



Réf :/UAMOB/F.SNV.ST/DEP.AGR/2018

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER

Domaine: SNV **Filière:** Sciences Alimentaires

Spécialité: Ago-Alimentaire et Contrôle de Qualité

Présenté par:

Lachemi Affaf
Thème

**Cinétique de la décoloration du sucre
roux : charbon actif (NORIT)**

Soutenu le: 01/07 / 2018

Devant le jury composé de:

Nom et Prénom	Grade	Etablissement	
M.DAHMOUN Farid	MCA	Univ. de Bouira	Examineur
M. REMINI Hocine	MCB	Univ. de bouira	Promoteur
M.KADRI Nabil	MCA	Univ. de Bouira	Président

Année Universitaire : 2017/2018

Remerciements

Je remercie le Dieu tout puissant de m'avoir donné le savoir et la faculté de pouvoir poursuivre mes études et achevé ce travail.

Je remercie particulièrement M. Remini mon promoteur, professeur à l'UMOB, pour l'intérêt qu'il a accordé au sujet proposé et ses conseils.

J'adresse mes vifs remerciements au complexe **CEVITAL**. De m'avoir accueilli dans l'usine, de m'avoir ouvert leurs portes et donné l'opportunité de réaliser ce stage.

Ensuite, je souhaite remercier vivement toutes les personnes qui m'ont apportées leurs aides tout au long de ce stage, à savoir les personnes travaillant aux services de laboratoire et la chaîne de la production, en particulier M. Drici Fares , Abchiche Mourad ,Aimad ,Mohand Saïd et Lounes.

Grace à leur disponibilité et leur gentillesse à mon égard, j'ai bénéficié de tous les éléments nécessaires au bon déroulement de mon stage.

J'adresse également mes sincères remerciements à tous mes enseignants de la spécialité. Pour leurs nombreux conseils avisés et pour leurs aides.

Je remercie chaleureusement tous ceux qui ont participé à la réalisation de ce travail de près ou de loin, notamment la Faculté des sciences de la nature et de la vie et sciences de la terre.

Dédicaces

A mes chers parents pour leur immense soutien, leur grand amour, leurs sacrifices et leurs prières.

A mes chères sœurs OUAHIBA, KARIMA, BAYA et DALILA.

A mon cher frère HAMOU.

A tous mes Amis

A Célia et Sarah qui m'ont accueilli à Bejaia

A tous ceux qui m'ont aidé durant mes études, je leur dédie ce modeste travail

Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction01

Partie I : partie théorique

Chapitre I : généralités sur le sucre

I.1. La canne à sucre	02
I.2. Le sucre roux	02
I.2.2.1. Propriétés physico-chimiques du sucre	03
I.3. Extraction du sucre roux	06
I.3.1. Réception des cannes	06
I.3.2. Extraction de jus	07
I.3.3. Traitement de jus	07
I.3.4. Evaporation	07
I.3.5. Cristallisation	08
I.3.6. Séchage et stockage	08
I.4. Technologie de raffinage de sucre roux de canne	08
I.4.1. <u>Section 1</u> : affinage et refonte	09
I.4.2. <u>Section 2</u> : carbonatation	09
I.4.3. <u>Section 3</u> : filtration	11
I.4.4. <u>Section 4</u> : décoloration	12

I.4.5. Section 5 : concentration	12
I.4.6. Section 6 : cristallisation.....	12
I.4.7. Section 7 : séchage et Maturation	13
I.4.8. Section 8 : stockage et Conditionnement.....	14
I.5.Procédé de la décoloration du sucre roux	16
I.5.1. Principe	16
I.5.2. Principaux colorants présents dans le sucre à canne	16
I.5.3. La résine échangeuse d'ions	17
I.5.4. Elaboration du charbon actif	18

Partie II : partie pratique

Chapitre II : matériels et méthodes

II .1.Matériels et produits utilisés	20
a. Matériels	20
b. produits	21
II.2. Méthodes d'analyses effectuées	21

Chapitre III : résultats et discussion

1. Résultats des paramètres analytiques suivis (SF, SD ₁ , SD ₂)	27
2. Procédé de décoloration du sirop de sucre	32
Conclusion	38

Liste des abréviations

Bp : bas produits

Hp : hauts produits

ICUMSA: commission internationale des méthodes uniformes d'analyse du sucre.

SF: sirop Filtré.

SD: sirop décoloré

UI : unité ICUMSA.

Pol : polarité

Liste des figures

Figure 01 : extraction de sucre roux.....	06
Figure 02 : procédé de raffinage de sucre roux.....	13
Figure 03 : refractomètre.....	20
Figure 04 : diluteur mené d'une balance.....	20
Figure 05 : polarimètre.....	21
Figure 06 : évolution du Brix en fonction du temps.....	25
Figure 07 : évolution de la couleur en fonction du temps.....	26
Figure 08 : évolution du taux de décoloration en fonction du temps.....	27
Figure 09 : évolution de la pureté en fonction du temps.....	28
Figure 10 : évolution de pH en fonction de temps.....	29
Figure 11 : évolution de la couleur du sirop décoloré en fonction du temps.....	30
Figure 12 : évolution du taux de décoloration de sirop décoloré en fonction du temps.	31
Figure 13 : effet de masse (NORIT) sur la couleur du sirop décoloré NORIT.....	32
Figure 14 : effet de la masse (NORIT) sur le taux de décoloration du sirop décoloré..	33
Figure 15 : effet de la température sur la couleur de sirop décoloré.....	34
Figure 16 : effet de la température sur le taux de décoloration du sirop décoloré.....	35

Liste des tableaux

Tableau I : composition de Sucre roux par 100 g de sucre.....	03
Tableau III : les principes réactions résumant le cycle de la chaux.....	09
Tableau III : liste des matériels et solutions utilisés.....	17
Tableau IV : les propriétés initiales du sirop filtré.....	18
Tableau V : caractéristiques générales du charbon actif NORIT.....	18
Tableau VI : échantillons prélevés de différentes sections et les paramètres étudiés..	19
Tableau VII : normes réglementaires des sirops de sucre au niveau de CEVITAL....	25

Introduction

L'industrie de la canne à sucre est considérée comme un secteur mûr reposant sur les principes de base développés au XIX^{ème} siècle. Cette industrie éprouve des changements, y compris des développements technologiques (**Arzate, 2005**).

Le procédé classique de raffinage du sucre roux pose souvent un problème de pollution du à la production de grandes quantité de déchets solides (pierre calciné) qui sont généralement mis en décharge à proximité de l'usine. Des études récentes ont testées l'utilisation des matériaux argileux dans le traitement du sirop de sucre roux (**Unal et Erdogan, 1998**).

A l'heure actuelle, l'industrie sucrière est confrontée à des contraintes à la fois économiques et environnementales. Cette situation a amené les sucriers à chercher les voies et les moyens d'augmenter le rendement de l'extraction du saccharose et d'accélérer le développement économique sans pour autant nuire à l'environnement (**Belhamri, 2005**).

Pour cela, l'objectif de la raffinerie du sucre CEVITAL est d'assurer l'obtention d'un produit fini de bonne qualité. Pour y parvenir, il est nécessaire de maintenir le bon fonctionnement du procédé de raffinage du sucre en assurant notamment sa stabilité.

En conséquence, notre étude s'inscrit dans le cadre de l'évaluation de l'impact du procédé de raffinage de la canne à sucre sur la qualité par le suivi des cinétiques de décoloration du sucre roux durant le procédé du raffinage.

Les plantes saccharifères ont de nos jours une grande importance, soit en Europe, soit dans les contrées intertropicales. La canne à sucre- malgré l'extension qu'on a donné en France et en Allemagne à la culture de la betterave sucrière- présente toujours un grand intérêt, et elle préoccupe plus que jamais les planteurs, parce que ces derniers ne désespèrent pas d'obtenir, à l'aide de semis faits avec des graines fertiles, des variétés beaucoup plus saccharines que les cannes connues et réputées actuellement comme les plus riches en sucre (**Gustave, 1899**).

I. 1. La canne à sucre

La canne à sucre « *Saccharum officinarum* », est une plante vivace de la famille des graminées principalement cultivée dans les régions tropicales et subtropicales (**Bonie, 2003**).

Elle contient jusqu'à 16% de saccharose dans ses tiges, dont 96 % peut être extrait lors d'un processus industriel, elle reste l'un des produits agricoles les plus cultivés dans le monde (**Arzate, 2005**).

I.2. Sucre Roux

Le sucre roux est extrait directement du jus de la canne à sucre pressée, filtré et concentré. C'est un sucre complet auquel on a plus ou moins enlevé la mélasse (sous-produit noirâtre issu du raffinage) par centrifugation. Le sucre est ensuite séché et refroidi afin d'optimiser sa conservation. Il se caractérise par des cristaux de saccharose recouverts d'un film de mélasse de canne (**Arzate, 2005**).

Au niveau des raffineries de sucre, le sucre roux constitue la matière première qui subira plusieurs étapes de transformation pour aboutir à un produit final qui est le sucre blanc, commercialisable (**Mathlouthi et Barbara, 2001**).

I.2.2. Composition de sucre roux et blanc

La coloration brune foncée du sucre roux est proportionnelle à la teneur en résidu de canne, sa composition et celle du sucre blanc sont présentées dans le **Tableau I**.

Tableau I : Composition de Sucre roux et sucre blanc (Arzate, 2005).

Composants	sucre roux (par 100 g)	sucre blanc (par 100 g)
Calories (kcal)	377	387
Eau (g)	1.77	0.02
Hydrates de carbone (g)	97.33	99.98
Calcium (mg)	85	1
Cuivre (mg)	0.298	0
Fer (mg)	1.91	0.01
Magnésium (mg)	29	0
Manganèse (mg)	0.32	0
Phosphore (mg)	22	0
Potassium (mg)	346	2
Sélénium (µg)	1.2	0.6
Sodium (mg)	39	0
Zinc (mg)	0.18	0
Vitamine B1 (mg)	0.008	0
Vitamine B2 (mg)	0.007	0.019
Vitamine B3 (mg)	0.082	0
Vitamine B5 (mg)	0.111	0
Vitamine B6 (mg)	0,026	0

I.2.3. Propriétés physico-chimiques du sucre roux

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

I.2.3.1. Propriétés physiques

a) Granulométrie : Le sucre cristallisé est disponible commercialement selon des granulométries variées (Reiser *et al*, 1995).

b) Température de fusion : Le sucre Chauffé lentement à sec, commence à fondre puis se transforme en caramel avant de brûler vers 190 °C, en donnant un résidu de « Charbon de sucre » (Doucet, 1992).

c) Pouvoir rotatoire : Le saccharose à la propriété de dévier le plan de la lumière polarisée vers la droite, son pouvoir rotatoire «dextrogyre» spécifique est ($^{\circ}D=66.5^{\circ}$).

Elle est utilisée pour la détermination de la pureté du sucre et de la teneur en saccharose des solutions de sucre dans l'eau (**Doucet, 1992**).

I.2.3.2. Propriétés chimiques

a) Décomposition du saccharose

1. Inversion et dégradation

L'hydrolyse du saccharose en présence d'un acide est appelée transformation du saccharose en un mélange équimolaire de glucose et fructose. La solution obtenue prend le nom de sucre inverti en raison du changement de signe du pouvoir rotatoire, qui passe du positif (Dextrogyre) vers le négatif (Lévoxyre). Cette inversion n'est pas réversible (**Mathlouthi, 2007**).

Inversion

Saccharose ----- -Glucose +Fructose

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

La réaction d'inversion est fonction de :

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

2. L'hydrolyse enzymatique

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

Saccharose---- -Fructosidase——— Glucose+Fructose

3. Décomposition acide

En milieu acide (pH 6), la molécule de saccharose se décompose par hydrolyse en D-glucose et D-fructose. La décomposition des hexoses se poursuit par la perte de molécules d'eau et la formation d'hydroxyméthyl-furfural (**Mathlouthi, 2007**).

4. Décomposition alcaline

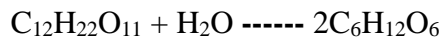
La décomposition du saccharose en milieu alcalin débute par une étape de rupture de la liaison glycosidique et formation de D-glucose et D-fructose.

A haute température (environ 100° C) et toujours en milieu alcalin, les monosaccharides se transforment en glycéraldéhyde puis acide lactique (**Mathlouthi, 2007**).

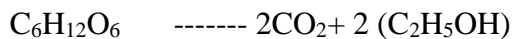
b) Fermentation

Le saccharose est fermentescible, il sert de substrat aux micro-organismes qui vont produire une grande variété de produits organiques dont l'alcool éthylique. La fermentation s'effectue selon la réaction suivante (**Mathlouthi, 2007**) :

Hydrolyse



Fermentation



c) Réaction de brunissement non enzymatique

1. La caramélisation

C'est un phénomène courant en sucrerie, il se produit lorsque le saccharose est chauffé au delà de son point de fusion (186 °C) en présence d'un catalyseur acide. La réaction de caramélisation de saccharose fait intervenir une dissociation du disaccharide en glucose et fructose suivie d'une recombinaison variant en fonction du traitement thermique ou de l'acidité. Les caramels sont nuisibles par leur coloration en plus du sucre perdu (**Mathlouthi, 2007**).

2. Réaction de Maillard

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

Sucre réducteur + amine Glycosylamine N⁻ cétose N substituée composés dicarbonylés-----plymères bruns+produits volatils et odorants.

La cinétique de la réaction de Maillard dépend de plusieurs facteurs : la nature des sucres réducteurs, des acides aminés, le pH, la température et la teneur en eau (**Mathlouthi, 2007**).

I.3. Extraction du sucre roux

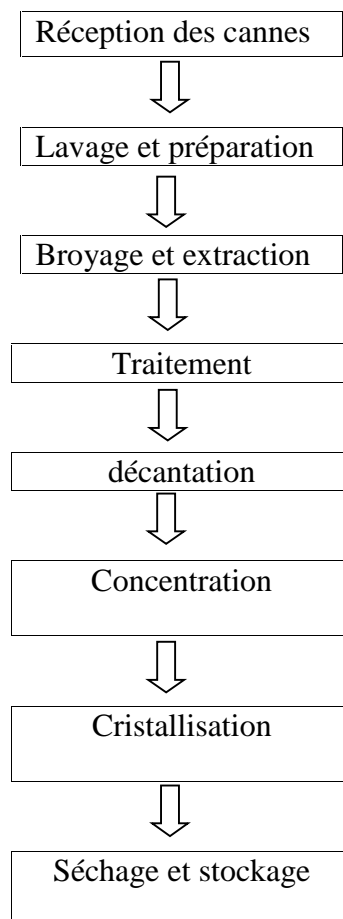


Figure 1 : Extraction du sucre roux (**Audar et al, 2018**).

I.3.1. Réception de canne à sucre

Les cannes sont pesées et séparées en cannes non tronçonnées (en longueur) et en cannes tronçonnées qui sont déposées dans des entrepôts différents. Il existe une autre raison pour laquelle on lave les cannes : la bagasse qui alimente la chaudière doit être d'excellente qualité (**Audar et al, 2018**).

Les cannes passent dans trois coupes cannes (défibreur). Le but est de séparer les fibres de canne sans enlever le jus afin de faciliter l'extraction.

I.3.2. Extraction de jus

Il y a un enchaînement de 4 moulins. Chaque moulin comporte 3 compartiments (compartiment d'entrée, un compartiment supérieur et un autre de sortie). La canne est broyée pour la première fois entre le compartiment d'entrée et le compartiment supérieur et une deuxième fois entre le compartiment supérieur et le compartiment de sortie. (Audar *et al*, 2018).

Au passage du deuxième moulin, la canne a déjà abandonné une partie de son jus, mais il reste encore du saccharose. Au passage du dernier moulin, on injecte de l'eau chaude (imbibition), et le jus récolté revient au niveau du troisième moulin. Le jus au troisième moulin étant trop dilué, est renvoyé au deuxième moulin. On récupère donc le jus du deuxième moulin et du premier moulin. Ces jus subiront différents traitements pour les débarrasser de toutes impuretés. (Audar *et al*, 2018).

La bagasse qui sort des moulins, sert de combustible à la chaudière qui alimente toute l'usine de vapeur. La vapeur réchauffe les jus, cuit le sirop, fait tourner le turbo qui produit l'électricité. La vapeur se transforme ensuite en eaux condensées qui retourne à la chaudière, ceci pour des raisons d'économies d'énergie puisque l'eau étant déjà chaude, il n'est plus nécessaire de la réchauffer. Le jus est ensuite pesé afin de vérifier les quantités achetées et les quantités extraites (Audar *et al*, 2018).

I.3.3. Traitement de jus

Le soufre décolore et déviscose le jus. L'utilisation de la chaux va faciliter la décantation des matières lourdes et donc de la boue et neutralise l'acidité du jus. Après la décantation, on retrouve la chaux dans les boues. Le jus passe ensuite dans les réchauffeurs (2 réchauffeurs sont à 70 °C et les 2 autres sont à 105 °C). Le flocculant épaissit la boue et accélère la décantation (Audar *et al*, 2018).

Après décantation, on obtient du jus clair (partie supérieure du décanteur) et de la boue au fond du décanteur qui sera d'ailleurs traitée car il n'y a encore du saccharose dans cette dernière. Le jus clair sera une nouvelle fois filtré avant l'évaporation (Audar *et al*, 2018).

I.3.4. Evaporation à basse pression

Les caisses travaillent en continu. Le but, c'est d'extraire l'eau du jus afin d'obtenir un sirop. Les deux dernières caisses travaillent sous vide.

L'abaissement de la pression (0.79 bar) permet de diminuer la température d'ébullition du sirop (loi de Boyle Mariotte). Le jus concentré peut bouillir à une température moins élevée, ce qui permet entre autre d'éviter une caramélisation du sirop. Dans la dernière caisse on obtient le sirop de batterie. Ce sirop est à nouveau filtré (**Audar et al, 2018**).

I.3.5. Cristallisation

Un mélange de sucre de glace et d'alcool sera injecté dans le sirop vierge. Cela va permettre d'amorcer la cristallisation. Lorsque les cristaux ont atteint une taille suffisante et régulière, on arrête la cristallisation. On obtient une masse cuite. Celle-ci est déversée dans les bacs appelés « malaxeur ». La première cuite est une cuite A qui va donner le sucre A (le premier sucre) par l'intermédiaire des centrifugeuses (turbines) (**Audar et al, 2018**).

I.3.6. Séchage et stockage

La masse cuite (mélange de cristaux de sucre et de sirop) obtenue après la cuite est déversée dans les centrifugeuses. Lorsque les centrifugeuses tournent, les cristaux de sucre restent sur les parois, et le sirop s'échappe. Il sera récupéré : c'est l'égout A. Cet égout A sera utilisé au niveau des appareils à cuire pour procéder à une cuite B. De nouveau aux centrifugeuses, la masse cuite A va donner du sucre B. Le sirop récupéré à la sortie des centrifugeuses est appelé égout B. (**Audar et al, 2018**).

Cet égout B retourne aux appareils à cuire pour donner une cuite C. La masse cuite C obtenue sera dirigée vers les Turbines (centrifugeuses) pour donner du sucre C et de l'égout C appelé encore Mélasse. (**Audar et al, 2018**).

Les sucres A et B vont passer dans un séchoir (pour finir de sécher car l'essorage n'est pas suffisant) et seront conditionnés. Le sucre C n'est pas commercialisé. Il est refondu et utilisé pour des cuites A. La mélasse sert à fabriquer le rhum grand arôme et les rhums traditionnels (**Audar et al, 2018**).

I.4/ Technologie de raffinage de sucre roux de canne

La raffinerie est une industrie complémentaire de la sucrerie, elle traite des sucres roux de canne, des sucres bruts de betterave et des sirops de sucrerie. Le but du raffinage est d'éliminer les impuretés (sels minéraux, matières organiques) (**Romain et al, 2007**).

Le raffinage du sucre au niveau de la raffinerie de CEVITAL comporte huit sections à savoir :

I.4.1. Section 01 : Affinage et refonte

a. Affinage

Le sucre roux est déversé dans un malaxeur et mélangé par un brassage à un sirop chaud légèrement sous-saturé (favorise la dissolution superficielle des cristaux).

Cette opération constitue « l'empattage ». Ceci va permettre à la couche superficielle des cristaux (la plus impure), de se dissoudre (**Mathlouthi et Barbara, 2004**).

Cette étape aboutit à la préparation du magma entre 80 et 85° brix (**Decloux M et al, 1999**).

b. Refonte

Le sucre affiné passe dans des turbines d'affinage pour être débarrassé des impuretés et matières colorantes sur la surface des cristaux, puis refondu dans un fondoir avec de l'eau sucrée et chaude à 85° C (pour augmenter la solubilité du sucre) pour donner « un sirop de refonte » (**Rachedi, 2002**).

Le sirop de refonte obtenu est acheminé vers des séparateurs (tamiseuses) afin de débarrasser le sirop de refonte des déchets grossiers qui sont recueillis dans un bac à déchets.

I.4.2. Section 02 : Carbonatation

La carbonatation a été proposée en sucrerie de betteraves par Perier et Posez, elle provoque dans un jus un précipité de carbonate de chaux, ce dernier va enrober les matières colorantes et les gommages (**Hugot, 1987**).

La réaction est alcaline, et fournit ainsi un complément de clarification notable. Le précipité formé est granuleux et se filtre aisément, comme le montre la réaction suivante ;



La chaux, sous l'action de gaz carbonique, se transforme en carbonate de calcium et piège les impuretés responsables de la couleur (**Decloux et al, 1999**).

a. Préparation du lait de chaux

Le lait de chaux est constitué d'un mélange de chaux industrielle et du petit jus provenant de la filtration (**Rachedi, 2002**).

Le petit jus est utilisé car la chaux se dissout plus facilement dans une eau sucrée afin d'augmenter sa solubilité et de minimiser la quantité d'eau dans le procès (**Rachedi, 2002**).

La chaux est mélangée modérément avec le petit jus, le mélange est homogénéisé et agité afin d'éviter la décantation de la chaux (**Rachedi, 2002**).

Le sirop obtenu est mélangé au lait de chaux dans des réacteurs de carbonatation, à ce niveau, il est appelé « jus chaulé » (**Decloux et al, 1999**).

b. Procès de la carbonatation

Le procédé de la carbonatation est présenté dans le **Tableau II** :

Tableau II : Les principes réactions résumant le cycle de la chaux.

Préparation de lait de chaux	$\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2 + 159 \text{ Kcal}$	Lait De chaux
Chaulage	Saccharose + lait de chaux	Saccharate de chaux
1 ^{ère} et 2 ^{ème} carbonatations	Saccharate de chaux + CO_2	CaCO_3 + Saccharose + $\text{H}_2\text{O} + 276 \text{ Kcal}$

Le sirop chaulé est envoyé vers la première chaudière pour subir « la première carbonatation ».

Le gaz carbonique est pompé avec un débit régulé par une vanne jusqu'à avoir un pH= 11, le produit est renvoyé dans la deuxième chaudière pour subir « la deuxième carbonatation ».

Le sirop carbonaté sort avec un pH d'environ 8 et à une température de 90 °C vers la troisième section (**Rachedi, 2002**).

c. Mécanisme de l'épuration calco-carbonique

L'épuration du jus est assurée grâce à quatre types de réactions dont certaines sont encore mal connues.

c.1. Précipitation

Cette réaction est due généralement aux ions Ca^{++} qui se complexent avec certains acides tels que l'acide carbonique, l'acide oxalique, l'acide citrique, etc., en donnant un précipité sous forme de sels insolubles (**Burzawa, 1999**).

c.2.Coagulation - floculation

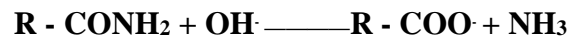
Le sirop de refonte comporte des molécules à très haut poids moléculaire comme les protéines, les pectines, etc.

En milieu légèrement acide, elles sont sous forme colloïdale présentant à la surface des charges négatives qui, par répulsion, maintiendront la dispersion des particules.

Le principe de la floculation est donc de supprimer ces forces répulsives par ajout d'un cation polyvalent comme le Ca^{++} . À un pH donné, il va annuler les charges électriques et assurer la Co-précipitation. (**Burzawa, 1999**).

c.3.Dégradation

La dégradation des substances azotées sous l'action des ions OH^- , aboutit au dégagement d'ammoniac et à la formation simultanée d'un sel de calcium insoluble selon la réaction suivante. (**Burzawa, 1999**) :



c.4.Adsorption

Cette réaction a lieu au moment de la formation des cristaux de carbonate (CaCO_3). Le carbonate naissant comporte des charges positives permettant la fixation (adsorption) des particules portant des charges négatives comme les colorants, dénommés « Produits de Dégradation Alcaline d'Hexoses » (PDAH), et certains sels de calcium et des acides organiques solubles (**Burzawa, 1999**).

I.4.3.Section 03 : Filtration

Le but de la filtration est d'éliminer le carbonate de calcium en suspension dans le sirop carbonaté et de récupérer le petit jus. Le sirop carbonaté passe à travers des filtres à bougies, le liquide sort du support filtrant tandis que les particules sont arrêtées.

Les particules déposées finissent par former une pré-couche, qui au fur et à mesure que la filtration avance, se transforme en un "gâteau" dont l'épaisseur va en croissant.

Au fil du temps, la vitesse de filtration diminue sous l'effet de l'augmentation des pertes de charge, ainsi le filtre passe en vidange pour renouveler la filtration (**Rachedi, 2002**).

Le sirop carbonaté arrive au niveau du tank pour la filtration. Une circulation de vapeur d'eau permet la vidange de la pré-couche, une fois formée. Cette dernière est par la suite vidangée. Une fois le filtre vidangé, la boue résultante contenant du sucre résiduel passe dans le filtre à presse.

Les éléments du filtre sont des plaques carrées en plastique portant des cannelures sur chaque face (**Rachedi, 2002**).

I.4.4.Section 04 : Décoloration

De façon générale, les colorants du sucre sont des macromolécules ayant un comportement d'acides faibles. Ils se présentent sous la forme de longues chaînes carbonées hydrophobes et possédant une extrémité hydrophile au niveau de leur fonction acide faible (**Theoleyre, 1999**).

En effet, les résines échangeuses d'ions possèdent, outre leurs propriétés d'échange d'ions, de très bonnes propriétés d'adsorption. Les résines anioniques fortement basiques se relèvent plus efficaces sur le sirop de canne. (**Lameloise et Decloux, 2007**).

La régénération se fait avec une saumure alcaline (NaCl 10%, NaOH 0,5%), l'eau quitte la résine par effet d'osmose, entraînant avec elle les composés fixés (**Lameloise et Decloux, 2007**).

I.4.5.Section 05 : Concentration

Avant de cristalliser le sirop est concentré dans un évaporateur, et les vapeurs issues de ce dernier sont récupérées pour les besoins de chauffage durant le processus. (**Bouras, 1998**).

Le jus est ramené à une température d'ébullition afin d'éliminer l'eau, entraînant ainsi sa concentration sous forme d'un sirop entre 60 et 70° brix de saccharose, le sirop initialement à environ 58° brix se retrouve à la sortie du concentrateur de 72° brix.

À la fin de l'évaporation, le sirop de sucre se caractérise par un taux de pureté de 93 %. Ce sirop va entrer dans le processus de cristallisation. Pour cela, il est transvasé dans une cuve sous vide à une pression d'environ 0,2 bar et maintenu à une température inférieure à 80°C (ce qui évite la caramélisation du sirop et permet l'évaporation de l'eau) (**Bouras, 1998**).

I.4.6.Section 06 : Cristallisation

Lorsque le sirop est concentré dans la cuite jusqu'à une certaine viscosité, l'introduction d'une semence (cristaux fins), permet d'amorcer la cristallisation par introduction progressive de sirop. Les cristaux fins de la semence absorbent le saccharose et grossissent jusqu'à atteindre un diamètre suffisant puis la cuite passe en coulée (**Theoleyre, 1999**).

Une fois coulée, la masse cuite passe à travers les turbines pour séparer les cristaux de sucre de l'eau de mer (égout).

Cette étape va permettre l'obtention d'un maximum de cristaux homogènes à partir d'un sirop bien concentré. La cuite permet la cristallisation par évaporation de l'eau. Le sirop y est transformé en masse cuite qui est composée de cristaux et d'eau (**Decoux, Martine, 2003**).

Après essorage dans des turbines obtient un sucre blanc dit de premier jet « R1 », égouts riches et égouts pauvres. L'égout riche va être recyclé et l'égout pauvre est envoyé pour produire « R2 » dit de deuxième jet ainsi de suite.

Le sucre est ensuite évacué, puis il est séché avant d'être conditionné (**Decloux, Martine, 2003**).

La cristallisation est un processus pouvant être influencé par de nombreux paramètres à savoir ; la viscosité, la sursaturation, la température, la pureté et l'agitation (**Pérez, 1995**).

a. Cristallisation des hauts produits (HP)

La cristallisation du saccharose se fait selon une chronique, qui met en jeu deux facteurs : la couleur du sucre et sa pureté. C'est selon ces derniers paramètres qu'on détermine le nombre de jets qu'on doit avoir. Le cas réponde le plus souvent est la cristallisation a trois jets (**Romain et al, 2007**).

b. Cristallisation des bas produits (BP)

La cristallisation des bas produits, s'alimente des égouts issus de la cristallisation (HP), généralement des égouts 3 (**Romain et al, 2007**).

Elle aboutit à « un sucre A » qui est acheminé avec des quantités modérées vers le fondoir (recyclage), et une mélasse qui est une matière première utilisée dans plusieurs secteurs agroalimentaires à savoir :

- Production d'alcool ;
- Alimentation de bétail ;
- Fermentations industrielles ;
- Production de levures.

I.4.7. Section 07 : Séchage et Maturation

Le sucre cristallisé blanc, issu du premier jet, est évacué encore chaud (45 à 60 °C) vers un sécheur, il présente un taux d'humidité de 1%. Subit un séchage pour ramener ce taux à des valeurs comprises entre 0.03 et 0.06% (**Bouras, 1998**).

Au niveau du sécheur, le sucre y circule à co-courant avec de l'air chaud à 91 °C, puis à contre-courant avec de l'air froid sec à 6 °C, pour refroidir le sucre et obtenir un équilibre stable en humidité et température avec l'ambiance environnante (**Mathlouthi, 2004**).

L'air requis pour le séchage doit être sec, chaud et filtré, avec une température de 35 °C. Avec un volume d'air de l'ordre de 1600 m³ par tonne de sucre (**Schrevel, 2001**).

I.4.8. Section 08 : Stockage et Conditionnement

Après séchage, le sucre est tamisé, classé et pesé puis dirigé vers les ateliers de conditionnement où il peut être directement ensaché ou conditionné en morceaux ou stocké en silos. Le sucre destiné au stockage en silo est en apparence sec et fluide, mais la cristallisation du sucre se poursuit au cours des premiers jours de stockage ; s'accompagne d'une libération d'eau qu'il faut éliminer par ventilation des silos (maturation). (**Romain et al, 2007**).

Le temps de maturation du sucre est de 48 heures. Un air conditionné circule à l'intérieur des silos avec un débit de 2500 m³/h en continu, dont le but de maintenir le sucre dans de bonnes conditions de température et d'humidité, et pour que le sucre soit fluide au moment de la vidange des silos (**Rachedi, 2002**).

1/ Stockage de sucre roux



2/ Bac d'eau et Fondeur



3/ Chaulage et Carbonatation



Jus chaulé
pH = 10,5-11



Jus Carbonaté
pH = 7-10

Jus Décoloré
60° brix



5/ Décoloration

Jus filtré
pH = 8-8,5



4/ Filtration

Jus concentré

73_75° brix

6/ concentration



Sucre blanc
humide

7/ Malaxage et
Cristallisation



9/ Conditionnement



8/ Séchage de sucre

Figure 2 : Procédé de raffinage de sucre roux (CEVITAL).

I.5. Procédé de la décoloration de sucre roux

I.5.1. Principes du procédé

Dans de nombreuses raffineries, la décoloration du sucre est basée sur l'utilisation de résines d'échange d'ions. Les colorants, principalement composés de macromolécules présentant un caractère d'acides faibles, sont fixés sur des résines anioniques sous forme chlorures. Deux mécanismes d'échange ont été identifiés : adsorption, par mécanisme hydrophobe sur la matrice de la résine, et échange d'ions, permutation des acides faibles du sirop avec les ions Cl de la résine. (Marc *et al*, 2016).

La régénération des résines est obtenue par passage d'une saumure basique relativement concentrée. Le pH élevé, 12 à 13, de la saumure favorise l'ionisation des colorants et leur solubilisation. La concentration en sel, 100 g/L intervient pour diminuer les interactions hydrophobes et, par effet osmotique, contraction des résines, l'expulsion de colorants fixés dans la matrice de la résine (Marc *et al*, 2016).

I.5.2. Principaux colorants présents dans le sucre à canne

Les colorants du sucre sont constitués d'un mélange complexe de composés organiques d'origine multiple (Decloux *et al*, 1999).

En sucrerie, la présence des colorants n'est pas très souhaitable. En effet, la production d'un sucre de bonne qualité nécessite l'élimination des colorants susceptibles de se former au cours du procédé sucrier.

I.5.2.1. Les Colorants naturels

Issus de la canne à sucre, ce sont principalement des molécules dérivées des phénols et sont minoritaires en raffinerie (Theoleyre *et al*, 1999). Ils sont caractérisés par une faible masse molaire (Kelly et Brown, 1978).

Ces colorants, qui sont des pigments typiques des plantes, à savoir les flavonoïdes (sont difficiles à éliminer) et les chlorophylles qui sont éliminées par clarification (Smith et Paton, 1985). Les autres molécules colorées de la canne sont constituées par les sucres réducteurs, les acides aminés et d'autres composants phénoliques qui participent à la formation de colorants uniquement lors du procédé de fabrication (Decloux *et al*, 1999).

I.5.3. Les Résines Echangeuses d'Ions (REI)

Un échangeur d'ions est un produit à caractère acide ou basique, solide et insoluble dans l'eau, mais hydraté, c'est-à-dire gonflé d'eau. C'est cette eau dite eau de gonflement ou d'hydratation qui permet aux réactions d'échange d'avoir lieu à l'intérieur de la matrice.

Les REI sont constituées d'un squelette polymérique dont le réseau est tridimensionnel et sur lequel sont fixés des groupements fonctionnels (**Anonyme, 1998**).

I.5.3.1. Différents types de résines

a. Résines échangeuses d'ions anioniques

Les échangeurs anioniques sont fabriqués par traitement du polystyrène réticulé par du chlorométhyl éther éthyle en milieu anhydre et en présence d'un catalyseur (AlCl_3 ou SnCl_4) pour former le polystyrène chlorométhylé. Le chlore du groupe chlorométhylé est ensuite remplacé par une amine primaire, secondaire ou tertiaire. La forme hydroxyde de la résine est obtenue par échange des ions chlorures dans une solution concentrée d'hydroxyde de sodium (**Anonyme, 1998**).

b. Résines échangeuses d'ions cationique

Il existe deux types de REI cationiques : les résines cationiques faiblement acides et les résines cationiques fortement acides.

Les faiblement acides peuvent être fabriquées à partir d'un squelette polyacrylique hydrolysé en présence de soude (NaOH) ou d'acide sulfurique (H_2SO_4) pour former un groupement fonctionnel de type acide carboxylique. (**Anonyme, 1998**).

Les résines cationiques fortement acides, les plus couramment utilisées, sont des sulfonâtes de polystyrène obtenus par traitement du polystyrène réticuler avec de l'acide sulfurique ou sulfochlorique.

Ces résines peuvent cependant exister sous forme saline, obtenue par échange du proton de leur groupement fonctionnel avec le contre ion correspondant. Par exemple, la forme Na^+ est obtenue par Traitement de la résine avec une solution de NaCl (**Anonyme, 1998**).

I.5.3.2. Mécanisme d'action de la résine

Deux mécanismes interviennent dans la décoloration :

- Interaction hydrophobe entre les chaînes carbonées de polymère et du colorant. Il s'agit de liaisons faibles (adsorption physique) ;

- Echange d'ions, ou échange entre les ions Cl^- initialement fixés sur la résine et les acides organiques (colorants) présents dans la solution à traiter.

I.5.4. Elaboration du charbon actif

A. Matières premières

La fabrication du charbon actif passe nécessairement par l'identification et le choix de la matière première. Les matières premières peuvent, obtenues à partir d'un grand nombre de matériaux contenant le carbone d'origine végétale, animale ou minérale.

- **Origine végétale**

Il existe une multitude de produits d'origine végétale qui peuvent intervenir dans la synthèse des charbons actifs et sous différentes formes variées :

Déchets agricoles non utilisables exemple : Noyaux de fruit, coque de noix de coco, bagasse de canne à sucre, Paille et enveloppes de céréales. Arbre sous forme de copeaux ou de sciure de bois.

- **Origine animale**

Les charbons activés sont essentiellement obtenus, à partir d'ossements d'animaux, mais aussi à partir de leur sang voire de leur chair.

- **Origine minérale**

Les charbons actifs sont obtenus en grande majorité à partir de matériaux Combustibles comme le charbon minéral (houille, coke) ou la tourbe (**Valix, 2006**).

B. Activation du charbon actif

Deux procédés d'activation peuvent être rencontrés pour la fabrication des charbons actifs.

B.1. L'activation physique

L'activation physique consiste en une oxydation du charbon à haute température (800 à 1000°C) à l'aide d'un agent faiblement oxydant pendant 24 à 72 heures. Les réactifs gazeux principalement utilisés sont l'air, la vapeur d'eau ainsi que le dioxyde de carbone. Tous ces gaz peuvent être employés seul ou en un mélange.

Le contrôle de la température est un paramètre important car au-dessus de 1000°C, la réaction engendre une dégradation du matériau (**Ahmadpour, 1996**).

B.2. L'activation chimique

Contrairement à l'activation physique, l'activation chimique est classiquement réalisée simultanément avec l'étape de carbonisation en présence de catalyseurs d'oxydation tels que l'acide phosphorique, l'acide sulfurique, le sulfure de potassium, le chlorure de zinc, des sels de cuivre ou la potasse (**Ahmadpour, 1996**).

Cette partie a pour objectif de présenter les matériels et produits utilisés dans le cadre de cette étude, ainsi exposer les différentes méthodes d'analyses et les protocoles expérimentaux qui seront suivies des résultats et d'interprétations.

II.1. Matériels et produits utilisés

a. Matériels

Les différents matériels et solutions utilisés durant l'étude sont récapitulés dans le **tableau III** :

Tableau III : liste des matériels et solutions utilisés.

Matériels	Solutions
<ul style="list-style-type: none"> -Un saccharimètre de paillasse (pour la mesure du brix), model : RFM 340 ; -Un spectrophotomètre (pour la mesure de l'absorbance), de marque ELIOS ; -Un diluteur mené d'une balance de précision (pour la réalisation des dilutions) ; -Un pH mètre (pour la mesure des pH des différentes solutions), de marque HANNA instruments ; - Un polarimètre (pour la mesure de la polarisation), de marque POLASER-S ; -Un agitateur magnétique, de marque VELP ; - Des béchers (pour la manipulation) - Une balance de précision, de marque SARTORIUS CP4201 ; - Une pompe à vide ; - Un papier filtre de 0,45 μm et des filtres plissés standard ; - Les pots en plastiques de 500 ml pour la réalisation des différents prélèvements ; - Des ordinateurs menés d'un logiciel CLEOPATRE. 	<ul style="list-style-type: none"> -HCl à 0,1 N ; -NaOH à 0,1 N ; -Des solutions tampons 7 et 10 ; -Une eau osmosée et filtrée.

b. produits

b.1. Le sirop de sucre (sirop Filtré) : L'échantillon a été fourni par la raffinerie de sucre CEVITAL. L'échantillon a été prélevé après filtration.

Les propriétés initiales de l'échantillon prélevé sont représentées sur le **Tableau IV** :

Tableau IV : les propriétés initiales du sirop filtré.

Propriétés	densité	Coloration (ICUMSA)	Taux de polarité (%)	Pureté (%)
Valeur	1,246	667	55,80	99,61

b.2. Caractéristiques générales du charbon actif NORIT :

Charbon actif fournit par l'unité sucre liquide au niveau du complexe CEVITAL, ses caractéristiques générales sont présentées dans le **tableau V** :

Tableau V : caractéristiques générales du charbon actif NORIT.

Indice de mélasse (EUR)	260
Adsorption de bleu de méthylène	17 g/100 g
Surface total(B.E.T)	1100 m ² /g
Densité apparente (tassé)	470 kg/m ³
Granulométrie	5 µg
Teneur en cendre	7% massique
pH	Neutral
Humidité (au conditionnement)	3% massique

II.2. Méthodes d'analyses effectuées

Le travail consiste à suivre l'ensemble des analyses physico-chimique effectuées sur les différents échantillons de sirop de sucre (sirop filtré et sirop décoloré) et sucre roux, en se basant essentiellement sur l'évolution de ces paramètres analytiques des échantillons tout au long du procédé de production, en appréciant aussi le rôle des résines et du charbon actif (Norit).

Tout en traitant un échantillon du sirop de sucre (Sirop filtré) avec le charbon actif (Norit) et suivre son pouvoir adsorbant sur l'évolution de la couleur du sirop de sucre filtré.

II.2.1. Echantillonnage et prélèvement

Les échantillons sont prélevés au niveau des différentes sections de l'atelier de production.

Le tableau VI résume les types de sirop analysé ainsi les paramètres étudiés :

Tableau VI : Echantillons prélevés de différentes sections et les paramètres étudiés.

L'échantillon	Paramètres étudiés
Sirop filtré	Brix-pureté -polarité-couleur
Sirop décoloré	Brix-pureté -polarité-couleur
Sucre roux	Couleur

II.2.2. Paramètres analytiques suivis dans le complexe CEVITAL

CEVITAL utilise dans ses méthodes d'analyses **ICUMSA** (commission internationale des méthodes uniformes d'analyse du sucre) qui est un organisme mondial qui rassemble les activités des comités nationaux pour l'analyse du sucre dans plus de trente pays membres (**Anonyme, 2016**).

II.2.2.1. Mesure de la matière sèche totale (°brix)

Le °brix est une unité de densité pour des solutions de saccharose, les degrés brix sont numériquement équivalents aux masses de sucre exprimées en grammes pour cent grammes de solution.

La détermination de la teneur en matière sèche (MS) de sirop de sucre est réalisée par la mesure de l'indice de réfraction au moyen d'un réfractomètre thermostaté à 20 °C.

La formule (1), indique comment calculer le °brix :

$$\text{Brix} = \text{la valeur lu sur le refractomètre} \times \text{la dilution} \dots \dots \dots (1)$$



Figure 03 : Refractomètre



Figure 04 : Diluteur mené d'une balance de précision

II.2.2.2. Mesure de la polarisation

Principe de la polarimétrie

La rotation optique d'une solution du sucre déterminée par polarimétrie, est l'effet produit par sa teneur en saccharose optiquement actif.

Une solution de sucre est composée de matières sèches (MS) et d'eau (E). Ces matières sèches contiennent des sucres (S) et des non sucres (NS). La formule (2) montre la composition des matières sèches et la formule (3) indique la composition de la quantité de solution :

$$MS = S + NS \dots \dots \dots (2)$$

$$\text{Quantité de solution (g)} = m(S) + m(NS) + m(E) \dots \dots \dots (3)$$

La polarisation est le rapport entre la quantité de sucre contenue dans la solution et la quantité de solution. Elle est généralement exprimée en pourcentage (la formule 4) :

$$\text{Polarisation (\%)} = [\text{Quantité de sucre} / \text{Quantité de solution}] \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

La teneur en saccharose (Polarisation) a été déterminée par polarimétrie.

À partir de la solution précédemment préparé, verser un certain volume dans le polarimètre et lire la polarisation. La formule (5) indique comment calculer la polarimétrie en pourcentage :

$$\text{Pol}\% = 0,26 \times \text{la lecture au refractomètre} \times \text{dilution} \dots \dots (5)$$



Figure 05 : Polarimètre

II.2.2.3. Mesure de la pureté

Tous les produits sucrés en cours de travail dans l'usine contiennent de l'eau et une certaine proportion de matières sèches solubles, le plus souvent en solution. Ces matières sèches sont constituées par du saccharose d'une part, et d'autres part des impuretés diverses que l'on englobe sous le terme de non-sucre.

On appelle la pureté d'un produit le rapport de la polarisation (%) sur le brix (%), qui est indiqué dans la formule (6) :

$$\text{Pureté} = [\text{polarisation}(\%) / \text{le brix}(\%)] \times 100 \dots \dots (6)$$

Préparer une dilution 1/5 à partir de l'échantillon à analyser; Laisser agiter jusqu'à l'homogénéisation de la solution; on mesure le Brix de l'échantillon ainsi que la polarisation.

II.2.2.4. Mesure de la couleur

La mesure de la coloration en solution est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre UV/ Visible. Les mesures se font à une longueur d'onde de 420 nm.

Principe de la spectrophotométrie UV/Visible

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance d'une substance chimique donnée présente en solution. Elle est basée sur la diminution de l'intensité lumineuse d'un faisceau monochromatique qui traverse la solution à analyser. Pour la détermination de la coloration des sucres blancs et d'autres produits sucrés, L'ICUMSA a officiellement adopté la méthode de mesure à la longueur d'onde fixe de 420 nm.

Expression des résultats

La couleur est mesurée comme dans la formule (7)

$$\text{Couleur(ICUMSA)} = (1000\text{Abs}) \div (\mathbf{b} \cdot \mathbf{c}) \dots\dots(7)$$

Abs : Absorbance de la solution à 420 nm ;

b : Epaisseur (1 cm) de la cellule ;

c : Concentration (g/ml) de la solution de sucre.

Le taux de décoloration qui est un critère d'efficacité du traitement de décoloration, est donné par l'équation (8):

$$\mathbf{T_{d\acute{e}c} (\%)} = (\mathbf{1 - col_t / col_{nt}}) \mathbf{100} \dots\dots(8)$$

Avec

T_{déc} : Le taux de décoloration ;

Col_{nt} : La coloration du sirop de sucre non traité ;

Col_t : La coloration du sirop de sucre traité.

II.2.3. Cinétiques de décoloration de sirop de sucre (sirop filtré)

a. Durée de contact de Norit

Charbon actif Norit (04 g) est introduit dans 20 ml de sirop filtré et maintenu à l'air libre et sous agitation magnétique pendant des durées fixées à 30, 45, 60, 90, 105, 120 min.

b. Rapport de masse de Norit (g) / volume de sirop (ml)

Cette analyse permet de savoir l'influence de la masse de Norit sur la décoloration du sirop filtré. Les rapports étudiés sont 0,1 ; 0,15 ; 0,2 ; 0,25 et 0,30 g de Norit.

c. Effet de la température

Cette analyse permet d'étudier l'effet de la température de chauffage sur la décoloration de sirop de sucre mélangé avec une masse connue de Norit.

II.2.4. Mode opératoire

Toutes les expériences sont réalisées sous une agitation à 175 tr/min.

II.2.4.1. Temps de contact

Prendre 20 ml du sirop filtré puis ajouter des quantités différentes de NORIT. A la fin, les suspensions sont filtrées avec des filtres de 0,45 μm , Après avoir mesuré l'absorbance et la polarité, le meilleur résultat obtenu sera gardée pour la suite de l'étude.

II.4.2.2. Rapport de masse de Norit (g) / volume de sirop (ml)

Prendre 20 ml du sirop filtré; ajouter des quantités différentes de NORIT puis agiter pendant une heure.

A la fin, les suspensions sont filtrées avec des filtres de 0,45 μm , Après avoir mesuré l'absorbance et la polarité, la meilleure valeur obtenue sera gardée pour la suite du travail.

.4.3. Effet de la température

Prendre 20 ml du sirop filtré ; ajouter 0,30 g du charbon puis chauffer et agiter pendant une heure à des températures différentes (40, 50, 60 °C).

1. Résultats des paramètres analytiques suivis (SF, SD₁, SD₂)

Au cours du stage effectué au niveau de la raffinerie de sucre CEVITAL, les résultats donnés par cette dernière sont exposés pour chacun des paramètres physico-chimiques (le brix, la polarisation, la coloration, la pureté et le pH), dans le but d'évaluer sa qualité. Dans cette partie du travail, les résultats après mesure de chaque paramètre sont exprimés en fonction du temps (durée de notre stage) par des graphiques qui seront interpréter immédiatement en se référant aux normes du sirop.

On doit d'abord mentionner les Normes réglementaire pour les sirops SF, SD₁, SD₂ au niveau CEVITAL dans le **tableau VII**.

Tableau VII : Normes réglementaires des sirops de sucre au niveau de CEVITAL.

Sirops	SF	SD ₁	SD ₂
Brix	60-63	60-63	60-63
Couleur	600	250	250
Pureté	98,5	98,5	98,5
pH	8-8,5	7-8,5	7-8,5

1.1..Evolution du brix en fonction du temps

Les résultats de l'évolution du brix en fonction du temps sont montrés dans la figure 06 :

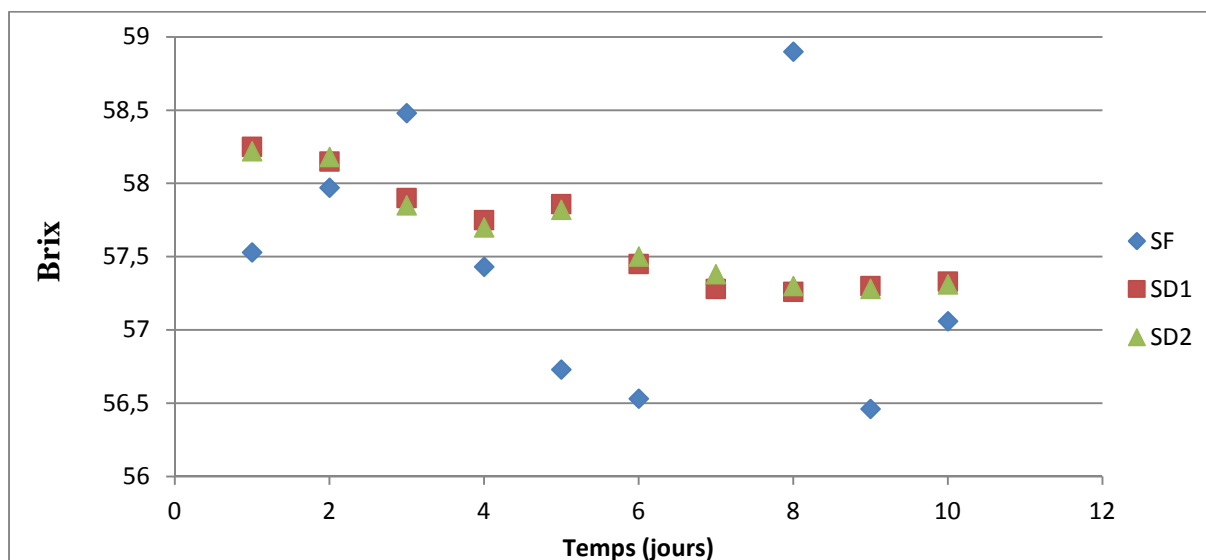


Figure 06 : Evolution du brix en fonction du temps.

Pour les composés de SF, SD₁, SD₂, les résultats du graphe illustré dans la **figure 06** montrent que les valeurs du brix du Sirop Filtré (SF), du Sirop Décoloré 1 (SD₁) et 2 (SD₂) sont tous inférieurs aux normes exigées par les normes internationales et le complexe CEVITAL.

Ces résultats sont dues probablement au prélèvement des échantillons avant l'étape de concentration et cristallisation.

1.2. Evolution de la couleur en fonction du temps

Les résultats de l'évolution de la couleur en fonction du temps sont illustrés dans le graphe de la figure 07 :

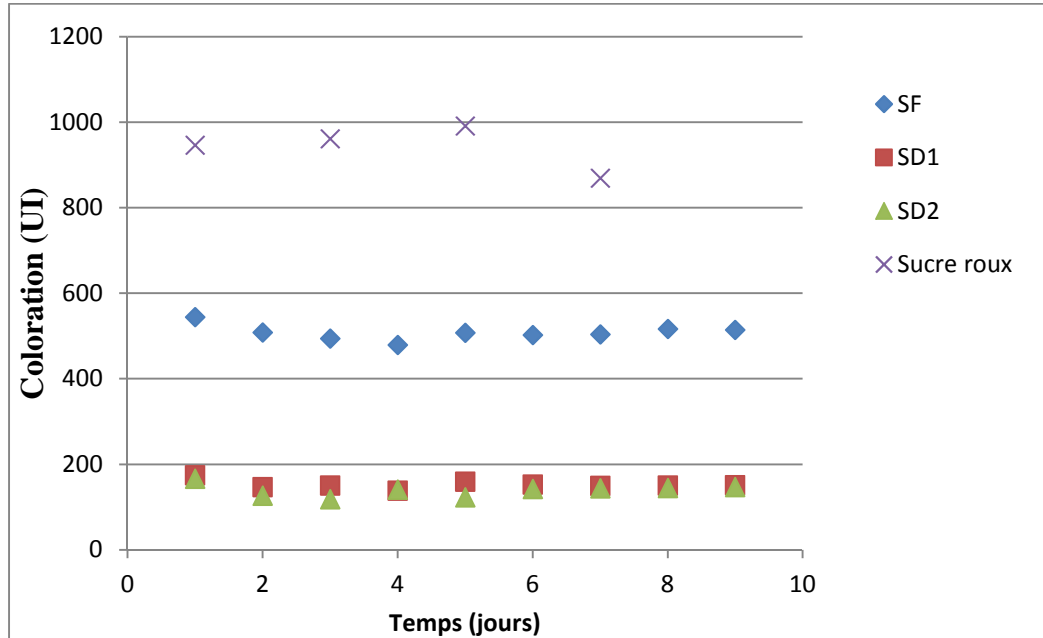


Figure 07 : Evolution de la couleur en fonction du temps.

L'allure des graphiques de la **figure 07** montrent que :

Les valeurs de sucre roux sont dues aux impuretés qui se trouvent dans le sucre, elles sont entre 870 et 992 (UI). Plus y a des impuretés plus la couleur est importante. Les valeurs de la couleur du SF évoluent aléatoirement en fonction du temps et répondent aux normes exigées.

Ces valeurs sont dues à :

- Stabilité de la carbonatation qui influence positivement sur la couleur ;
- Un démarrage progressif de l'unité de filtration et l'arrivée d'un sirop carbonaté, fournie par la section de carbonatation, pourvu d'une couleur moins élevée ;
- Bonne filtration qui nous donne un sirop filtré répandant aux normes.

Les valeurs de la couleur SD₁ et SD₂ répondent aux normes grâce à la bonne décoloration dans les deux colonnes avec un temps de séjour assez suffisant.

1.3. Evolution de taux de décoloration en fonction du temps

Les résultats de l'évolution de taux de décoloration en fonction du temps sont montrés dans la figure 08 :

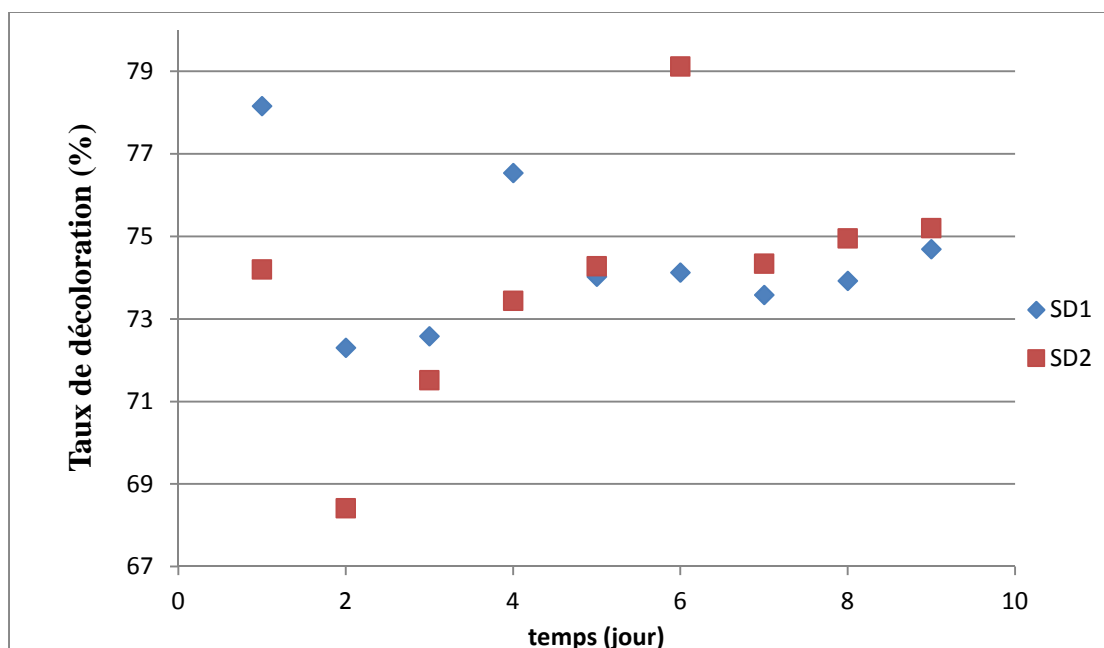


Figure 08 : Evolution de taux de décoloration en fonction du temps.

Selon **Theoleyre, 1999** ; taux de décoloration moyen par cycle du raffinage varie entre 80 et 85%. Les résultats de la figure 08 montrent que :

- Pour le Sirop décoloré 1 SD1 : l'allure de son graphe illustre une instabilité dans les valeurs

du taux de décoloration de SD1 dans le 1^{er} jusqu'au 4^{ème} jour et une stabilité à partir du 5^{ème} jour. Les valeurs des taux de décolorations sont entre 72,3 et 78,16.

Ces valeurs sont très inférieures par rapport au taux estimé qui est de 80% environ.

- Pour le Sirop décoloré 2 SD2 : l'allure de la courbe correspondante montre une instabilité des taux de décolorations entre le 1^{er} jour et le 6^{ème} jour (79,12%), les résultats sont également au-dessus de la norme.

Ces larges variations dans le taux de décoloration pour les deux sirops sont probablement dues :

- A l'âge des résines (non régénéré) qui sont saturées ;
- Au temps de séjour du sirop à l'intérieure des colonnes de résines qui sont trop court.
- Aux pertes de charge (colmatage des résines par des matières en suspension, mauvaise filtration du sirop en amont de colonnes ou de l'eau de régénération ou de la saumure).

1.4. Evolution de la pureté en fonction du temps

Les résultats de de l'évolution de la pureté en fonction du temps sont illustrés dans la figure 9 :

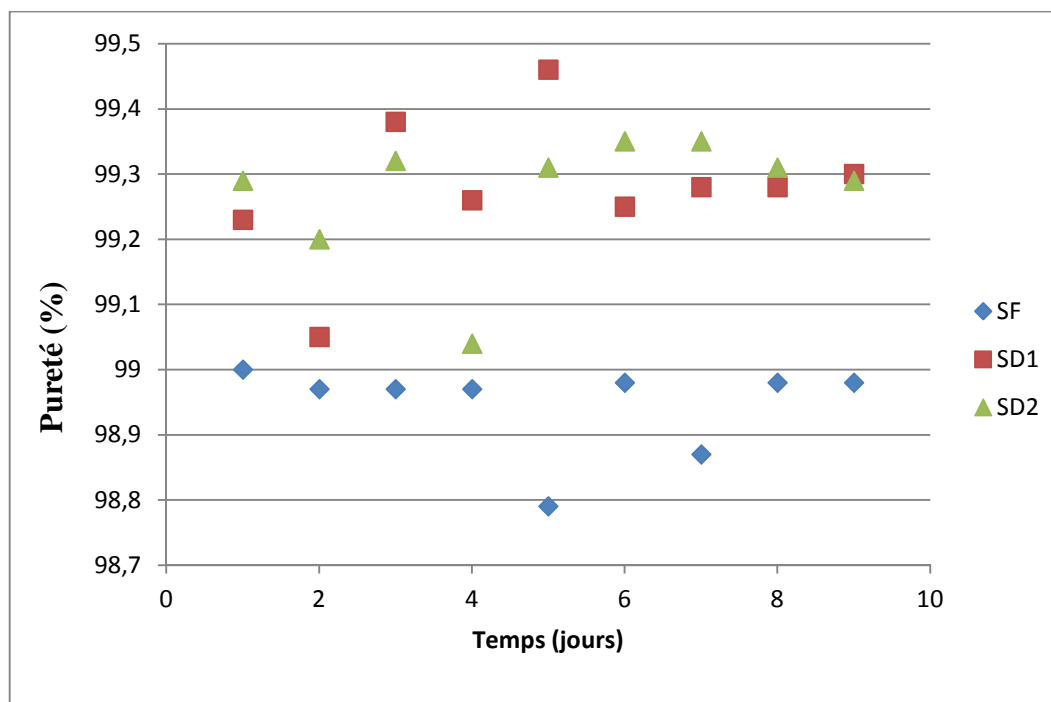


Figure 9 : Evolution de la pureté en fonction du temps.

D'après la norme de la pureté (98,5%) on remarque dans la **figure 9**, tous les résultats sont dans les normes. Ce qui confirme que le sucre produit par le complexe CEVITAL est de bonne qualité.

La pureté du sirop de sucre est reliée directement à la polarisation et au brix, (pureté = polarisation/ Brix).

Donc plus les deux valeurs seront proche plus le rapport polarisation/brix nous donne des résultats plus importants.

1.5. Evolution de pH en fonction du temps

Les résultats de l'évolution du pH en fonction du temps sont montrés dans la figure 10 :

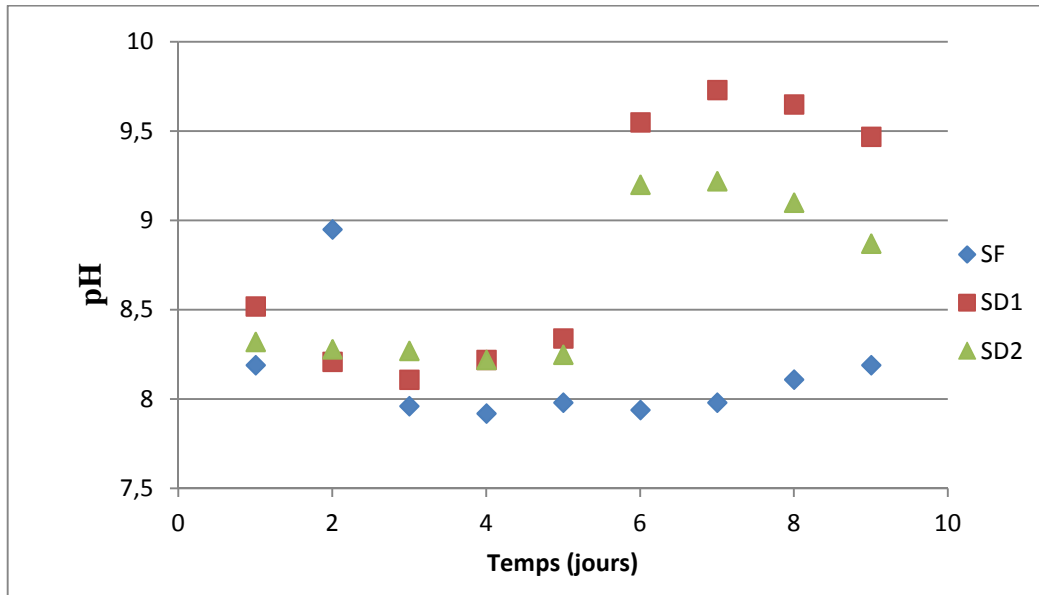


Figure 10 : Evolution de pH en fonction de temps.

Pour le SF, on remarque que les valeurs du pH augmentent dans le 2^{ème} jour par rapport aux normes, mais on remarque une stabilité à partir du 3^{ème} jour.

L'élévation du pH est due à une mauvaise carbonatation, donc à un manque de CO₂ injecté. Pour les sirops SD₁ et SD₂, on remarque que le pH dépasse les normes pour les 5, 6, 7, 8, 9 et 10^{ème} jours.

L'élévation du pH du SD₁ et du SD₂ a sûrement une relation avec le mauvais fonctionnement des résines.

2. Procédé de décoloration du sirop de sucre (sirop filtré)

Cette partie de notre travail regroupe les résultats obtenus au niveau du laboratoire de l'unité 3 000 tonnes au niveau de CEVITAL. Le travail porte sur des tests de l'efficacité du charbon actif sur la décoloration d'un sirop filtré qui nous a été fourni par l'unité pour les besoins des tests.

Le charbon actif de marque NORIT est un charbon utilisé dans l'unité de sucre liquide dans le complexe CEVITAL pour la désodorisation du sucre liquide, il nous a été également fourni par l'unité pour les besoins des tests.

Les cinétiques de décoloration de sirop de sucre étudiées :

- Influence de temps de contact ;
- Influence de rapport masse/volume de sirop ;
- Influence de la température du milieu.

2.1. Influence de temps de contact

Notre étude de l'influence du temps de contact sur le charbon actif a été réalisée par la mise en contact d'une masse de 0,14 g de NORIT avec 20 ml du sirop filtré, pendant des temps allant de 30 à 120 min.

Le meilleur temps de contact est maintenu pour la suite du travail.

2.1.1. Evolution de la couleur du sirop décoloré

Les valeurs de l'évolution de la couleur du sirop décoloré sont illustrées dans le graphique de la figure 11 :

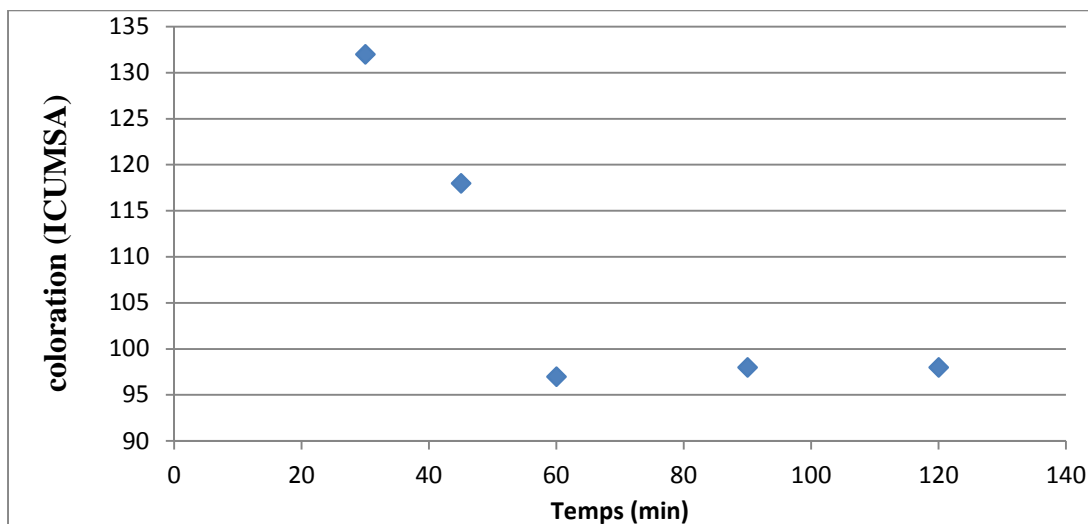


Figure 11 : Evolution de la couleur du sirop décoloré en fonction du temps.

Les résultats obtenus montrent bien un changement de coloration, comme le montre le graphique de la **figure 11**. En effet, la coloration du sirop de sucre diminue jusqu'à 98 ICUMSA après un temps de contact de 60 minutes. C'est le temps nécessaire pour que le matériau de NORIT adsorbe la majorité des matières colorantes présente dans le sirop, au

delà de 60 min, on remarque une légère stabilité dans la valeur de la coloration ce qui fait que si on persiste, on perd du temps et de l'énergie.

C'est la raison pour laquelle on a choisis comme valeur maximale un temps de contact de 60 min pour la poursuite de notre travail.

2.1.2. Evolution de Taux de décoloration de sirop de sucre décoloré

Les valeurs de l'évolution de taux de décoloration de sirop de sucre filtré sont montrées dans la figure 12 :

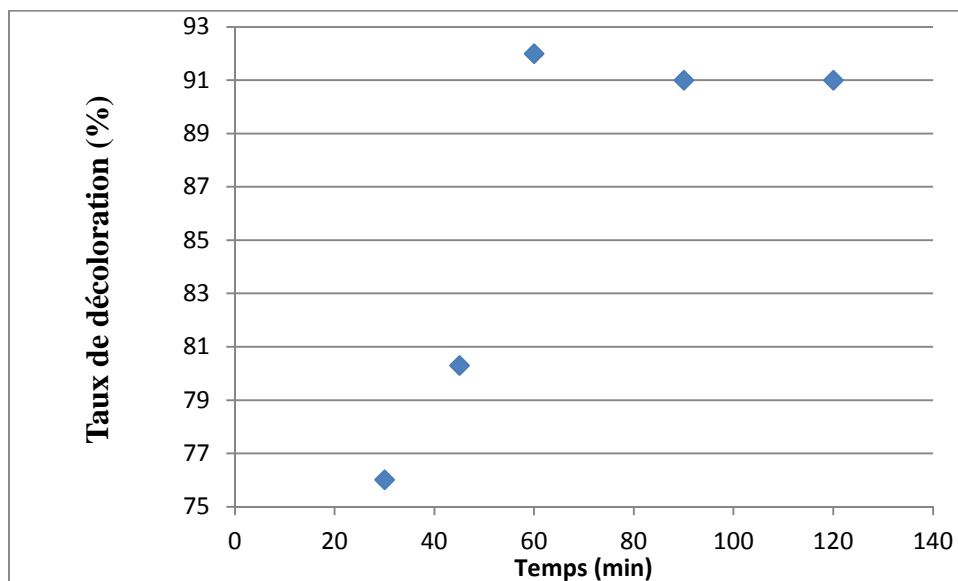


Figure 12 : Evolution de taux de décoloration de sirop de sucre filtré en fonction du temps.

Les résultats de la **figure 12**, montrent que les valeurs du taux de décoloration augmentent jusqu'à une valeur maximale de 92% correspondant à 60 minute de temps de contact et se stabilise malgré l'augmentation du temps de contact. Ceci exprime les mêmes observations décrites précédemment dans la figure 11.

2.2. Influence de la masse Norit

Après avoir fixé le temps de contact à 60 min, on prépare des solutions du sirop en variant la masse de NORIT de 0,1 à 0,3 g pour des volumes de sirop de 20 ml. Le meilleur résultat obtenu est la valeur qui sera gardé pour la suite de l'étude.

2.2.1. Effet de masse (NORIT) sur la coloration du sirop de sucre filtré

Les valeurs de l'effet de masse sur la décoloration du sirop de sucre filtré, sont montrées dans la figure 13 :

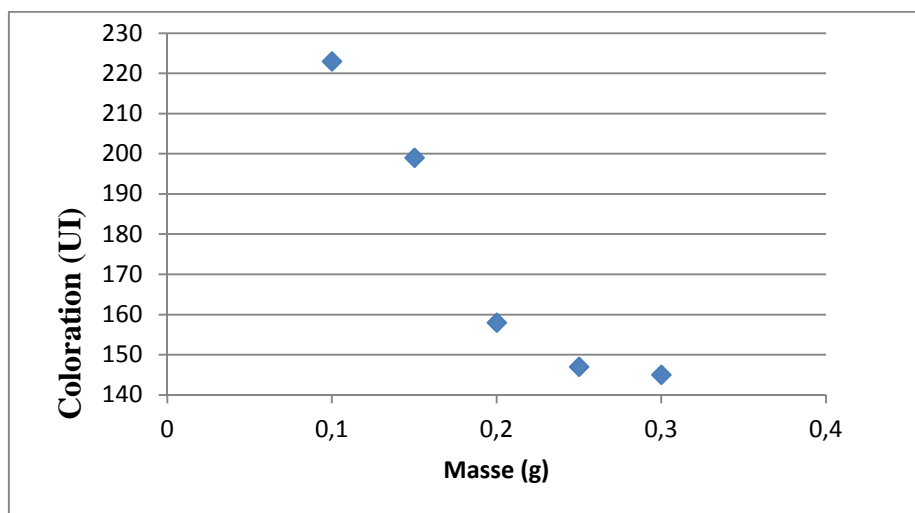


Figure 13 : Effet de masse (NORIT) sur la coloration du sirop de sucre filtré.

D'après la **Figure 13**, on remarque que la décoloration s'améliore en fonction de la masse de NORIT. Il est évident que l'augmentation de la masse d'adsorbant augmente le nombre de site d'adsorption et par conséquent la surface d'adsorption.

Les résultats de la **Figure 13** montrent que la coloration diminue et atteint des valeurs relativement stables avec des masses de NORIT de 0,30 g. Pour cette raison on a pris la masse de 0,30 g pour 20 ml de sirop pour la suite de notre travail.

2.2.2. Effet de masse (NORIT) sur le taux de décoloration du sirop de sucre filtré

Les valeurs de l'effet de masse (NORIT) sur le taux de décoloration du sirop de sucre filtré, sont introduites dans la figure 14 :

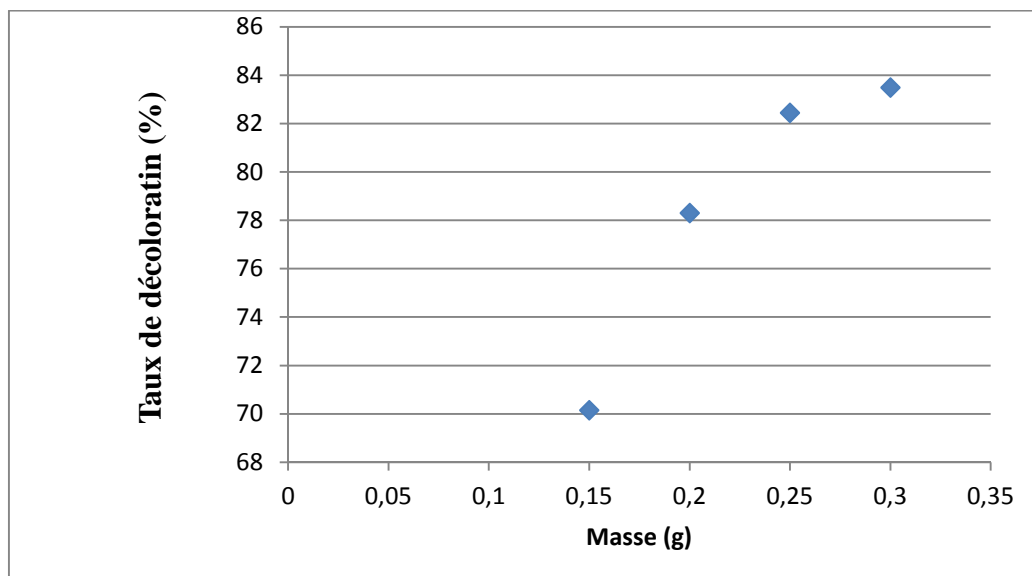


Figure 14 : Effet de masse (NORIT) sur le taux de décoloration du sirop de sucre filtré.

Les résultats de la **figure 14** montrent que les valeurs du taux de décoloration augmentent jusqu'à une valeur maximale de 83,5 % correspondant à 0,30 g. Ceci exprime les mêmes observations décrites précédemment dans la figure 13.

2.3. Influence de la température sur la décoloration du sirop de sucre

L'effet de la température sur le pouvoir décolorant de NORIT a été étudié, en maintenant constant le temps de contact constant (60 min) et la masse de NORIT (0,3 g) pour un volume de sirop de 20 ml et en fixant les valeurs des températures du milieu à 40, à 50 et 60 °C, et avec une agitation pendant 60 min.

2.3.1. Effet de la température sur la coloration du sirop de sucre décoloré

Les valeurs de l'effet de température sur la décoloration du sirop de sucre filtré, sont indiquées dans la figure 15 :

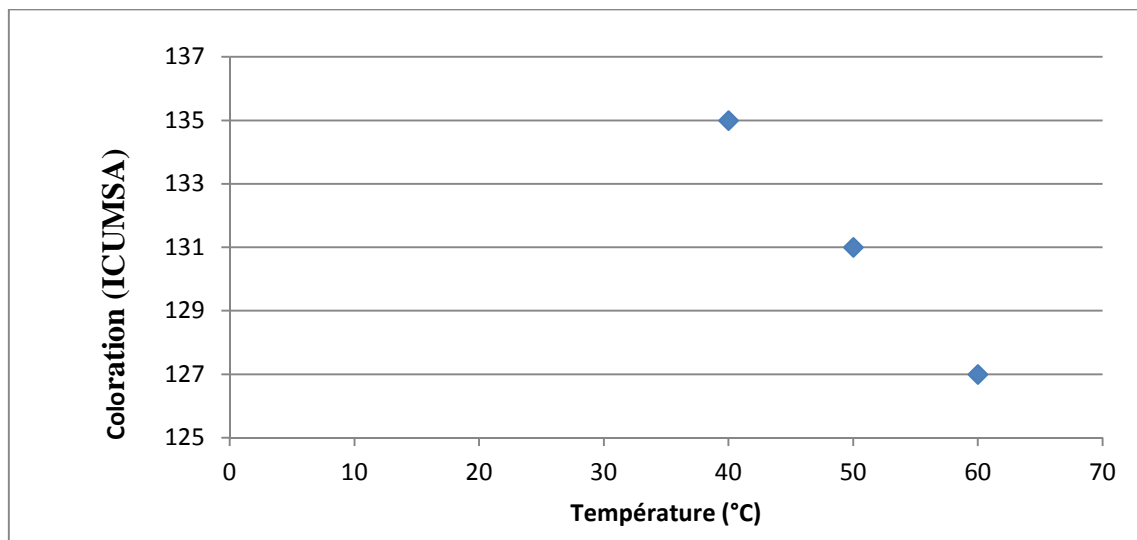


Figure 15 : Effet de la température sur la décoloration du sirop de sucre filtré.

La courbe représentée sur la figure 15 nous montre que lorsque la température augmente, les valeurs de la coloration du sirop diminuent. Il est connu que la température influence sur le phénomène d'adsorption.

Dans notre cas l'augmentation de la température a un effet positif c'est-à-dire elle augmente la capacités d'adsorption de notre matériau.

2.3.2. Effet de température sur le taux de décoloration du sirop de sucre filtré.

Les valeurs de l'effet de température sur le taux de décoloration du sirop de sucre filtré, sont montrées dans la figure 16 :

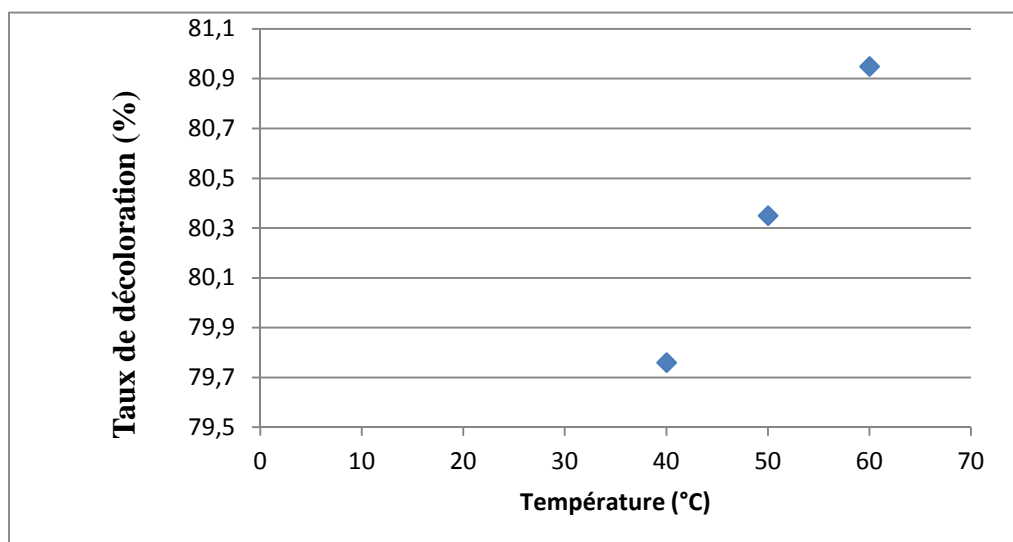


Figure 16 : Effet de température sur le taux de décoloration du sirop de sucre filtré.

Les résultats de la **figure 16** montrent que l'augmentation de la température de 40 à 60 °C a pour conséquence une augmentation du taux de décoloration. Cette augmentation est beaucoup plus prononcée pour une température de 60 °C avec un taux de décoloration de 81.35 %, correspondant à une couleur de 127 UI.

Ce résultat peut être interprété par, le fait qu'aux températures élevées la viscosité du sirop de sucre diminue, ce qui facilite le phénomène d'adsorptions.

Conclusion

Ce travail permet d'une part, d'évaluer la qualité du sucre roux produit par CEVITAL en suivant l'évolution des différents paramètres physico-chimiques au cours du procédé, et d'autre part de tester l'application du charbon actif (NORIT) dans la décoloration du sirop de sucre pour éventuellement substituer l'utilisation de la résine dans l'étape de décoloration.

Au terme de ce travail et sur la base des résultats expérimentaux, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

- Le sirop de sucre produit au niveau du complexe CEVITAL est de bonne qualité, du point de vue physico-chimique au vu de la conformité des différents paramètres (le brix, la couleur, le taux de décoloration, la pureté, le pH) avec les normes réglementaire.
- Le taux de décoloration du sirop de sucre par le charbon actif (NORIT) augmente avec l'augmentation de la masse de l'adsorbant pour atteindre le maximum avec une masse de 0,30 g dans 20 ml de sirop de sucre, avec un temps de contact 60 min et une température de 60 °C.

Dans ce travail on a réussi à prouvé l'efficacité du charbon actif NORIT dans la décoloration de sirop de sucre grâce à son pouvoir adsorbant, mais il reste un inconvénient pour l'environnement et ne se régénère pas comme les résines utilisées dans les unités de sucre CEVITAL et il est plus couteux. Ce qui fait que le choix du groupe CEVITAL est un excellent choix économique et écologique.

Annex

Présentation de l'entreprise «CEVITAL »

CEVITAL représente une grande force industrielle et économique africaine, elle est parmi les entreprises Algériennes qui ont vu le jour dès l'entrée de notre pays en économie du marché, elle a été créé par des fonds privés en 1998. Son complexe de production se situe au niveau du port de Bejaia et s'étend sur une superficie de 75000 m². Grâce à cet emplacement stratégique, le complexe occupe une place importante dans l'économie locale et nationale.

CEVITAL contribue largement au développement de l'industrie agroalimentaire nationale, elle vise à s'imposer dans le marché national et international, en offrant une large gamme de produits de qualité. Elle est considérée comme l'un des plus grands complexes agroalimentaires en Algérie. Elle comprend trois grandes unités de production, qui sont :

- La raffinerie d'huile, avec une capacité de production de 1 800 t / jour ;
- La margarinerie et graisses végétales, avec une production de 600 t /jour ;
- Deux raffineries du sucre, avec une capacité de production de 5000 t /jour et une unité de production du sucre liquide, avec une capacité de production de 600 t/jour.

Le complexe travaille avec un effectif de 2 000 employés. Il est considéré comme l'un des meilleurs contribuables du secteur privé à l'échelle nationale.

En outre, le complexe prévoit le lancement d'une unité de production d'aliments de bétail et d'une savonnerie.

Références

- **A.M. Clark et al, 1987** “Cane sugar colorants in processing operations” C.I.T.S.
- **AFISUC, 2002**. Association pour la formation et le perfectionnement dans les industries sucrières (p 1- 15). Cristal.
- **Ahmadpour, D.D.Do, 1996**. The preparation of active carbons from coal by chemical and physical activation. Department of Chemical Engineering, University of Queensland, Brisbane, Qld 4072, Australia.
- **Anonyme, 1998**. Principes de base, Rapport J 2783, Techniques de l'ingénieur.
- **Anonyme, 2016**. MGT (Mayfair Global trading).
Applications récentes et en développement. (p 22) UMR GénIAL. Agro Paris Tech, site de Massy.
- **Arzate A, 2005**. Extraction et raffinage du sucre de canne, Revue de l'ACER (Centre de recherche, de développement et de transfert technologique en acériculture), Saint-Norbert d'Arthabaska.
- **Audar, R. Boulot, B. Gelie, P. Sadikalay, S. 2018**. Espace et mouvement, transformation de l'espace: le sucre de canne (26 pages) .
AVH, 6^{ème} symposium. Reims.
- **Bounie D, 2003**. Cours de technologies industrielles : l'usine agroalimentaire (p42), école polytechnique universitaire de Lille.
- **Bouras A, 1998** Les constituants alimentaires et leur rapport avec la santé. (p272) . Ed.
- **Burzawa E, 1999**. Rappel des bases de l'épuration calco-carbonique (p 1-9). Association collaboration de l'université de Reims.
- **Decloux M., Tatoud L. et Messad A, 1999**. Rétention des impuretés de refonte de sucre roux de canne par filtration tangentielle (p 58-63). Association avh, 6^{ème} symposium, Reims.
- **DECLOUX, Martine, 2003**. Procédés de transformation en sucrerie. In .Techniques de l'ingénieur.
- **DOUCET J, 1992**: Le sucre (saccharose) et ses dérivés traditionnels et nouveaux. In Le sucre, les sucres, les édulcorants et les glucides des charges dans les industries agroalimentaires (MULTON J.L.). (p 258 – 269). Ed. TEC et DOC Lavoisier.
- **Gustave H, 1899**. Les plantes industrielles, troisième édition .Paris
- **Hugot E, 1987**. La sucrerie de canne : carbonatation (738p). Lavoisier, tec & Doc. 3^{ème}
- **Kelly F and Brown D, 1978**. Thermal decomposition and color formation in aqueous sucrose solutions. Sugar Tech (p 48). Reviews.
- **Lameloise L et Decloux M, 2007**. Les membranes en sucrerie et distillerie :
Lavoisier. Ed Tec et Doc.

Références

- Marc-André Theoleyre, Anne Gonin, Dominique Paillat, Florence Lutin, 2016.** Vers une sucrerie zéro effluent, le cas de la raffinerie de sucre. IAA La revue des industries agroalimentaires, PPI.
- Mathlouthi M. et Barbara R, 2001.**L'extraction du sucre. CEDUS : Centre d'étude et de documentation du sucre (p1-11-14).
- Mathlouthi M. et Barbara R.Mc, 2004.**Sucreries de canne (p 1-7), dossier CEDUS avec la
- Matson, J.S et Mark, H.B, 1971.** Activated carbon. Surface chemistry and adsorption from Office des publications universitaires. Alger.
- Pérez S, 1995.** Conformité du saccharose à l'état cristallin. In le saccharose : propriétés et application. (p11-33).Ed. Polytechnica.
- Piotr C., Dorota J., Marek B,2014.**Acta chimica Slovenica
- **MATHLOUTHI, 2007.** Dossier CEDUS. Les propriétés physiques et chimiques du saccharose (p 15-16-17-18-19-20).
- Rachedi N, (2002.**Précèdes de transformation dans la raffinerie de CEVITAL spa.Rapport de formation. p1-30, Reims.
- REISER P., BIRCH G., et MATHLOUTHI M, 1999:** Propriétés physique. In « le saccharose propriété et applications» (p197-235) .Ed . Polytechnica. Paris.
- Romain J., Thomas C., Pierre S. et Gérard B, 2007.**Science des aliments. (p 449)
- Schrevel G, 2001.**Interaction eau - saccharose et conséquences sur le séchage, la maturation et le stockage du sucre cristallise. (p 9).Association avh, 8ème symposium, Université de Reims.
- Smith P and Paton N. H, 1985.** Sugar cane flavonoids. Sugar Technology Reviews (p142).
solution. New York: Marcel Dekker.
- Theoleyre M.A., Cartier S. et Decloux M, 1999.** Couplage de la décoloration et de la nanofiltration des éluant de régénération en sucrerie de canne (2- 13p). Association AVH, 6ème Symposium, Reims.
- Unal I et Erdogan B, 1998 .**The use of sepiolite for decolorization of sugar juice (pages 419-429) Applied Clay Science.
- Valix, M., W.H. Cheung, and G. McKay, 2006 .**Roles of the textural and surface chemical properties of activated carbon in the adsorption of acid blue dye. Langmuir
- Valix, M., W.H. Cheung, and G. McKay, Roles of the textural and surface.**

Résumé

Ce travail, suivi l'évolution des différents paramètres physico-chimiques (Le brix, la coloration, le taux de décoloration, la polarisation, la pureté et le pH), et tester l'efficacité du charbon actif (NORIT) dans la décoloration du sirop de sucre.

Les résultats obtenus montrent que l'ensemble des paramètres du sucre roux produit par CEVITAL sont conformes aux normes ICUMSA.

L'efficacité du charbon actif (NORIT) dans la décoloration du sirop de sucre est prouvée, les résultats montrent qu'un taux de décoloration de l'ordre de 83,5 % est obtenu avec les conditions optimales suivantes : un temps de contact de 60 min et un rapport masse /volume de 0,30 g et une température de 60 °C.

Abstract

This work followed the evolution of different physicochemical parameters (the brix, coloring, discoloration rate, polarization, purity, and pH), and tested the effectiveness of the activated carbon (NORIT) in the decolorization of syrup sugar . The obtained results show that all parameters of the brown sugar produced by CEVITAL are in conformity with standards ICUMSA.

The application of activated carbon (NORIT) in the decolorization of sugar syrup shows that a bleaching rate of about 83.5% is obtained with the following optimal conditions: a contact time of 60 minutes and a ratio solid of 0.30 g and a temperature of 60 °C.

المخلص

هذا العمل ، رصد تطور مختلف المعايير الفيزيوكيميائية (بريكس ، اللون ، معدل الخبو ، الاستقطاب ، النقاء ، ودرجة الحموضة) خلال عملية إنتاج شراب السكر ، اختبرت فعالية الفحم المنشط في تلاشي شراب السكر

تظهر النتائج التي تم الحصول عليها أن جميع المعلومات من السكر الخام التي تنتجها المؤسسة يتوافق مع معايير ICUMSA .

وقد أثبتت النتائج أن درجة التلاشي في نظام 83.5% يتم الحصول عليها بالشروط المثلى التالية: زمن التماس 60 دقيقة وكتلة 0.30 غرام ودرجة الحرارة 60 درجة مئوية.