade. S'utilise pour la pâtisserie et les condiments.

I.4-4- Mélasse :

Sous-produit du raffinage du sucre de canne et de betterave, utilisée dans la fabrication de levure, d'acide citrique et d'aliments de bétail.

II. Raffinage du sucre :

Le raffinage est le procédé qui permet d'obtenir à partir d'un sucre brut, un sucre raffiné de haute pureté. C'est donc l'ensemble des opérations qui permettent l'élimination des impuretés minérales ou organiques, superficielles ou à l'intérieur du cristal.

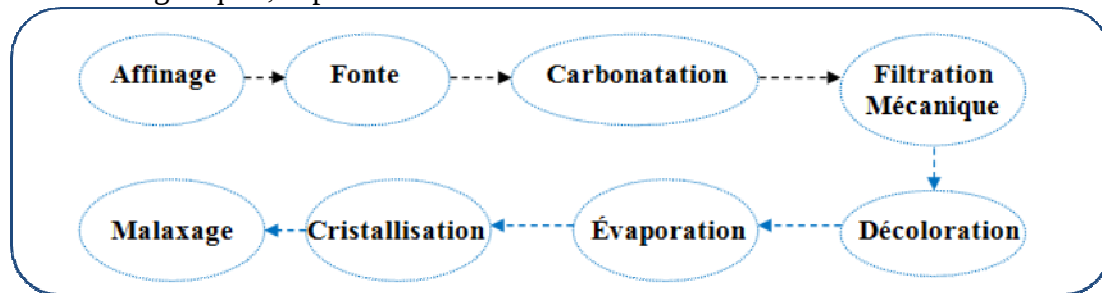


Figure 6: schéma générale du processus de raffinage :

II.1- Réception et stockage du sucre brut :

A sa réception par camions ou par trains de marchandises venant du port de Casablanca, le sucre brut est transporté vers les silos de capacité de 75000 tonnes pour être stocké. Après sa pesée, il sera acheminé vers la station d'affinage via des bandes transporteuses et passe par un aimant et un tamis vibreur afin d'extraire respectivement les débris métalliques et les grosses particules (morceaux de sucre solide).



Figure 7 : silo de stockage

II.2- Affinage du sucre brut :

II.2-1 But :

Le sucre brut est constitué de cristaux de saccharose enrobés d'un film de sirop. Ce dernier 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 faut se débarrasser en premier lieu du sirop entourant le cristal, et par la suite éliminer des impuretés incluses dans le cristal du saccharose. Pour cela on lave ces cristaux avec un sirop dont la pureté est supérieure à celle du film.

II.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. Deux étapes sont nécessaires pour la réalisation de cette opération : l'empattage et la fonte.

II.2-2- a) L'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.

La pureté de l'égout riche est en moyenne plus élevée que celle de l'eau mère qui recouvre la surface des cristaux de sucre roux. Ce sirop mis en présence du film qui entoure le cristal agira sur lui par diffusion pour lui enlever le non sucre. Ce sirop s'appauvrira donc et la pellicule autour du cristal s'enrichira.

II.2-2- b) La fonte :

La fonte est réalisée avec des eaux sucrées à brix 15 à 16 ou des eaux condensées. Le fondoir est dimensionné pour refondre la quantité voulue de sucre affiné et écrêter les fluctuations des centrifugeuses. Le sucre récupéré après turbinage est dirigé vers 2 fondoirs, avec recyclage sur échangeur de température pour avoir 72 à 76 °C.

Cette refonte est mélangée avec la refonte du sucre affiné des bas produits pour constituer la fonte commune. Dont les caractéristiques sont en moyenne brix 63 à 65 et une coloration de 400 à 800 ICUMSA, les fortes colorations proviennent de la refonte des bas produits.

II.3- Epuration :

II.3-1 Carbonatation :

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

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

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

II.3-2 Filtration :

Elle a pour objectif de produire un sirop carbonaté limpide par séparation des cristaux de carbonate de calcium et des impuretés précipités et solides. Cette opération est réalisée à l'aide de filtres à toile drainée de marque : DIASTAR. Elle est pratiquée à une température de 85 à 90°C, par réchauffage du sirop sorti de la carbonatation.

⇒ **L'étape d'épuration serait plus détaillée dans la partie Cadre et objectifs.**

II.4- La décoloration :

II.4-1 Généralités :

Bien que la commune filtrée est limpide, sa cristallisation ne donnerait pas encore de cristaux parfaitement blancs à cause des matières colorantes n'ayant pu être enlevées par la carbonatation ou retenues par la filtration. C'est pourquoi, l'on procède à la décoloration de cette commune filtrée par son passage à travers des résines anioniques fortement basiques qui assurent 80 % d'absorption et 20 % d'échange ionique.

Les colorants sont principalement des non sucres d'origine organique tels que :

II.4-1- a) Les colorants de la matière première :

Ce sont les pigments colorés présents dans la plante sucrière : la betanine pour la betterave et la chlorophylle, xanthophylle, carotène et anthocyane pour la canne. Seuls les

anthocyanes participent à la coloration des jus sucrés de par leur solubilité dans l'eau. Les autres pigments se trouvent à l'état colloïdal et sont éliminés au cours de l'épuration.

II.4-1- b) Les mélanines :

Ce sont les produits d'oxydation enzymatique des composés phénoliques. Cette oxydation aurait lieu principalement par l'intervention des deux enzymes tyrosinase et polyphénoloxydases qui sont souvent confondues.

II.4-1- c) Complexes fer-polyphénols :

Les polyphénols réagissent avec le fer en présence d'oxygène pour donner des complexes responsable de la coloration verdâtre du jus. Le Fer provient de la dissolution du matériel d'extraction sous l'action des enzymes oxydantes du jus (oxydase, peroxydase, tyrosinase), le Fer initialement à l'état ferreux Fe^{2+} est transformé en Fe^{3+} qui est sa forme réactionnelle. [6]

II.4-1- d) Produits de dégradation alcaline des hexoses (PDAH) :

La betterave et la canne contiennent du sucre inverti à la récolte avec une teneur plus élevée pour la canne. En milieu alcalin, l'évolution des sucres réducteurs conduit à des produits acides de faible poids moléculaire et à des produits de poids moléculaire élevé fortement colorés : ce sont les PDAH [3]

Certains éléments comme le cuivre et le fer semble catalyser ce processus par contre les alcalins et les alcalino-terreux semblent avoir un effet inverse. [4]

II.4-1- e) Caramels :

Ce sont des produits de couleur jaune brunâtre et d'arôme caractéristiques produits lors du chauffage excessif du sucre (au-delà de la température de fusion) [3]. La structure aussi bien que le mécanisme de la réaction de formation est relativement inconnus. Mais on pense qu'ils sont dus à des réactions de déshydratation et de condensation du sucre à température élevée, avec un dégagement de produits volatils tels que CO_2 , acide formique, acétones, aldéhydes... [4]

La réaction de caramélisation dépend essentiellement de :

- ✓ La température, c'est le facteur responsable de la coloration en l'intensifiant.
- ✓ Les ions Ca^{2+} , Na^+ , K^+ ont un effet inhibiteur alors que le cuivre et le fer activent la réaction. [4]

II.4-1- f) Produits de la réaction de Maillard :

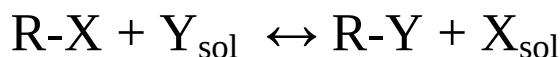
La réaction de Maillard représente un ensemble de phénomènes chimiques faisant partie du brunissement non enzymatique.

Décrite la première fois par Maillard (1912), elle englobe l'ensemble des réactions découlant d'un chauffage d'un aldéhyde (ou d'une cétone) en présence d'une fraction aminée. Elle se limite en pratique à la réaction d'un sucre aldéhydrique ou cétonique mis en jeu avec un acide aminé. Ces substrats se condensent avec un rapport équimoléculaire conduisant à la naissance de produits bruns foncés appelés mélanoïdines. [4]

II.4-2 Principe :

Un échange d'ions est un procédé par lequel les ions contenus dans une solution sont éliminés pour être remplacés par une quantité équivalente d'autres ions de même charge électrique. Il peut être défini comme un échange réversible d'ions, entre un solide et un liquide, qui s'effectue sans modification substantielle de la structure du solide, appelé résine.

La réaction d'échange peut s'écrire comme suit :



II.4-3 Types de résines :

On distingue plusieurs types d'échangeurs d'ions selon le type d'ions qu'ils sont en mesure de retenir.

- Les échangeurs de cations fortement acides (type acide sulfonique) . Ils fixent tous les cations (Ca^{2+} , Na^{2+} , Mg^{2+} ...) dans une large gamme de pH et les remplacent par des ions H^{+} .
- Les échangeurs de cations faiblement acides (type acide carboxylique). Ils ne fixent les cations qu'en milieu alcalin ou faiblement acide.
- Les échangeurs d'anions fortement basiques (ammonium quaternaire) dits anions forts. Ils fixent tous les anions.
- Les échangeurs d'anions faiblement/moyennement basiques (amine secondaire ou tertiaire) dits anions faibles. Ils fixent les anions forts à des pH acides et dans une proportion variable les acides faibles.
- Les résines complexantes ou chélatantes. Elles présentent une sélectivité marquée pour toute une série de métaux.[5]

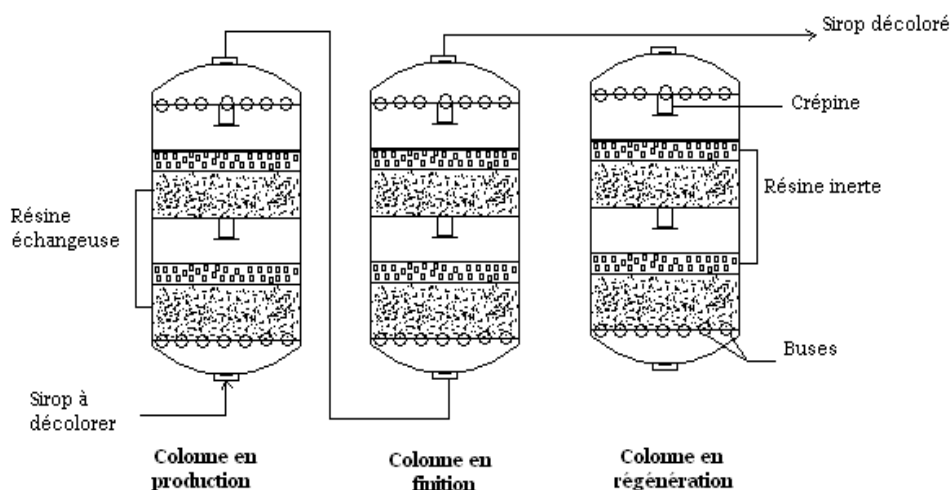


Figure 8 : schéma des colonnes de la décoloration :

II.4-4 Description du procédé :

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 anionique forte et une autre inerte qu'on appelle copolymère, 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). Avec le même principe de fonctionnement, la première station contient 13,75 m³ de résines dans chaque compartiment, tandis que la deuxième contient 4,5 m³.

La refonte arrive de l'atelier de filtration, où la majorité des non sucres minéraux ont été éliminés. Elle est amenée à la première colonne, dite primaire, rejoint la base de la deuxième colonne dite finisseuse, et sort finalement à la partie supérieure de cette dernière pour être dirigé vers la cuve de sirop décoloré non filtré. Après une filtration de sécurité, le sirop est pompé vers l'atelier d'évaporation.

Le taux de décoloration moyen par cycle varie de 80 à 85 %, soit 150 à 200 ICUMSA pour le sirop décoloré. Les eaux sucrées sont recyclées vers les refontes diverses. Ces

effluents peuvent être traités dans une installation de recyclage de saumure, ce qui réduit nettement la pollution engendrée par le procédé.

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 30 m³ d'eau et un deuxième rapide 25 m³ 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**. La résine régénérée est prête de nouveau à décolorer un sirop pré-décoloré de production.

II.5- Evaporation :

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

Pour réaliser cette opération, *COSUMAR* dispose de deux corps évaporateur à flot tombant CEFT 2400 m² et 1600 m², munis de faisceaux tubulaires chargés en sirop et à travers lesquels circule la vapeur, qui libère sa chaleur latente par conduction à la raffinade.

Cette dernière entre en série dans les deux CEFT, quant à la vapeur, elle est produite dans les chaudières de la centrale thermique en utilisant l'eau déminéralisée, pour éviter la corrosion des tuyaux du corps évaporateur. Cette vapeur subit une détente et prend le nom de vapeur d'échappement (VE), elle se dirige vers le CEFT 2400 pour concentrer le sirop.

II.6- Cristallisation :

La cristallisation, désignée par la cuisson en sucrerie, permet d'extraire une partie du sucre dissous dans le sirop sous forme cristallisée, avec une pureté supérieure. Le but est de créer des gros cristaux de tailles variant de 500µm et 800µm. Or, pour contrôler la taille, il faut maîtriser le nombre de cristaux formés.

Cette étape 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. Elle est effectuée en plusieurs jets, généralement ils sont au nombre de trois. Dans chaque jet, on retrouve les mêmes étapes :

- ✓ Cuisson.
- ✓ Malaxage.
- ✓ Serrage.

A la fin de chaque jet on obtient :

- Sucre cristallisé.
- Egout riche, recyclé dans la même cuite.
- Egout pauvre, recyclé au niveau de la cuite suivante.

II.6-1 Les cuites de cristallisation :

Ce sont des cristalliseurs de deux capacités différentes, les cristalliseurs R2 et A de 710 hl et 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.

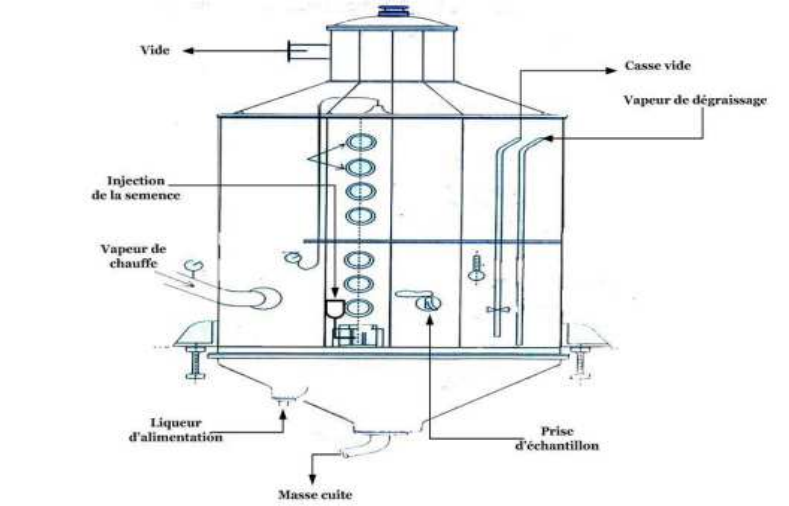


Figure 9: schéma d'une cuite de cristallisation :

Les phases de fonctionnement des cuites pour cristalliser le sucre dans la liqueur standard sont :

➤ Départ du cycle :

Les bacs avant cuites doivent être à 60 % de niveau.

➤ Phase de remplissage et de 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, l'agitateur démarre alors à grande vitesse. Cette première phase de formation du pied de cuite est terminée quand la sursaturation convenable pour le grainage est atteinte.

➤ Phase de 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, 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.

➤ Phase de grossissement :

C'est la phase où les microcristaux de la semence grossissent assez vite dans le plus petit volume disponible pour une cristallisation en mouvement. Dans cette phase, il faut que la sursaturation ne varie pas pendant 15min (le temps de faire grossir suffisamment les cristaux).

➤ Phase de montée ou de nourrissage :

Elle a pour objectif de faire grossir rapidement les petits cristaux formés au moment du grainage tout en évitant d'en refondre une partie ou d'en former de nouveaux. Dans cette étape, la sursaturation doit être maintenue à une certaine valeur pour que les cristaux se nourrissent régulièrement sans qu'il y ait formation de nouveaux germes.

➤ Phase de serrage :

C'est la phase finale de la cuisson, il a pour but d'améliorer le rendement en cristaux et mieux épuiser l'égout mère (sirop contenu dans la masse cuite). Le serrage se fait par fermeture de la vanne d'alimentation en sirop, mais les vannes de vide et de la vapeur restent ouvertes pour évaporer le sirop.

➤ Phase de coulée et de dégraissage :

Une fois le brix final est atteint, le mouvement de l'agitateur s'arrête, on ferme l'entrée de la vapeur, du vide et la conduite du Condensat, on casse le vide et on passe à la vidange de la masse cuite dans le malaxeur, ensuite, on rince l'appareil à la vapeur.

II.6-2 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 notamment au refroidissement assuré par le système d'agitation.

II.6-3 Les turbines :

Ce sont des centrifugeuses discontinues automatiques de capacité de 1750 kg. Elles sont munies d'un moteur situé à la partie supérieure, commandant un arbre vertical portant une cuve cylindrique (panier) destinée à recevoir la masse cuite à turbiner. Le panier est garni de toiles métalliques servant à retenir le sucre tout en laissant passer l'égout.

Ces centrifugeuses sont ouvertes à la partie supérieure permettant ainsi l'alimentation en masse cuite et à la partie inférieure permettant la décharge du sucre lors du moment de déchargement.

II.7- Séchage et refroidissement :

L'ultime étape est de sécher puis de refroidir le sucre avant de le stocker en vrac dans d'immenses silos. Le sucre blanc que décharge la station de cristallisation contient entre 0,1 et 1% d'eau et qui est à une température de 60°C. Cette eau se trouve essentiellement à la surface du cristal sous forme de solution de saccharose saturé de pureté élevée.

Ces conditions présentent de grosses difficultés pour la conservation du sucre, tel que les risques d'altérations physico-chimiques : Prise en masse, apparition des microbes et diminution du PH, durcissement durant le stockage et l'expédition, l'opération du séchage réside donc obligatoire.

Eventuellement, le sucre est broyé, tamisé et moulé en morceaux avant le conditionnement final.

II.8- Stockage dans les silos :

Le stockage de sucre s'effectue dans des silos verticaux et horizontaux. Il est réalisé dans des conditions où l'humidité de l'air est contrôlée. Ces conditions permettent au sucre d'atteindre l'équilibre souhaité. En effet, pour s'assurer que le sucre peut être emballé, il est gardé pendant 24-72 heures dans le silo sous l'écoulement d'air conditionné.

CHAPITRE III : Revue bibliographique :

I- Définitions des paramètres utilisés en raffinerie :

I.1- Brix :

Tout produit sucré est composé de matière sèche et d'eau : Solution = MS + E. Le brix est le rapport entre la quantité de MS contenues dans l'eau et la quantité de solution. Il est généralement exprimé en pourcentage, soit en brix poids (g de MS / g de solution) soit en brix volume (g de MS en solution / cm³ de solution), en raffinerie tous les brix sont des brix poids.

$$\text{Brix} = \frac{\text{MS}}{\text{E} + \text{MS}} * 100$$

L'appareil utilisé pour la mesure est un [réfractomètre](#) ou un aréomètre. Ce dernier utilise un faisceau de lumière qui est dévié différemment suivant la nature du milieu dans lequel il se propage. Suivant la teneur en sucre du sirop, la déviation de la lumière du jour par l'échantillon varie et indique par une délimitation colorée le degré brix.

I.2 - Polarisation (teneur en saccharose) :

La teneur en sucre d'une solution est le rapport entre la quantité de sucre contenue dans la solution et la quantité de solution. Elle est exprimée en pourcentage :
En effet la quantité de solution = Eau + Sucre + Non Sucres.

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

I.3- Pureté :

La pureté définit la quantité de sucre contenue dans la MS. Elle est généralement exprimée en %.

$$\text{Pureté} = \frac{\text{Quantité de S}}{\text{Quantité de MS}} * 100$$

Au fur et à mesure qu'il diminue, la pureté diminue proportionnellement.

I.4- Non -sucres :

Les NS sont composés de cendre (NS minéraux) et de matières organiques (NS organiques).

Mesure :

- Les NS totaux apparents par différence = Brix – Sucre
- Les NS minéraux appelés cendres, sont analysés par incinération au four à 600°C, à cette température les micro-organismes ont complètement disparu. Il ne reste que les cendres.

I.5- Alcalinité :

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

Mesure :

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



- Par titrimétrie automatique (pH mètre équipé en burettes automatique).

II- Filtration :

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

Malgré que le principe de base qui est mis en œuvre reste le même, on distingue plusieurs types de filtrations :

- ➔ Selon que les particules à séparer sont retenues sur le milieu filtrant ou bien dans la masse de celui-ci, on distingue respectivement :

- Filtration sur support : appelée aussi filtration à gâteau ou encore filtration en surface.
- Filtration en profondeur appelée aussi filtration dans la masse.

➔ Selon la taille des particules que l'on décide de séparer on distingue :

- ✓ La filtration ($\varnothing \geq 10\mu\text{m}$).
- ✓ La microfiltration ($10\mu\text{m} \geq \varnothing \geq 0,1\mu\text{m}$).
- ✓ L'ultrafiltration ($0,1\mu\text{m} \geq \varnothing \geq 5\text{nm}$).
- ✓ La nanofiltration ($5\text{nm} \geq \varnothing \geq 1\text{nm}$).
- ✓ L'osmose inverse ($1\text{nm} \geq \varnothing$).

III - Modélisation statistique :

La Modélisation de Données est l'art d'extraire de l'information d'un ensemble de données obtenues par des mesures, et de condenser cette information dans un modèle exploitable. Généralement par des mesures on représente une grandeur d'un objet par un nombre en formant une famille de données telles que ces derniers se composent par des variables et des individus. [6]

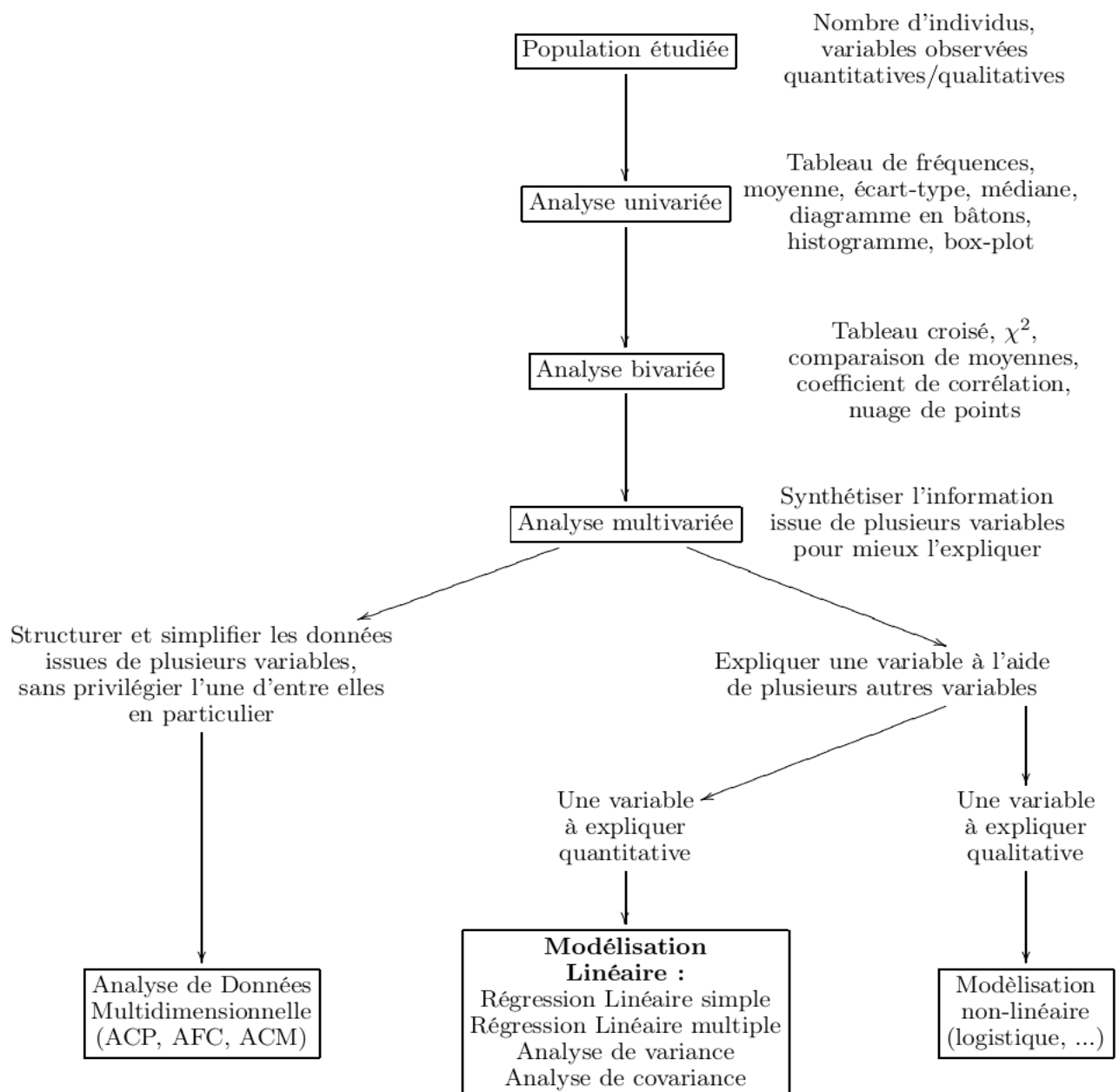


Figure 10 : Schéma d'une démarche statistique :

III- 1- Le modèle linéaire :

On appelle modèle linéaire un modèle statistique qui peut s'écrire sous la forme :

$$Y = \sum_{j=1}^k \theta_j X^j + E$$

On définit les quantités qui interviennent dans ce modèle :

– Y est une variable que l'on observe et que l'on souhaite expliquer et/ou prédire ; on l'appelle : variable à expliquer ou variable réponse ; on suppose que la variance de Y est constante : c'est ce qu'on appelle l'hypothèse d'homoscédasticité.

- Les k variables $X_1, \dots, X_k$ sont des variables réelles ou dichotomiques, non aléatoires et également observées ; l'écriture de ce modèle suppose que l'ensemble des X_j est censé expliquer Y par une relation de cause à effet ; les variables X_j sont appelées variables explicatives ou prédictors.
- Les θ_j ($j = 1, \dots, k$) sont les paramètres du modèle, non observés et donc à estimer par des techniques statistiques appropriées.
- E est le terme d'erreur dans le modèle ; c'est la variable non observée pour laquelle on pose les hypothèses suivantes :

$$E(E) = 0 ; \text{Var}(E) = \sigma^2 > 0$$

Où σ^2 est un paramètre inconnu, à estimer.

III - 2- Le modèle linéaire gaussien :

On reprend la définition précédente du modèle linéaire en ajoutant une hypothèse de normalité des résidus. L'idée sous-jacente réside dans le fait qu'il existe une vraie valeur inconnue θ . Quand on réalise une série d'expériences, on obtient, comme pour les moyennes, les proportions ou les répartitions, une estimation $\hat{\theta}$, c'est-à-dire une valeur approchée de la vraie valeur θ . Cette estimation de θ est différente selon les échantillons obtenus. D'après le Théorème Centrale Limite, cette estimation tend en moyenne vers la vraie valeur de θ .

$\hat{\theta}$ est donc une variable aléatoire dont on va chercher la distribution. Une fois posée la distribution de $\hat{\theta}$, la question est de savoir si l'approximation obtenue est bonne ? Peut-on déterminer un intervalle qui contienne très probablement (avec un risque d'erreur petit) la vraie valeur de θ_j .

L'hypothèse de normalité des résidus peut se justifier :

- a) par un argument théorique : les résidus sont caractérisables comme des erreurs de mesure. Ceux sont une accumulation de petits aléas non-maîtrisables et indépendants. D'après le Théorème Central Limite, si tous ces effets sont indépendants avec une moyenne nulle et une "petite" variance, leur somme tend vers une variable Normale. La distribution gaussienne modélise assez bien toutes les situations où le hasard est la résultante de plusieurs causes indépendantes les unes des autres ; les erreurs de mesure suivent généralement assez bien la loi gaussienne.
- b) par un argument pratique : il est facile de contrôler si une variable aléatoire suit une loi Normale. En étudiant a posteriori la distribution des résidus calculés et en la comparant à la distribution théorique (Normale), on constate souvent qu'elle peut être considérée comme s'approchant de la loi gaussienne.

III - 3 - La Régression linéaire :

La régression est une des méthodes les plus connues et les plus appliquées en statistique pour l'analyse de données quantitatives. Elle est utilisée pour établir une liaison entre une variable quantitative et une ou plusieurs autres variables quantitatives, sous la forme d'un modèle. Si on s'intéresse à la relation entre deux variables, on parlera de régression simple en exprimant une variable en fonction de l'autre. Si la relation porte entre une variable et plusieurs autres variables, on parlera de régression multiple. La mise en œuvre d'une

régression impose l'existence d'une relation de cause à effet entre les variables prises en compte dans le modèle.

Cette méthode peut être mise en place sur des données quantitatives observées sur n individus et présentées sous la forme :

- une variable quantitative y prenant la valeur y_i pour l'individu i ($i = 1, \dots, n$), appelée variable à expliquer ou variable réponse.
- p variables quantitatives $x^1, x^2, \dots, x^p$ prenant respectivement les valeurs $x^1_i, x^2_i, \dots, x^p_i$ pour l'individu i , appelées variables explicatives ou prédicteurs ; si $p = 1$, on est dans le cas de la régression simple ; lorsque les valeurs prises par une variable explicative sont choisies par l'expérimentateur, on dit que la variable explicative est contrôlée.

III - 3- 1- Le modèle de régression linéaire simple :

Soit un échantillon de n individus. Pour un individu i ($i = 1, \dots, n$), on a observé :

– y_i la valeur de la variable quantitative y ,

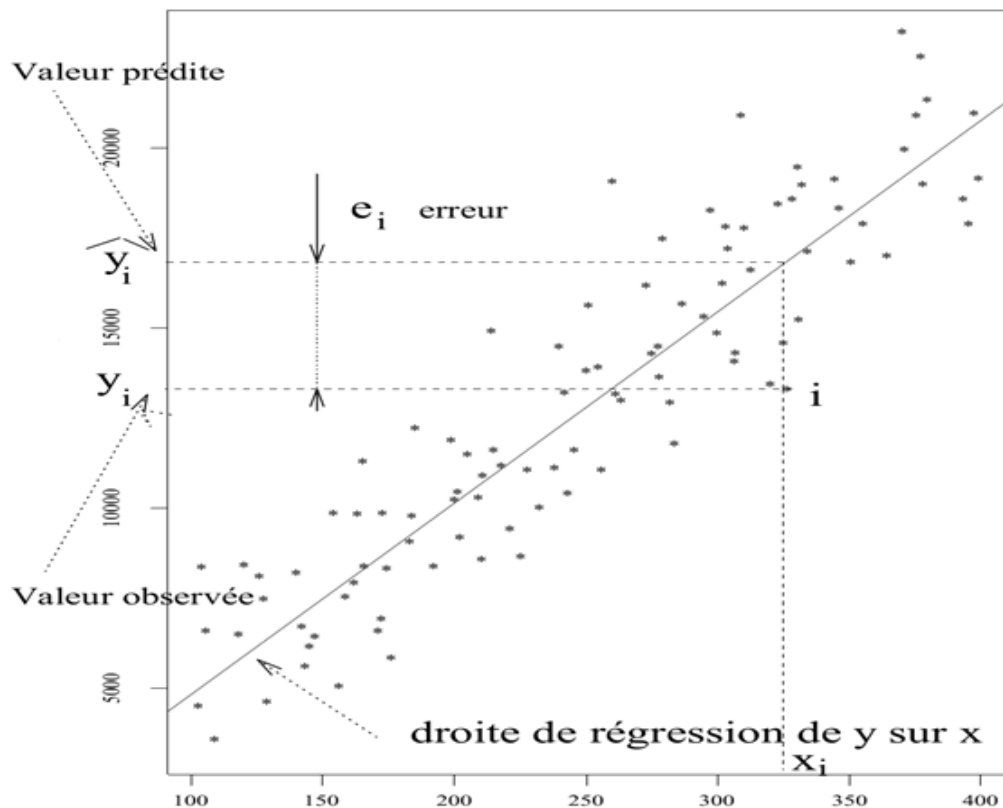
– x_i la valeur de la variable quantitative x .

On veut étudier la relation entre ces deux variables, et en particulier, l'effet de x (variable explicative) sur y (variable réponse). Dans un premier temps, on peut représenter graphiquement cette relation en traçant le nuage des n points de coordonnées (x_i, y_i) . Dans le cas où le nuage de points est de forme "linéaire", on cherchera à ajuster ce nuage de points par une droite.

La relation entre y_i et x_i s'écrit alors sous la forme d'un modèle de régression linéaire simple :

$$\boxed{y_i = \beta_0 + \beta_1 x_i + e_i} \quad \forall i = \{1, \dots, n\}$$

La première partie du modèle $\beta_0 + \beta_1 x_i$ représente la moyenne de y_i sachant x_i , et la seconde partie e_i , la différence entre cette moyenne et la valeur observée y_i . Le nuage de points est résumé par la droite d'équation $y = \beta_0 + \beta_1 x$.



Pour un x_i donné, correspondent donc y_i la valeur observée et $\beta_0 + \beta_1 x_i$ la valeur prédite par la droite.

III - 3- 2- Le modèle de régression linéaire multiple :

On dispose d'un échantillon de n individus pour chacun desquels on a observé ;

- y_i , la valeur de la variable réponse y quantitative,
- $x_i^1, \dots, x_i^p$, les valeurs de p autres variables quantitatives $x^1, \dots, x^p$, pour $i = \{1, \dots, n\}$.

On veut expliquer une variable quantitative y par p variables quantitatives $x^1, \dots, x^p$. Le modèle s'écrit :

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 x_i^1 + \dots + \beta_p x_i^p + e_i \quad \forall i = \{1, \dots, n\}$$

III - 4- Analyse en composantes principales (ACP) :

Cette méthode est utilisée pour réduire un nombre important de descripteurs (variables initiales) en un nombre plus faible de nouvelles variables sans toutefois perdre trop de l'information initiale. Les n individus (pour nous les n composés étudiés) sont initialement représentés dans un espace à m dimensions (pour nous les m descripteurs calculés). Le principe de la méthode est d'obtenir une représentation approchée du nuage des n individus dans un sous-espace de plus faible dimensionnalité.

Ces nouvelles dimensions sont une combinaison linéaire des dimensions initiales. Elles sont créées de telle façon que le maximum d'information (généralement la variance) soit présent sur la première dimension (premier axe factoriel). Les axes factoriels suivants sont choisis de la même façon en leur imposant comme contrainte d'être orthogonaux aux autres axes. L'analyse en composantes principales construit donc de nouvelles variables artificielles. [7,8]

CHAPITRE VI :

Matériels et Méthodes :

I- Cadre et objectifs :

Le présent travail a pour objectif d'élaborer un model statistique à partir des données extraites du procédé de carbonatation pour la maîtrise de ce dernier. Un tel travail nécessite la réalisation d'une analyse multivariée, dans un premier temps, à l'aide d'une ACP (Analyse en Composante Principale) qui a pour but : l'exploitation de données, l'extraction d'information, l'élimination des bruits et la réduction des dimensions d'une table de données.

A cet effet, il est judicieux de construire un tableau de valeurs dans lequel figurent les suivis de tous les facteurs estimés intervenants, ceci pour étudier non seulement les corrélations entre facteurs mais également pour cibler ceux qui apparaissent influents.

Dans un second temps on fera appel à la Régression Linéaire Multiple pour pouvoir avoir un modèle mathématique permettant la prédiction l'état de marche.

Pour réaliser ce travail on a passé par les étapes suivantes :

- Analyse de source de variation au niveau de procédé.
- Suivie et extraction des valeurs des paramètres au moment où le procédé est en marche.
- Modélisation de ce procédé à partir des données extraites en tenant en compte comme effets le taux de décoloration et la différence de pression au sein des filtres.

II- Matière à épurer :

Pour réaliser cette étude nous avons travaillé sur le sirop sucré provenant de la station d'affinage. Il contient, en plus de saccharose à purifier, différentes impuretés qui peuvent être incluses dans les cristaux de sucre brut, d'où la coloration élevée et la pureté inférieure.

Ces impuretés peuvent être :

- Des matières organiques responsables sur la coloration.
- Des cendres (Al, Mg, Fe...) qui influencent sur la pureté.

Ce travail a été réalisé au sein de la station d'épuration à la société COSUMAR casa, cette station sera décrite dans les paragraphes suivantes.

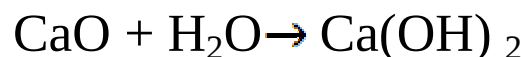
III- Epuration :

L'épuration a pour but d'éliminer les impuretés internes contenues dans le sirop, suite à un traitement de chaux. Ce dernier est utilisé à cause de son coût et la facilité d'élimination de ces impuretés qui entravent la cristallisation.

III- 1- Carbonatation :

Cette opération se fait dans trois chaudières à carbonater, de capacité 60, 55 et 50 m³, installées en série (la 1^{ère} et la 3^{ème} chaudières sont en activité). La commune non carbonatée provenant de la station d'affinage est amenée vers les chaudières à une température de 71°C, au-delà de cette limite le saccharose pourrait se détruire.

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



Après le chaulage (ajout du lait de chaux), le pH du sirop varie entre 11 et 11.5. Dans la première chaudière 60% du gaz carbonique entre en action, à travers des vannes de régulation située en haut, ce qui facilite et prolonge le plus possible le contact entre le **CO₂** et la fonte dans les chaudières suivantes. Le gaz provenant des chaudières à vapeur de la centrale contient 13 à 14 % de **CO₂**, est utilisé pour :

- Neutraliser la chaux excédentaire afin d'abaisser le pH de la fonte aux environs de 8,5 à 8,7.
- Produire des cristaux de **CaCO₃** qui serviront de supports de filtration.

- Adsorber les colorants sur le CaCO_3 naissant, et permettre une bonne filtration ainsi que la libération du sucre, suivant les réactions suivantes.

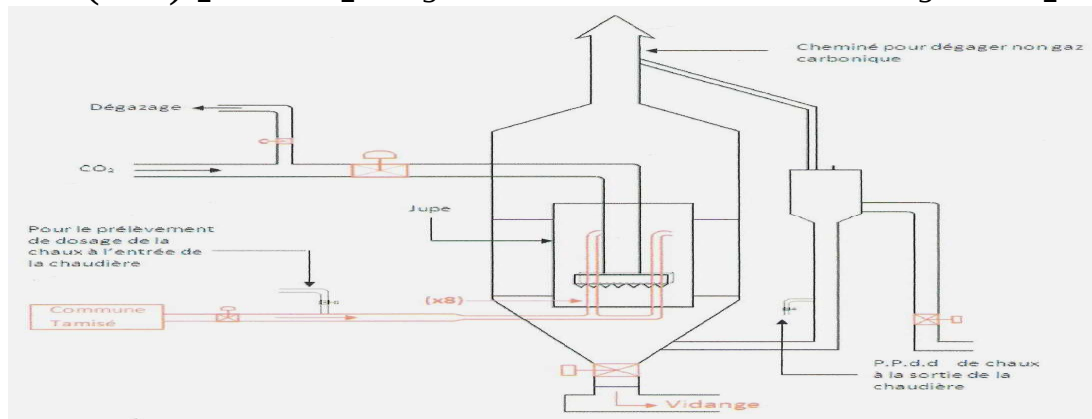
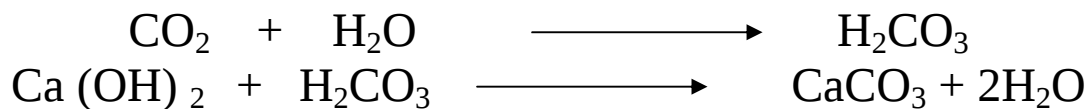


Figure 11 : Schéma d'une chaudière de carbonatation :

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

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.

En cas de présence d'un taux d'amidon élevé, il y'a ajout d'un réactif enzymatique appelé le Termamyl (à raison de 10 ppm) avant le chaulage, assurant la dégradation d'amidon.

III- 2- Filtration :

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, que l'on cherchera à l'avoir le moins chargée possible en matière solide (matière en suspension : MES) et le précipité de la carbonatation.

La commune carbonatée est envoyée vers un bac munit d'un agitateur, qui empêche la précipitation de boue, puis pompée vers un échangeur de chaleur qui augmente sa température à 85°C, afin de diminuer sa viscosité et de faciliter sa filtration. A sa sortie de l'échangeur elle rejoint l'un des 8 FTD (Filtre à toile drainée : **DIASTARD GAUDERIN**) : 6 de surface de 318 m² chacun et contiennent 80 poches, d'une porosité de 56 µm, et 2 autres de surface de 445m² contenant 138 poches d'une porosité de 52 µm.

Ces derniers sont enveloppées d'une toile filtrante textile, les carbonates de calcium CaCO_3 s'accumule autour de la toile formant ainsi un gâteau qui sert comme adjuvant de filtration permettant ainsi d'arrêter toutes les particules en suspension, grâce à la différence de pression au sein des filtres ($\Delta P = 4$ bar).

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

La commune filtrée de pureté d'environ 99% est limpide d'un brix de 63% et une température de 85 à 90 °C. Au bout d'un certain temps les toiles sont colmatées, le filtre est donc arrêté pour être nettoyé par soufflage de vapeur, et par la même occasion changer les éventuelles toiles déchirées (durée de vie moyenne d'une toile 6 mois).

III- 3- Cycle des filtres DIASTAR :

Le fonctionnement des filtres est en automatique. Chaque élément de filtration est équipé d'un verre de contrôle de limpidité, avec un arrangement symétrique des éléments de filtration permettant une formation régulière du gâteau.

Le cycle se déroule en 7 phases dont 6 forment « *un temps mort* » (les étapes 1,2,3,5,6,7) :

1. Remplissage sirop (2 mn 30 s)
2. Injection d'air comprimé.
3. Démarrage par une mise à clair par recyclage du sirop carbonaté afin de former une précouche sur les poches favorisant la filtration (15 mn).
4. Filtration : production du sirop limpide, formation du gâteau sur les cadres pendant que la pression augmente dans le filtre (2h à 2h30min d'activité selon le débit entrant).
5. Injection d'air comprimé afin de piéger le gâteau ($\Delta P = 0.5\text{bars}$) et vidange du sirop dans le bac de la commune carbonatée (3 mn).
6. Remplissage en eau boueuse (3 mn).
7. Soufflage à la vapeur pour un déchargement du gâteau et des boues diluées (2mn 30s).



Figure 12: Image de filtre Diastar :

CHAPITRE V : Résultats et discussions :

I - Analyses de variations :

L'analyse des différentes sources de variation et leur influence sur le taux de décoloration et la filtrabilité, sera meilleure si elles sont d'abord visualisées sur des diagrammes de causes et des effets.

I-1 - Taux de décoloration :

Le taux de décoloration est le pourcentage de coloration éliminé par carbonatation. Le sirop entre à une coloration bien déterminé et sort avec une autre coloration inférieure. Cette différence nous permet la détermination de taux de décoloration. Généralement une bonne carbonatation conduit à un taux de décoloration le plus élevé possible.

C'est pour cela qu'on cherchera à énumérer les différents facteurs en relations avec cette réponse grâce au diagramme cause à effet :

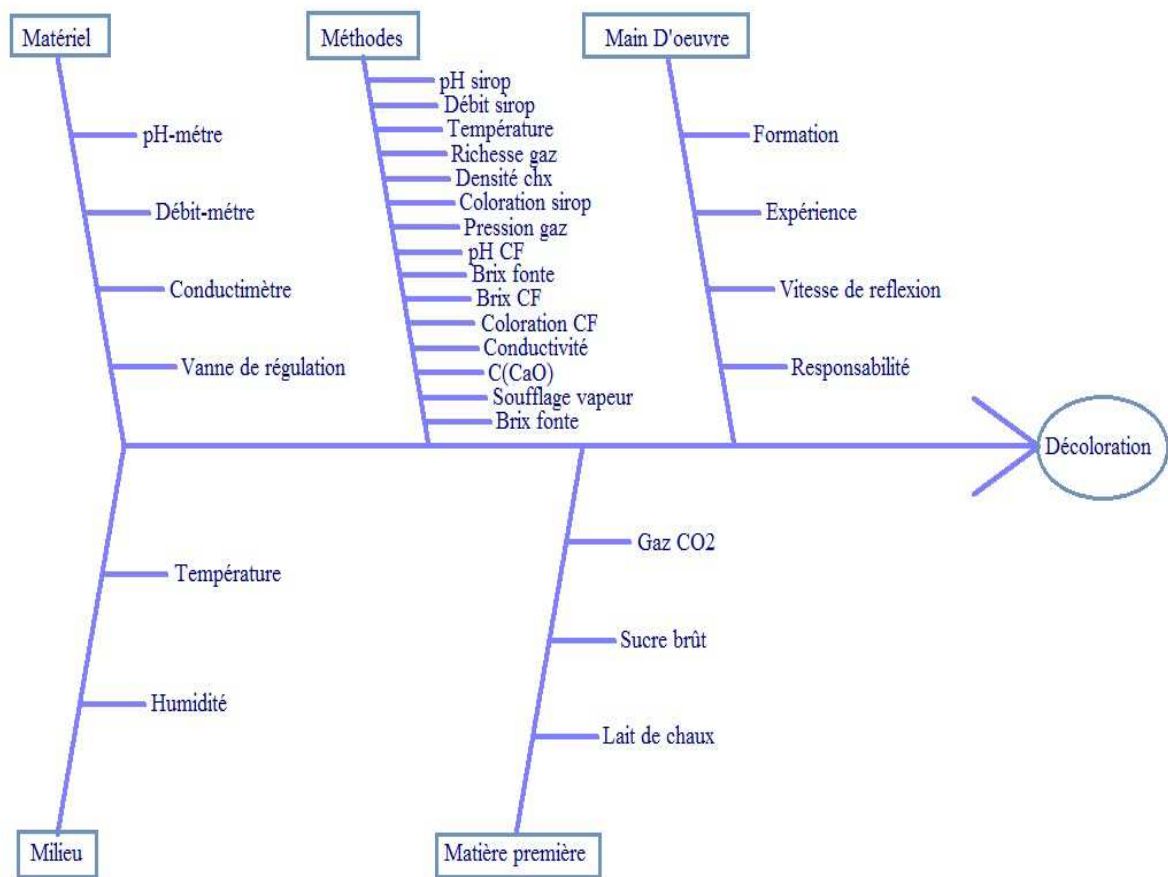


Figure 13 : Diagramme d'Ishikawa contenant les sources possible de variations de taux de décoloration.

I -2 - Filtrabilité :

Par mesure de la différence de pression des filtres on peut estimer l'aspect de la filtrabilité au niveau industriel. Les paramètres estimés intervenants vis-à-vis de cette réponse sont présentés par le diagramme cause à effet suivant :

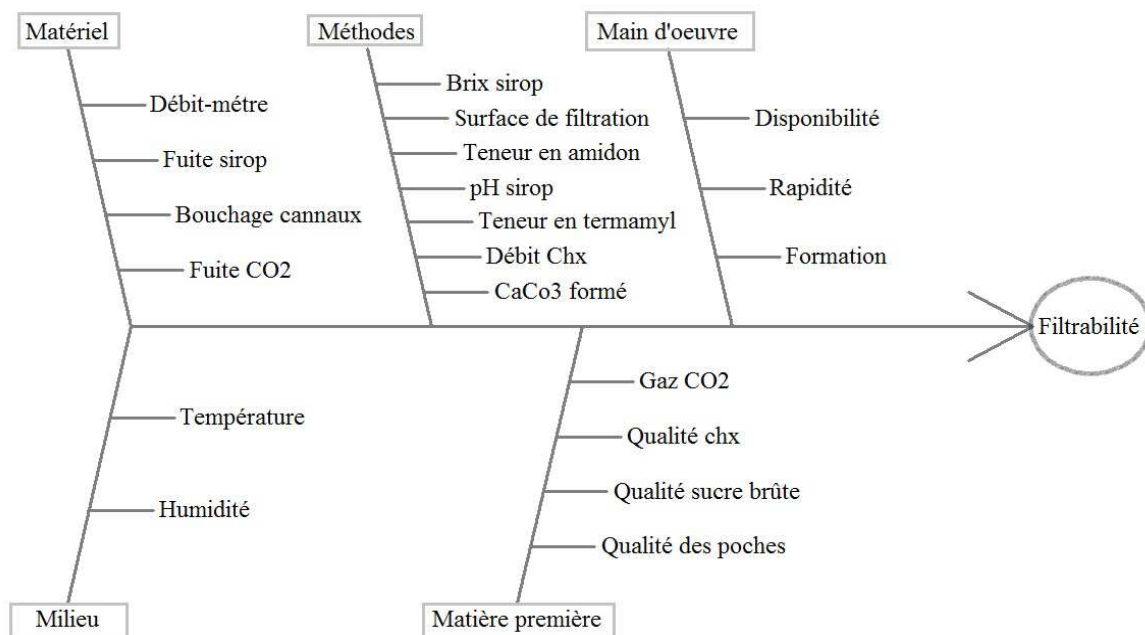


Figure 14: Diagramme d'Ishikawa de sources possibles de variations de filtrabilité :

I - 3 - Paramètres intervenants dans le procédé carbonatation-Filtration :

Un bonne carbonatation-filtration nécessite un réglage permanent ainsi qu'un contrôle continu de certains paramètres à savoir :

I-3-1- Le brix :

Il désigne non seulement la quantité de matière sèche dans une solution mais également, fait référence à la viscosité du sirop. C'est un paramètre qui doit faire l'objet d'un contrôle continu tout au long de la chaîne de production. Son influence est à tenir en compte dans la mesure où sa hausse tout comme sa diminution engendra des complications à la suite.

En fait un brix élevé rend le sirop trop visqueux pour être filtré, de même un brix trop bas, bien qu'il soit favorable pour la filtration, aura un apport de plus d'énergie au moment de l'évaporation puisque le sirop sera comme dilué. Compte tenu de tout cela, il est jugé obligatoire de suivre de près son évolution.

I-3-2- pH du sirop :

Il doit être maintenu en 8,1 et 8,8, afin d'éviter la rupture de la liaison osidique entre le glucose et le fructose formant le saccharose.

L'idéal est donc pouvoir le maintenir à la fin à un niveau légèrement basique pour qu'on puisse témoigner la consommation quasi-totale de la chaux et par la même occasion s'assurer de l'obtention suffisante de CaCO_3 pour l'adsorption de toutes les impuretés.

Un pH trop acide indiquerait non seulement que toute la chaux n'a pas été entièrement consommée mais serait à l'origine de l'hydrolyse du saccharose en sucre réducteurs, ce qui sera une impasse, vu que l'objectif de l'épuration ne serait pas atteint.

I-3-3- Chaulage :

Il désigne la quantité de chaux par litre de solution injectée dans la fonte commune. Il conditionne le pH en fonction du gaz CO_2 injecté et influence la carbonatation-filtration puisqu'il est à l'origine de la quantité de précipité formée pour l'adsorption des impuretés.

Une faible teneur en Ca(OH)_2 à l'entrée des chaudières a comme effet la diminution de la quantité de CO_2 introduite, un court temps de séjour, et finalement une insuffisance en précipité formés. Cependant, une quantité élevée aussi en chaux à la sortie des chaudières rend compte non seulement d'un pH élevé mais aussi d'un excès non consommé qui aura pour conséquence une mauvaise filtration par la suite.

I-3-4- Richesse du gaz CO₂:

La formation du carbonate de calcium nécessite un apport en CO₂ suffisant qui puisse réagir avec la chaux dans sa totalité. C'est un paramètre important dans la mesure où il conditionne le chaulage car un gaz pauvre en CO₂ entraînera une formation insuffisante en précipité.

L'apport en CO₂ doit être au moins supérieure à un seuil de 13% afin de réaliser une bonne carbonatation-filtration.

I-3-5- Teneur en Amidon :

En cas de présence dans le sirop de matières de fines tailles, tel que l'amidon les filtres seront systématiquement bouchés, ce qui empêchera la filtration. En effet, à des températures de 62°C, l'amidon devient un empois, autrement dit une pâte qui se collera à la surface des filtres bloquant ainsi les pores filtrants. La détermination de sa teneur est par conséquent d'une importance capitale.

Ses dosages se font au labo et il nécessite le termamyle pour sa dégradation.

I-4- Sélection des facteurs à suivre et leur fréquence :

D'après le diagramme d'Ishikawa nous avons déterminé 33 paramètres qui peuvent avoir un effet éventuel sur le taux de décoloration et la différence de pression (Δp) au sein des filtres. Nous avons collecté environ 98 échantillons pour le suivi de ces paramètres. Parmi ces paramètres il y a ceux qui sont mesurés au laboratoire, d'autres mesures sur place ou encore sur système informatique. Les individus et les paramètres sont rassemblés dans un tableau Excel.

<u>Paramètres</u>	<u>Fréquence</u>	<u>Types Mesures</u> <u>(Mesure sur place, au</u> <u>laboratoire, lus sur système)</u>	<u>Moyenne de</u> <u>calcul</u>
1) Débit sirop	Chaque heure	Système	4 mesures
2) Pression gaz	Chaque heure	Système	4 mesures
3) Concentration chaux	Chaque heure	Système	4 mesures
4) Température chaudière 1	Chaque heure	Système	4 mesures
5) Température chaudière 2	Chaque heure (en cas de service)	Système	4 mesures
6) Température chaudière 3	Chaque heure	Système	4 mesures
7) pH chaudière 3	Chaque heure	Système	4 mesures
8) Conductivité 1	Chaque heure	Système	2 mesures
9) Conductivité 2	Chaque heure (en cas de service)	Système	2 mesures
10) Temps séjour Chaudières	Chaque heure	Système	4 mesures
11) Température sortie échangeur	Chaque heure	Système	4 mesures
12) pH sirop	Chaque 2h	Labo	2 mesures
13) pH commune filtrée	Chaque 2h	Labo	2 mesures
14) Coloration sirop	Chaque 2h	Labo	2 mesures
15) Brix Sirop	Chaque 2h	Labo	2 mesures
16) Brix commune filtrée	Chaque 2h	Labo	2 mesures
17) Coloration commune filtrée	Chaque 2h	Labo	2 mesures
18) Taux de décoloration	Chaque 2h	Surplace	2 mesures
19) Différence de pression : (Δp)	Chaque 2h	Surplace	2 mesures
20) Surface de filtration	Chaque 2h	Surplace	2 mesures

21) Soufflage vapeur	Chaque 2h	Système	2 mesures
22) C(CaO) sortie chaudière 1	Chaque 2h	Système	2 mesures
23) C(CaO) sortie chaudière 2	Chaque 2h (<i>en cas de service</i>)	Système	2 mesures
24) C(CaO) sortie chaudière 3	Chaque 2h	Système	2 mesures
25) Coloration 2ème jet	Chaque 2h	Labo	2 mesures
26) Densité chaux	Chaque 2h	Système	2 mesures
27) Richesse gaz (% CO ₂)	Chaque poste	Labo	1 seule mesure
28) Coloration sucre brute	Déterminées par analyse de 10 échantillons prises des silos du sucre brute au laboratoire.		
29) Teneur en amidon			
30) Température fondoir 2	Chaque poste	Système Affinage	1 mesure
31) Qualité chaux (C/L)	Chaque poste	Chaulerie	-
32) Bac carbonatation ½	Chaque poste	Système	-
33) Quantité termamyl injectée	Chaque jour	Affinage	1 mesure

Tableau 6 : Facteurs à suivre et fréquence de prise de données :

II-Modélisation :

II-1- Analyse des données (Réalisation d'une ACP) :

Le but de cet ACP est l'extraction de l'information cachée derrière les corrélations entre nos différentes variables. Les causes potentielles d'une mauvaise carbonatation-filtration sont divers et multiples, il arrive parfois qu'on néglige ou sous-estime l'une d'elles par inattention. Et c'est là où l'analyse en composante principale intervient. Il est vrai que son rôle est d'explorer et réduire les dimensions d'une table de donnée, mais il nous aidera ici en l'occurrence à comprendre comment telle ou telle variable intervient sur notre procédé.

Pour étudier la corrélation entre facteurs on a construit un tableau de données le logiciel The Umscrambler :

	CO2	Bx Sirop	Bx CF	Color Sirop	Color CF	Tx de Décco	Color 2jet	Delta P	Sfce filtration	pH Sirop	pH Cf	Dbx Sirop	Ts séjour	P (CO2)
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	12.800	64.6000	63.8000	1.1090e+03	442.0000	60.1400	890.0000	2.5000	302.1000	7.6000	8.5000	150.1500	42.9500	807.9500
2	12.800	64.4000	62.9000	1.1490e+03	496.0000	56.8300	1.5630e+03	2.7500	282.2250	8.4000	8.9000	115.2500	49.6100	837.9500
3	13.000	63.6000	63.2000	1.0190e+03	435.0000	57.3100	902.0000	2.6000	306.0750	7.6000	8.7000	135.3500	42.7500	833.7500
4	12.800	64.8000	60.8000	1.1110e+03	496.0000	55.3600	1.2090e+03	2.2000	306.0750	7.9000	8.3000	148.2500	46.4500	827.8500
5	12.800	62.8000	62.0000	1.0370e+03	501.0000	51.6900	809.0000	2.7000	290.1750	7.6000	8.2000	149.9500	46.0100	817.8500
6	12.800	63.6000	62.3000	1.2030e+03	532.0000	55.7800	1.1900e+03	2.8000	425.6500	7.9000	8.6000	150.0000	45.9700	817.3000
7	12.800	62.8000	61.8000	1.1100e+03	589.0000	46.9400	912.0000	2.1000	318.0000	7.7000	8.3000	160.0000	43.1200	804.4500
8	12.600	65.4000	65.6000	1.2120e+03	543.0000	55.2000	1.1870e+03	2.8000	290.1750	7.4000	8.4000	159.9500	43.1400	789.6500
9	12.600	65.0000	63.4000	1.1430e+03	522.0000	54.3300	1.0970e+03	2.7000	282.2250	7.7000	8.3000	159.9000	41.2700	830.1000
10	12.800	64.0000	63.2000	1.0080e+03	507.0000	49.7000	m	2.8000	306.0750	7.7000	8.3000	160.6000	41.0900	821.4000
11	12.800	64.2000	63.2000	1.3420e+03	574.0000	57.2300	1.3370e+03	2.1000	445.0000	7.5000	8.3000	140.4000	47.0000	823.5000
12	12.800	64.4000	63.8000	1.0130e+03	582.0000	42.5500	961.0000	2.8000	445.0000	7.6000	8.2000	160.1000	41.2200	813.1000
13	12.800	63.8000	62.6000	977.0000	415.0000	57.5200	849.0000	2.5000	445.0000	7.6000	8.4000	144.2000	45.7700	827.0000
14	12.600	62.6000	61.2000	794.0000	431.0000	45.7200	908.0000	2.8000	318.0000	7.6000	8.3000	150.0000	44.0000	831.6000
15	13.000	64.0000	62.2000	1.2710e+03	530.0000	58.3000	942.0000	2.3000	294.1500	7.5000	8.6000	150.1000	43.9700	827.4000
16	12.800	63.8000	62.6000	977.0000	415.0000	57.5200	849.0000	2.5000	310.0500	7.6000	8.1000	150.2000	43.9400	831.3000
17	12.600	64.0000	61.6000	986.0000	457.0000	53.6500	814.0000	2.0000	318.0000	7.4000	8.2000	135.0000	48.8900	771.5000
18	12.800	63.0000	62.0000	972.0000	468.0000	51.8500	895.0000	2.1000	302.1000	7.6000	8.3000	140.0000	47.1400	739.5000

	C Chx	T1	T2	T3	pH3	C'1	C'2	C'3	Condu 1	Condu 2	Tech	Souff Vap	D Chx	TF2	Q Chx	C Amidon	Color SB	Q Ter	Bac Carbo
	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33
1	4.5000	65.3100	m	60.5000	7.9600	0.5000	0.1000	6.0000e-02	0.1390	0.3300	80.2000	0.6300	17.2700	44.0000	C	m	m	8.3300	1.0000
2	5.3500	m	68.7200	67.6800	8.1100	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.2880	85.7000	0.6100	17.2100	47.0000	C	m	m	10.8500	1.0000
3	5.3000	m	66.7800	66.1200	8.2500	m	0.7000	6.0000e-02	m	0.2660	85.1000	0.5700	17.3200	45.0000	L	m	m	9.2400	1.0000
4	4.8000	65.4400	66.3200	m	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.1790	0.1960	86.4500	0.7200	17.2900	46.0000	L	m	m	8.4300	1.0000
5	4.5000	68.4000	67.2700	m	m	0.7000	6.0000e-02	m	0.1470	0.1130	83.4500	0.5400	17.1700	43.0000	C	m	m	8.3400	1.0000
6	4.3000	68.8500	67.6500	m	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.1490	0.1090	85.6000	0.5300	17.2100	44.0000	C	m	m	8.3300	1.0000
7	4.0000	69.1500	68.4900	m	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.1570	0.1110	85.7000	0.6100	17.0800	51.0000	C	m	m	7.8100	1.0000
8	4.0000	69.7500	69.4500	m	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.1880	0.1170	86.0000	0.7600	17.1900	50.0000	C	m	m	7.8100	1.0000
9	4.0000	67.0500	m	66.6000	8.3220	0.6000	m	6.0000e-02	0.2060	m	91.0000	0.6500	17.0900	43.0000	C	m	m	7.8200	1.0000
10	3.9000	67.8700	m	67.2400	8.2740	0.6000	m	6.0000e-02	0.2020	m	84.9000	0.4700	17.1400	48.0000	C	m	m	7.7800	1.0000
11	4.0000	68.2400	m	68.0700	8.3910	0.6000	m	6.0000e-02	0.1790	m	88.2000	0.4900	17.1500	50.0000	C	m	m	8.9000	1.0000
12	4.0000	67.1100	m	66.3500	8.4250	0.6000	m	6.0000e-02	0.2120	m	82.7000	0.5400	17.2200	58.0000	C	m	m	7.8100	1.0000
13	3.9000	71.5500	m	69.1300	8.3360	0.6000	m	6.0000e-02	0.1830	m	86.5000	0.6900	25.1100	55.0000	L	m	m	8.6700	1.0000
14	3.8000	71.3300	m	68.8000	8.2990	0.6000	m	6.0000e-02	0.1820	m	84.0000	0.4900	17.0600	45.0000	C	m	m	8.3300	1.0000
15	3.9000	72.0500	m	69.0100	8.3570	0.6000	m	6.0000e-02	0.1930	m	85.4000	0.6400	17.1400	42.0000	C	150.0000	801.0000	8.3300	1.0000
16	3.9000	73.5700	m	69.4200	8.3150	0.5000	m	6.0000e-02	0.1990	m	85.7000	0.5900	17.1700	50.0000	C	150.0000	801.0000	8.3200	1.0000
17	3.8000	69.4400	m	68.0300	9.1290	0.5000	m	6.0000e-02	m	m	86.0000	0.9500	16.7300	47.0000	C	150.0000	801.0000	9.2600	1.0000
18	3.9000	70.5500	m	66.7200	10.1380	0.6000	m	6.0000e-02	m	m	85.2000	0.5100	16.9100	44.0000	C	150.0000	801.0000	8.9300	1.0000
19	3.7000	65.8900	m	65.7300	8.7040	0.7000	m	6.0000e-02	m	m	86.7000	0.3700	15.8300	45.0000	C	150.0000	801.0000	8.0600	1.0000
20	4.3000	73.4700	m	70.6900	8.4060	0.6000	m	6.0000e-02	m	m	83.6000	0.5500	16.9400	48.0000	C	145.0000	789.0000	8.9300	2.0000

Après visualisation et observation du tableau, on a obtenu le graphique des loadings suivant :

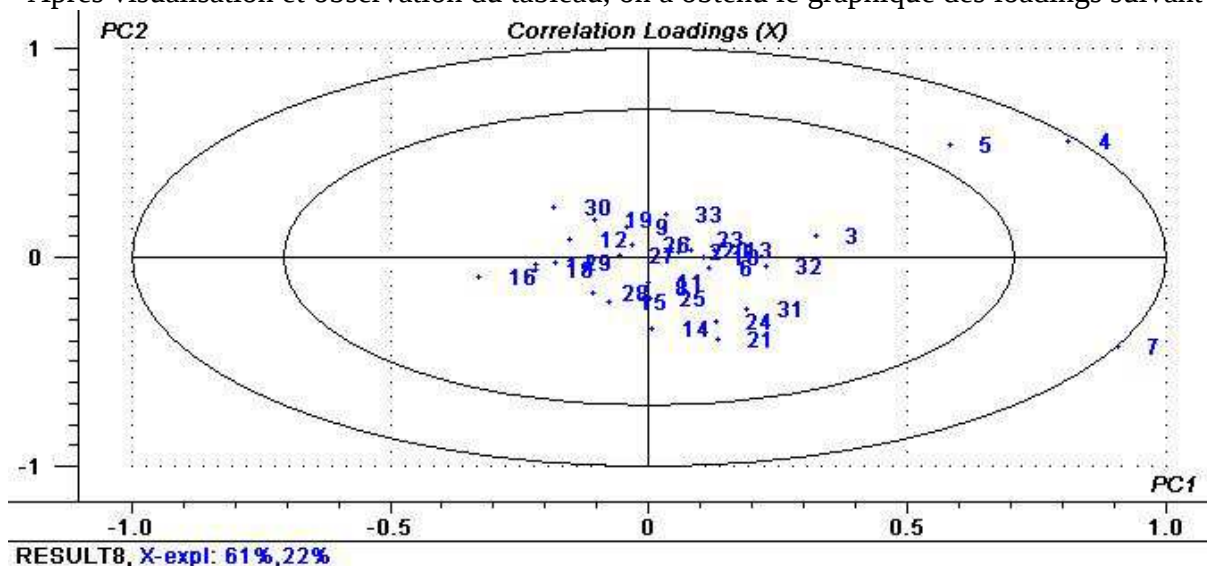


Figure 15 : graphe des loadings :

Cette figure (15) rend compte des corrélations entre les différents variables, plus celles-ci se rapprochent du cercle plus la corrélation est importante et plus elles tendent vers le centre plus leur importance diminue.

Ce graphe (16) montre le poids de chaque variable sur les composantes. Pour ce modèle, on a opté pour 4 composantes afin d'expliquer l'ensemble des variabilités entre les facteurs.

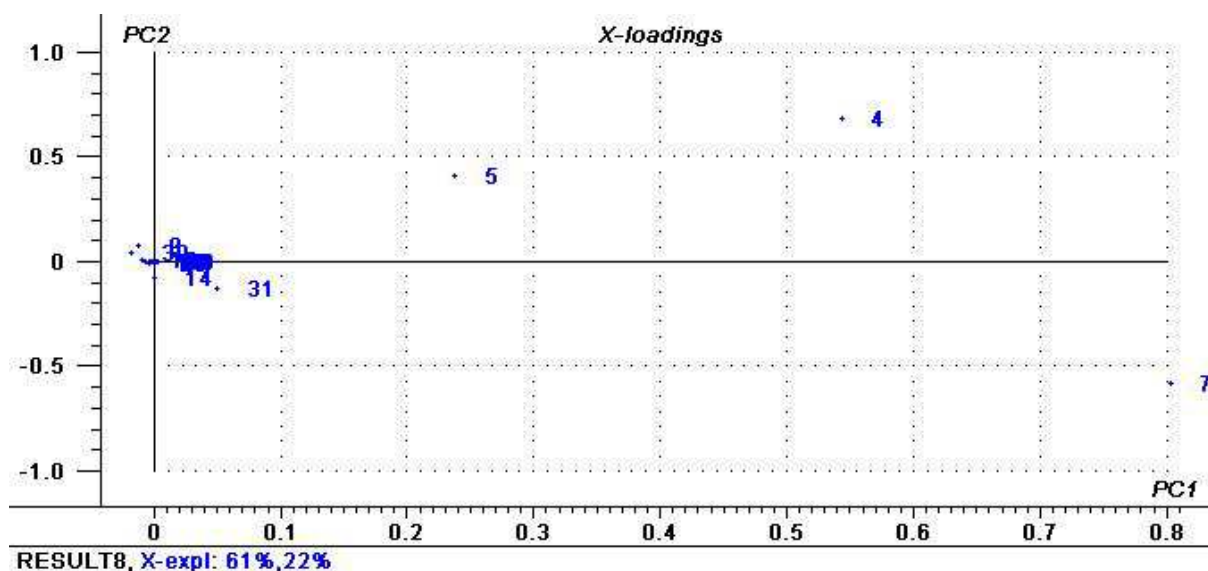
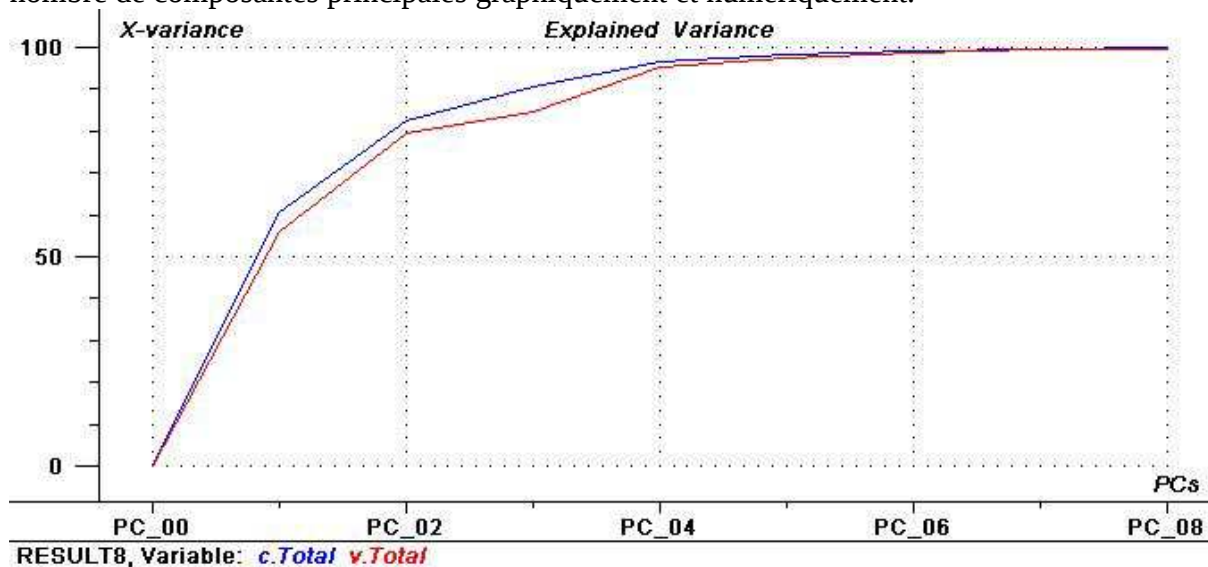


Figure 16 : graphes des poids de chaque variable :

On retiendra donc que seule la **Coloration deuxième jet**, la **Température Chaudière 1**, la **Coloration Sucre Brute** et le **Brix Commune filtrée** ont un fort poids dans la première composante. De même seules, la **Coloration sirop** et la **Coloration Commune filtrée** ont un fort poids dans la seconde composante.

Les figures ci-dessous montrent les pourcentages de variabilités expliquées en fonction de nombre de composantes principales graphiquement et numériquement.



$$R^2 = 98,5935 \%$$

$$R^2 \text{ ajusté} = 98,3123 \%$$

$$L'erreur \text{ type} = 0,830169$$

Tableau 7 : Analyse de variance pour le modèle de prédiction de taux de décoloration :

⇒ On a une variance de régression (du Modèle) assez supérieure à celle des résidus pour une probabilité inférieure à un risque de confiance de 5% fixé au préalable. Ceci montre qu'il existe une relation statistiquement significative entre les variables au niveau de confiance de 95,0 %. Théoriquement il semblerait donc que le modèle proposé soit valide est explicatif pour un pourcentage de 98,5935 %.

La figure 19 montre une faible différence entre les réponses prédits et les réponses mesurées (résidus) ce qui renforce la validité du modèle :

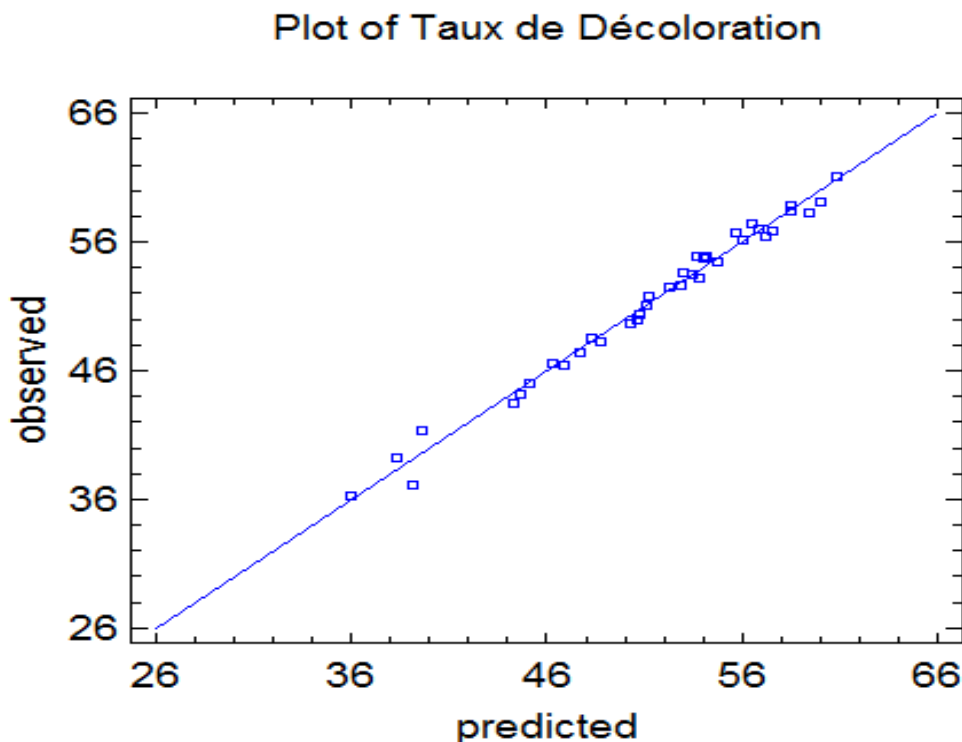


Figure 19:Réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus du taux de décoloration :

Les descripteurs sélectionnés pour la réponse taux de décoloration sont présentés dans le **tableau 8**, celui-ci regroupe les coefficients de régression, l'erreur type, t-value et p-value :

Paramètre	Estimation	Erreur type	T student	P-Value
CONSTANT	48,8802	10,6087	4,60754	0,0001
Coloration Commune Filtrée	-0,0906445	0,00217949	-41,5898	0,0000
Coloration Sirop	0,0465605	0,00156274	29,7941	0,0000
Coloration Sucre Brute	0,00828387	0,00342962	2,41539	0,0220
Coloration 2ème jet	-0,000974714	0,00140044	-0,696003	0,4918
T1	0,0103782	0,0552457	0,187855	0,8523

Brix Commune Filtrée	-0,113667	0,188703	-0,602359	0,5515
----------------------	-----------	----------	-----------	--------

Tableau 8 : Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour le taux de décoloration :

- ⇒ Les résultats sur les coefficients du modèle montrent que seuls les variables Coloration Commune Filtrée, Coloration Sirop et Coloration Sucre Brute (p-value < 0,05) ont des effets significatifs. On en déduit que ces dernières ont un fort effet sur le taux de décoloration.

II -2- 2- Différence de pression des filtres(Δp) :

La réponse dans ce cas est Δp , le calcul et l'estimation des paramètres a été effectuée par StatGraphics. Les graphes ci-dessous représentent respectivement les réponses prédits en fonction des réponses calculés ce qui permet de visualiser le résidu graphiquement et l'autre tableau représente les coefficients des facteurs. Pour cela on établit l'équation de régression suivante :

■ **L'équation de régression obtenue est la suivante :**

Delta P = -0,774796– (0,00117762* coloration sirop)- (0,000706945*coloration sucre brute) + (0,00106546*coloration 2ème jet) +(0,0322021*Température 1) + (0,0295852*brix commune filtrée)- (0,000203184*coloration commune filtrée).

■ **Analyse de la variance :**

Source	Somme des carrées	Df	Carré moyen	F	P-Value
Régression	1,52592	6	0,25432	1,78	0,1363
Résidus	4,27732	30	0,142577		
Total (Corr)	5,80324	36			

$$R^2 = 26,2943 \%$$

$$R^2 \text{ ajusté} = 11,5532 \%$$

$$L'erreur \text{ type} = 0,377594$$

Tableau 10 : Analyse de variance pour le modèle de prédiction de (Δp).

- ⇒ On a une variance de régression (du Modèle) inférieure à celle des résidus pour une probabilité supérieure à un risque de confiance de 5% fixé au préalable. Ceci montre qu'il n'existe aucune relation statistiquement significative entre les variables au niveau de confiance de 95,0 %. Le modèle proposé n'est pas donc explicatif vis-à-vis de la réponse choisie. ($R^2=26,2943 \%$).

La figure 20 montre un écart remarquable entre les réponses prédits et les réponses mesurées (résidus) ce qui appui la non-validité du modèle :

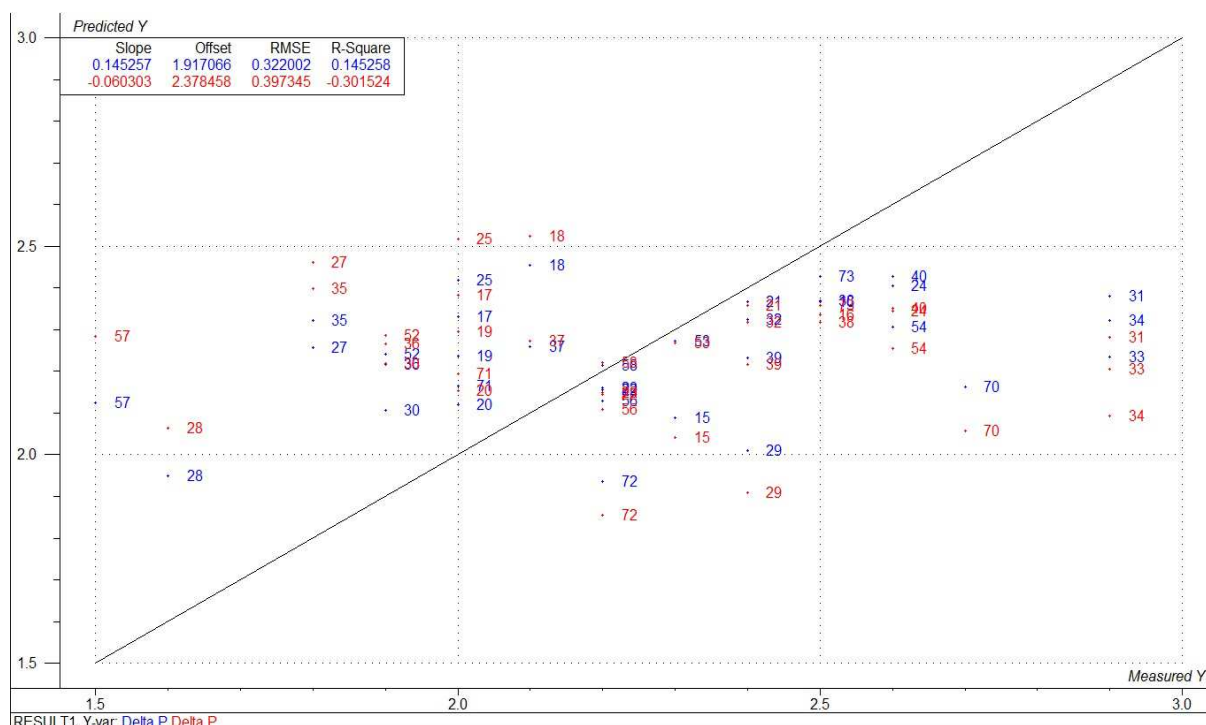


Figure 20: Réponses prédits en fonction des réponses mesurées montrant les résidus :

Les descripteurs sélectionnés pour la réponse filtrabilité sont présentés dans le **tableau 9**, celui-ci regroupe les coefficients de régression, l'erreur type, t-value et p-value :

Paramètre	Estimation	Erreur type	T-Student	P-Value
CONSTANT	-0,774796	4,47886	-0,172989	0,8638
coloration sirop	-0,00117762	0,000628475	-1,87377	0,0707
coloration sucre brute	-0,00070694	0,00137243	-0,515104	0,6103
coloration 2ème jet	0,00106546	0,000466589	2,28352	0,0297
Température 1	0,0322021	0,0299824	1,07403	0,2914
brix commune filtrée	0,0295852	0,068567	0,431479	0,6692
coloration commune filtrée	-0,00020318	0,000966982	-0,210122	0,8350

Tableau 9 : Coefficients de régression, erreur type et p-value des descripteurs sélectionnés par la RLM pour (Δp).

II - 3- Conclusion d'étude:

Finalement on devrait se servir des résultats d'ANOVA obtenu précédemment pour optimiser, c'est-à-dire faire trouver les valeurs adéquats des facteurs influents pour avoir des réponses satisfaisantes (taux de décoloration et filtrabilité appréciable).

Suivant les résultats on ne pourra se servir du deuxième modèle non validé. Pour ce qui est du premier modèle, on pourra bel et bien l'utiliser pour optimiser un facteur par calcul de sa valeur optimum à partir du premier modèle, les autres facteurs seront fixés de manière qu'ils aient des valeurs souhaitables dans les conditions de production industrielles (Ceci prendra en considération le compromis cout/énergie).

En définitif sur l'ensemble des facteurs que nous avons au départ seuls 6 d'entre eux avaient effet sur le phénomène mauvaise épuration que rencontre l'usine quotidiennement. Il s'agit de la **Coloration deuxième jet**, la **Température Chaudière 1**, la **Coloration Sucre Brute**, le **Brix Commune filtrée**, la **Coloration sirop** et la **Coloration Commune filtrée**.

Du coup ces paramètres devraient faire le sujet d'un suivi continu est quotidien afin d'avoir non seulement une idée sur leur fluctuation mais aussi de pouvoir les contrôler et de faire en sorte de les garder dans les normes.

Il faut signaler que nos résultats obtenus en fin de compte sur l'ensemble de l'étude ne reflètent pas entièrement le nom du projet à cause non seulement du non validation du second modèle, mais aussi du fait que les paramètres les plus influençant de notre procédé soient incontrôlables voire difficiles à fixer. De plus la chaîne de production est continue ce qui rend, les valeurs des mesures prises lors des suivis des variables, très aléatoires.

CONCLUSION GENERALE

Au cours de ce présent travail nous nous sommes intéressés à la maîtrise d'une partie du procédé de raffinage du sucre brut. La partie en question est la carbonatation-filtration.

Notre étude s'est portée sur un traitement statistique de données récoltées de ce procédé. En effet, nous avons choisi, avec l'équipe technique de la COSUMAR, les paramètres de contrôle susceptibles d'être pertinents dans le développement l'opération en question.

Dans un premier temps une étude ACP (Analyse en composantes principales) nous a permis de définir les paramètres pertinents. Ensuite nous avons opté par la RLM (Régression Linéaire Multiple) afin de modéliser. A ce sujet deux modèles relatives aux deux caractéristiques de ce procédé (Taux de décoloration, Filtrabilité) ont été établies et seul le premier a été validé statistiquement. Désormais, l'équipe de la COSUMAR peut l'utiliser pour l'estimation des réglages du procédé.

Néanmoins, pour une étude ultérieure il serait souhaitable :

- D'ajouter d'autres variables afin de définir les paramètres pertinents capables de maîtriser le procédé de carbonatation.

- De mener une étude indépendante de l'opération filtration tant que le modèle proposé pour la réponse filtrabilité n'a pas été validé.



Référence :

[1] : ASADI M. Beetsugarhandbook, JOHN WILEY & SONS INC Publication, 2007.

Corrélation	Coloration sirop	Coloration sucre brute	Coloration 2ème jet	T1	Brix commune filtrée	(Δp)	Coloration commune filtrée	Taux de décoloration
Coloration sirop	1,0000							
Coloration sucre brute	0,3130	1,0000						
Coloration 2ème jet	0,3598	0,1459	1,0000					
T1	-0,2660	0,2183	-0,3075	1,0000				
Brix commune filtrée	0,2969	<u>0,5367</u>	0,1885	-0,1074	1,0000			
(Δp)	-0,0969	-0,1037	0,1796	-0,1017	0,0124	1,0000		
Coloration commune filtrée	<u>0,6550</u>	0,2858	0,1635	-0,3589	0,3292	-0,0759	1,0000	
Taux de décoloration	0,2514	-0,0520	0,1511	0,1804	-0,0894	-0,0499	<u>-0,5496</u>	1,0000

[2] : CERIS. Programme d'initiation sucrière, Tome II.

[3] : AMMOR M., AABDOU M. La décoloration en technologie sucrière, Mémoire de 3ème cycle Agronomie, Option Technologie alimentaire et de nutrition humaine. Rabat : Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, 1982.

[4] : BENSOUDA KORACHI M. Evolution de la coloration dans une sucrerie (cas ZEMMAMRA), Mémoire de 3ème cycle Agronomie, Option Technologie alimentaire et de nutrition humaine. Rabat : Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, 1986.

[5] : Documents COSUMAR, perfectionnement raffinerie.

[6] : Techniques d'ingénieurs, Procédés de transformations en sucrerie (Partie 1), par Martine DECLoux.

[7] : Chatfield, C.; Collins, A.J. Introduction to Multivariate Analysis, Chapman ET Hall, 1980.

[8] : Manly, B.F.J. Multivariate Statistical Methods A Primer, Chapman ET Hall, 1986.

Annexe 1 : Tableau des corrélations des facteurs :



Annexe 2 : Tableau des données :

		Delta P	x de Déco	CO2	Bx Sirop	Bx CF	Color Sirop	Color CF	Color 2jet	Sfice filtration	pH Sirop	pH Cf	Dbx Sirop
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
*	1	2.5000	60.1400	12.800	64.6000	63.8000	1.1090e+03	442.0000	890.0000	302.1000	7.6000	8.5000	150.150
*	2	2.7500	56.8300	12.800	64.4000	62.9000	1.1490e+03	496.0000	1.5630e+03	282.2250	8.4000	8.9000	115.250
*	3	2.6000	57.3100	13.000	63.6000	63.2000	1.0190e+03	435.0000	902.0000	306.0750	7.6000	8.7000	135.350
*	4	2.2000	55.3600	12.800	64.8000	60.8000	1.1110e+03	496.0000	1.2090e+03	306.0750	7.9000	8.3000	148.250
*	5	2.7000	51.6900	12.800	62.8000	62.0000	1.0370e+03	501.0000	809.0000	290.1750	7.6000	8.2000	149.950
*	6	2.8000	55.7800	12.800	63.6000	62.3000	1.2030e+03	532.0000	1.1900e+03	425.6500	7.9000	8.6000	150.000
*	7	2.1000	46.9400	12.800	62.8000	61.8000	1.1100e+03	589.0000	912.0000	318.0000	7.7000	8.3000	160.000
*	8	2.8000	55.2000	12.600	65.4000	65.6000	1.2120e+03	543.0000	1.1870e+03	290.1750	7.4000	8.4000	159.950
*	9	2.7000	54.3300	12.600	65.0000	63.4000	1.1430e+03	522.0000	1.0970e+03	282.2250	7.7000	8.3000	159.900
*	10	2.8000	49.7000	12.800	64.0000	63.2000	1.0080e+03	507.0000	m	306.0750	7.7000	8.3000	160.600
*	11	2.1000	57.2300	12.800	64.2000	63.2000	1.3420e+03	574.0000	1.3370e+03	445.0000	7.5000	8.3000	140.400
*	12	2.8000	42.5500	12.800	64.4000	63.8000	1.0130e+03	582.0000	961.0000	445.0000	7.6000	8.2000	160.100
*	13	2.5000	57.5200	12.800	63.8000	62.6000	977.0000	415.0000	849.0000	445.0000	7.6000	8.4000	144.200
*	14	2.8000	45.7200	12.600	62.6000	61.2000	794.0000	431.0000	908.0000	318.0000	7.6000	8.3000	150.000
*	15	2.3000	58.3000	13.000	64.0000	62.2000	1.2710e+03	530.0000	942.0000	294.1500	7.5000	8.6000	150.100
*	16	2.5000	57.5200	12.800	63.8000	62.6000	977.0000	415.0000	849.0000	310.0500	7.6000	8.1000	150.200
*	17	2.0000	53.6500	12.600	64.0000	61.6000	986.0000	457.0000	814.0000	318.0000	7.4000	8.2000	135.000
*	18	2.1000	51.8500	12.800	63.0000	62.0000	972.0000	468.0000	895.0000	302.1000	7.6000	8.3000	140.000
*	19	2.0000	54.7300	12.800	62.8000	61.6000	1.0140e+03	459.0000	793.0000	302.1000	7.8000	8.4000	155.000
*	20	2.0000	58.2900	13.000	63.0000	62.2000	1.2660e+03	528.0000	913.0000	302.1000	7.3000	8.4000	140.000
*	21	2.4000	54.8300	12.800	63.8000	61.0000	1.0360e+03	468.0000	980.0000	445.0000	8.1000	8.4000	165.000
*	22	2.2000	61.1700	12.800	63.2000	60.8000	1.0970e+03	426.0000	910.0000	445.0000	7.2000	8.4000	145.000
*	23	2.2000	59.0700	13.000	63.2000	63.6000	1.2730e+03	521.0000	1000.0000	310.0500	7.6000	8.5000	155.000
*	24	2.6000	37.1500	12.800	63.6000	61.8000	864.0000	543.0000	925.0000	318.0000	7.8000	8.4000	135.000
*	25	2.0000	43.4800	12.800	63.6000	63.0000	798.0000	451.0000	917.0000	310.0500	7.5000	8.3000	150.000

Annexe 3 : Suite du tableau des données :

Rapport-gratuit.com



LE NUMERO 1 MONDIAL DES MEMOIRES



		T2	T3	pH3	C'1	C'2	C'3	Condu 1	Condu 2	T ech	Souff Vap	D Chx	T F2
		17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28
*	1	m	60.5000	7.9600	0.5000	0.1000	6.0000e-02	0.1390	0.3300	80.2000	0.6300	17.2700	44.0000
*	2	68.7200	67.6800	8.1100	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.2880	85.7000	0.6100	17.2100	47.0000
*	3	66.7800	66.1200	8.2500	m	0.7000	6.0000e-02	m	0.2660	85.1000	0.5700	17.3200	45.0000
*	4	66.3200	m	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.1790	0.1960	86.4500	0.7200	17.2900	46.0000
*	5	67.2700	m	m	0.7000	6.0000e-02	m	0.1470	0.1130	83.4500	0.5400	17.1700	43.0000
*	6	67.6500	m	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.1490	0.1090	85.6000	0.5300	17.2100	44.0000
*	7	68.4900	m	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.1570	0.1110	85.7000	0.6100	17.0800	51.0000
*	8	69.4500	m	m	0.6000	6.0000e-02	m	0.1880	0.1170	86.0000	0.7600	17.1900	50.0000
*	9	m	66.6000	8.3220	0.6000	m	6.0000e-02	0.2060	m	91.0000	0.6500	17.0900	43.0000
*	10	m	67.2400	8.2740	0.6000	m	6.0000e-02	0.2020	m	84.9000	0.4700	17.1400	48.0000
*	11	m	68.0700	8.3910	0.6000	m	6.0000e-02	0.1790	m	88.2000	0.4900	17.1500	50.0000
*	12	m	66.3500	8.4250	0.6000	m	6.0000e-02	0.2120	m	82.7000	0.5400	17.2200	58.0000
*	13	m	69.1300	8.3360	0.6000	m	6.0000e-02	0.1830	m	86.5000	0.6900	25.1100	55.0000
*	14	m	68.8000	8.2990	0.6000	m	6.0000e-02	0.1820	m	84.0000	0.4900	17.0600	45.0000
*	15	m	69.0100	8.3570	0.6000	m	6.0000e-02	0.1930	m	85.4000	0.6400	17.1400	42.0000
*	16	m	69.4200	8.3150	0.5000	m	6.0000e-02	0.1990	m	85.7000	0.5900	17.1700	50.0000
*	17	m	68.0300	9.1290	0.5000	m	6.0000e-02	m	m	86.0000	0.9500	16.7300	47.0000
*	18	m	66.7200	10.1380	0.6000	m	6.0000e-02	m	m	85.2000	0.5100	16.9100	44.0000
*	19	m	65.7300	8.7040	0.7000	m	6.0000e-02	m	m	86.7000	0.3700	15.8300	45.0000
*	20	m	70.6900	8.4060	0.6000	m	6.0000e-02	m	m	83.6000	0.5500	16.9400	48.0000
*	21	m	66.3600	8.5640	0.5000	m	6.0000e-02	m	m	85.6000	0.5700	15.9400	45.0000
*	22	m	67.4000	8.6400	0.6000	m	6.0000e-02	0.1360	m	81.1000	0.5400	16.7300	51.0000
*	23	m	68.5800	9.1370	0.5000	m	6.0000e-02	m	m	86.6000	0.5900	16.9100	43.0000
*	24	m	65.1500	8.8470	0.7000	m	6.0000e-02	m	m	84.6000	0.4100	15.7100	46.0000
*	25	m	66.4700	8.5810	0.6000	m	6.0000e-02	0.1230	m	85.2000	0.5200	16.8100	50.0000