



وزارة البحث العلمي والتعليم العالي
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عبد الحميد بن باديس مستغانم
Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem
كلية العلوم و التكنولوجيا
Faculté des Sciences et de la Technologie
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES



N° d'ordre : M2...../GC/2020

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DEMASTER ACADEMIQUE

Filière : Génie des procédés

Option: Génie Chimique

Thème

Optimisation de la Régénération sur Résine par
la Récupération du Sel à RAMSUCRE Mostaganem

Présenté par

1- M^{elle} BENHACHLEF ILHAM

2- M^{elle} BENYEKHOUS Nardjess Nesrine

Soutenu le 30 / 06 / 2020 devant le jury composé de :

| | | | |
|--------------|-----------------|-----|---------------------------|
| Président : | Mme Z. MEKIBES | MAA | Université de Mostaganem |
| Examineur : | Mme N. MOUSSA | MAA | Université de Mostaganem. |
| Rapporteur : | Mr D. MEKHATRIA | MCB | Université de Mostaganem |

Année Universitaire 2019/2020

Glossaire

Affluent : est un cours d'eau qui se jette dans un autre milieu aquatique.

Barbotage : est le passage d'un gaz dans un liquide.

Boue : résidu provient de la filtration du sirop de sucre épuré.

Brix : est la fraction de saccharose dans un liquide, c'est-à-dire le pourcentage de matière sèche soluble.

Calcination : est l'application d'un feu ouvert à des matières solides, disposées de manière qu'elles présentent au feu le plus de surface qu'il est possible.

Chaux : substance caustique solide, obtenue par calcination du calcaire et d'autres formes de carbonate de calcium. la chaux pure est constituée d'oxyde de calcium (CaO).

Colmatage : est un phénomène par lequel un système poreux ou filtrant se retrouve bouché par des matières organiques ou minérales.

Débit de pointe : précise le débit maximal instantané illustré dans un débit de projet.

Débit journalier : est le rapport entre le volume écoulé, durant une journée complète (de 0 à 24 h), et la durée correspondante.

Effluent : ensemble des eaux à évacuer par les égouts.

Égout : produit en cuve riche en sucre cristallisable (saccharose). en sucrerie la centrifugation permet de séparer les cristaux de sucre du liquide qui les entoure.

Faisceaux : ce sont des choses semblables, de forme allongée, liées ensemble).

Fermentation : est une transformation d'une substance organique sous l'influence d'enzymes produites par des micro-organismes.

Filtre à presse : est une machine permettant de séparer un mélange solide-liquide.

Fluidisation : est un processus par lequel une substance granulaire est soumise à un fluide traitant dont la charge va se déposer sur le matériau. Ce processus se produit quand un fluide (liquide ou gaz) est passé vers le haut à travers la substance granulaire.

Ionisation : est l'action qui consiste à enlever ou ajouter des charges à un atome ou une molécule.

Masse cuite (masse pâteuse) : est un mélange de cristaux et de sirop.

Mélasse : résidus de fabrication après le turbinage de la masse cuite.

Neutralisation : est une réaction chimique où un acide réagit avec une base de façon à former de l'eau et un sel.

Osmoseur : est un dispositif permettant de produire de l'eau considérée comme pure selon le principe de l'osmose inverse.

Perméat : ce qui a traversé la membrane, qui est une solution d'eau, de sels minéraux.

Polarisation : est l'existence de pôles opposés au sein d'une structure, ou lors d'un phénomène.

Poly électrolyte : est polymère ionique comportant un grand nombre de sites ioniques et ayant une continuité des régions d'interactions ioniques. Une fois dissous dans l'eau, le polymère se dissocie, et apparaissent des charges sur son squelette et des contre-ions en solution.

Pulvérisation : Action de réduire une matière en particules très fines, un liquide en brume ou un solide en poudre.

Pureté : État de ce qui est sans mélange.

Purification : est le fait de séparer, plus ou moins efficacement, les substances voulues du reste des molécules présentes.

Rétentat : est la partie du liquide filtré qui ne passe pas à travers la membrane.

Saumure : est une solution aqueuse d'un sel, généralement de chlorure de sodium ($NaCl$), saturée ou forte de concentration.

Liste des abréviations

- **BP** : bas produit.
- **BV** : bed volume (volume du lit)
- **CA**:concentration d'alimentation.
- **CaCO₃** : carbonate de chaux.
- **CaO**: la chaux.
- **Ca(OH)₂** : lait de chaux.
- **CO₂** : dioxyde de carbone.
- **Cp** : concentration de perméat.
- **CR**: concentration de rétentat.
- **E.N.A** : Établissement Nationale Agroalimentaire.
- **HCl** : chlorure d'hydrogène.
- **H₂CO₃** : acide carbonique.
- **H₂O** : eau.
- **HP** : haut produit.
- **ICUMSA** : International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis.
- **K** : kelvin.
- **MS** : matière sèche.
- **NaCl** : chlorure de sodium.
- **OI** : osmose inverse.
- **π** : pression osmotique.
- **QA** : débit d'alimentation
- **Qp** : débit de perméat (production).
- **QR**: débit de rétentat (concentrat).
- **RAMSUCRE** : Raffinage Mostaganem Sucre.
- **SO.GE.D.I.A** : Société de Gestion et Développement des Industries Alimentaires.

Liste des tableaux

| | |
|--|----|
| Tableau (II-1) : unités de l'installation de décoloration..... | 15 |
| Tableau (II-2) : les équipements de l'unité de décoloration..... | 17 |
| Tableau (II-3) : les principales caractéristiques de l'Amberlite XA 4043 Cl..... | 18 |
| Tableau (II-4) : les équipements de l'unité de régénération..... | 23 |
| Tableau (II-5) : les équipements de l'unité de neutralisation..... | 24 |
| Tableau (III.1) : paramètres de dimensionnement de l'unité OI..... | 27 |
| Tableau (III.2) : les surfaces d'échange de chaque module membranaire..... | 29 |
| Tableau (III.3) : calcul du flux de perméat pour chaque module en fonction du débit..... | 30 |
| Tableau (III.4) : caractéristiques du poly sulfone..... | 32 |
| Tableau (III.5) : avantages et inconvénients de module tubulaire..... | 32 |

Listes des figures

| | |
|--|----|
| Figure (I-1) : représente groupe Berrahal..... | 3 |
| Figure (I-2) : réception et stockage du sucre roux..... | 4 |
| Figure (I-3) : l'empattage du sucre roux..... | 5 |
| Figure (I-4) : le tamisage..... | 6 |
| Figure (I-5) : opération de chaulage..... | 7 |
| Figure (I-6) : filtration à presse..... | 8 |
| Figure (I-7) : l'évaporation..... | 10 |
| Figure (I-8) : le grainage..... | 10 |
| Figure (I-9) : le malaxage..... | 11 |
| Figure (I-10) : le turbinage..... | 12 |
| Figure (I-11) : le séchage du sucre blanc..... | 13 |
| Figure (II-1) : les colonnes de décoloration..... | 14 |
| Figure (II-2) : schéma du procédé de décoloration..... | 15 |
| Figure (II-3) : anionique de marque AMBERLITE XA 4043 Cl..... | 18 |
| Figure (II-4) : schéma de préparation de la saumure(régénérateur)..... | 22 |
| Figure (II-5) : schéma de neutralisation des affluents de régénération..... | 23 |
| Figure (III.1) : principe de l'osmose inverse (J-M ROVEL, 2012)..... | 25 |
| Figure (III.2) : une station d'osmose inverse..... | 26 |
| Figure (III.3) : courbes de variation du flux de perméat par type de module..... | 31 |
| Figure (III.4) : formule chimique de poly sulfone..... | 32 |
| Figure (III.5) : module membranaire tubulaire (Tetra Pack)..... | 33 |

Remerciements

Tout d'abord, nous remercions ALLAH le Généreux qui a enseigné à l'Homme ce qu'il ne savait et pour nous avoir donné la force d'accomplir ce travail.

Nous tenons également à remercier le Mme Z. MEKIBES et N. MOUSSA pour avoir accepté de composer ce jury avant de prendre part à l'examen de ce travail.

Nous profonde gratitude est exprimée à notre promoteur Mr MEKHATRIA Djilali, qui nous a fait l'honneur de diriger ce travail et, sa constante disponibilité, ses conseils et sa gentillesse.

Nous tenons à remercier aussi les enseignants de l'université de Mostaganem plus précisément ceux du département de génie des procédés.

Nos vifs remerciements et notre sincère reconnaissance s'adressent à Mr GHEZZAR Mouffok Redouane, professeur à la faculté des sciences et de la technologie de Mostaganem, pour son aide, ses précieux conseils, et ses visions critiques des choses qui nous ont permis d'avancer dans ce projet.

Étant donné que ce travail a été réalisé au niveau de raffinerie du sucre RAMSUCRE (Mostaganem), nous tenons à exprimer toute nos gratitudees à :

- Mr AMMOUR Abdelhamid, directeur général de la société RAMSUCRE pour la chance qu'il nous a accordé pour pouvoir faire notre projet de fin d'étude au sein de cette entreprise.*
- Au chef service laboratoire Mr BELHADJ Mohamed, pour sa disponibilité avec une extrême bienveillance.*
- Toute l'équipe du laboratoire, pour leurs conseils et leur aide Meziane, Amine, Hadjer, Zaki, Abdellah ainsi que les autres.*

Enfin, nous tenons à remercier tous ce qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Table des Matières

| | |
|--|----------|
| Introduction | 1 |
| Chapitre (1) : Raffinage du sucre roux..... | 2 |
| I.1.Présentation de la raffinerie de Mostaganem :..... | 2 |
| I.1.1. Fiche technique : | 2 |
| I.1.2.Historique de l'industrie :..... | 2 |
| I.1.3. Ateliers de l'unité :..... | 3 |
| I.2.Processus de raffinage du sucre roux :..... | 3 |
| i) Décoloration sur résine : | 8 |
| Chapitre (2) : Décoloration du sirop par des résines échangeuses d'ion..... | 14 |
| II.1. Introduction :..... | 14 |
| II.2. Description du procédé de décoloration : | 14 |
| II.2.1. Introduction :..... | 14 |
| II.2.2. Unités composants l'installation de la décoloration : | 15 |
| II.2.3.Schéma général du procédé : | 15 |
| II.2.4. Unité de décoloration :..... | 15 |
| a) Données de base : | 15 |
| b) Principe de la décoloration : | 16 |
| c) Matériel :..... | 16 |
| d) Description de la résine : | 17 |
| e) Description du procédé :..... | 18 |
| f) Description des séquences :..... | 19 |
| II.2.5. L'unité de régénération :..... | 21 |
| II.2.6. Unité de préparation de la saumure : | 22 |
| a) Données de base : | 22 |
| b) Principe de fonctionnement :..... | 22 |
| c) Matériel :..... | 23 |
| II.2.7. Unité de neutralisation des effluents :..... | 23 |
| a) Données de base : | 23 |
| b) Principe de fonctionnement :..... | 23 |
| c) Matériel :..... | 24 |
| II.3. Le problème à traiter de la décoloration :..... | 24 |
| Chapitre (3) : optimisation de la régénération par récupération du sel. | 25 |
| III.1. Introduction : | 25 |
| III.2. Dimensionnement d'une station d'osmose inverse pour la récupération de la saumure : | 25 |
| Conclusion..... | 35 |

| | |
|--------------------|----|
| Perspectives | 35 |
| Résumé | 37 |

Introduction

Le sucre est l'un des produits de l'agroalimentaire. Il est obtenu à la suite d'opération unitaire nécessitant beaucoup d'intervenants de différents types ; énergétique, mécanique, chimique etc.

Son obtention de la plante lui confère une coloration brune ou rousse d'où l'appellation sucre roux tandis que sa consommation comme édulcorant impose une coloration blanche obtenue à la suite d'un traitement de décoloration.

Au niveau de la commune de Mostaganem existe un établissement, nommé RAMSUCRE, qui traite le sucre roux pour en faire un sucre cristallisé blanc ; c'est le raffinage du sucre roux.

Le raffinage du sucre roux est réalisé à la suite de plusieurs opérations parmi elles la décoloration sur résine échangeuse d'ions, équipement nouvellement acquis à RAMSUCRE. Arrivées à saturation, les résines sont régénérées par une solution de saumure basifiée par de la soude. La saumure est obtenue d'un sel de chlorure de sodium de meilleure qualité, ce qui fait de lui un produit coûteux.

Après régénération des résines, la solution de saumure est mise à l'évier. Ceci constitue, ainsi, deux faits; production d'effluent et perte de produit qui peut être valorisable.

Le présent travail est réalisé à la suite d'un stage effectué à RAMSUCRE et s'est fixé comme objectif, la valorisation des eaux de régénération des résines par le dimensionnement d'une batterie de filtration sur membrane par le principe de l'osmose inverse.

Pour ce faire le présent travail a été axé en trois chapitres, une conclusion et des recommandations. Dans le premier chapitre on expose le processus de raffinage du sucre roux. Dans le second on décrit le processus de décoloration sur résine échangeuse d'ion et dans le troisième chapitre est réservé aux calculs pour dimensionner la filtration sur membrane et récupérer la saumure

Chapitre (1) : Raffinage du sucre roux.

I.1.Présentation de la raffinerie de Mostaganem :

I.1.1. Fiche technique :

- Raison sociale : RAMSUCRE (Raffinage Mostaganem Sucre).
- Secteur d'activité : Raffinage du sucre roux.
- Siège social : BP 58 Route de Mazagran Wilaya de Mostaganem-Algérie.
- Capacité de production : 300 tonnes par jour.
- Capital : 164 000 000 DA.
- Site Web: www.berrahalgrou.com.
- E-mail : direction@berrahalgrou.com.
- Directeur général : Ammour Abdelhamid.
- Mob : 0555 019 033
- Tél : 045 30 86 84 / 045 30 86 81 / 045 30 86 80.
- Fax : 045 30 86 85.

I.1.2.Historique de l'industrie :

La raffinerie de sucre de Mostaganem a été inaugurée en 1974. Elle a été réalisée par la Société française « Fives Lille Cail » à la suite d'un contrat signé en 1969.

Elle occupe une superficie de 10 ha et est située à l'ouest de la ville de Mostaganem sur la route de Mostaganem Oran.

Son objectif est le raffinage du sucre roux importé pour produire du sucre blanc et de la mélasse. Le maître d'ouvrage est la Société Nationale SO. GE. D.I.A. En 1982, la société a été restructurée pour donner naissance à ENASUCRE. Cette dernière est passée à l'autonomie le 20 juin 1990 pour devenir, ensuite, RAMSUCRE en 2008 par le Groupe Berrahal (figure I.1).



Figure (I.1) : groupe BERRAHAL.

I.1.3. Ateliers de l'unité :

La société RAMSUCRE est composée de plusieurs ateliers. Ces ateliers, qui participent tous à la fabrication optimale du sucre blanc, sont :

- Bâtiment de stockage sucre roux et une citerne de mélasse avec des capacités respectivement 1500 tonnes et 2200m³.
- Atelier de four à chaux.
- Atelier de Fabrication (épuration, cristallisation).
- Atelier de séchage.
- Atelier de conditionnement.
- Atelier de stockage des matières consommables.
- Atteler mécanique et électrique.

I.1.4. Objectif de l'unité :

Les objectifs de l'unité de Mostaganem sont :

- Production de sucre blanc cristallisé.
- Production de lait de chaux.
- Production de gaz carbonique (carbonatation).
- Production de mélasse (sous-produit).

I.2.Processus de raffinage du sucre roux :

Le raffinage est le procédé qui permet d'obtenir à partir de sucre brut (mélange de saccharose et des non-sucre) un sucre raffiné le plus possible et une mélasse contenant le maximum d'impuretés provenant d'un sucre brut et le minimum de sucre. Et ça, dans les conditions les plus économiques possibles : économie d'énergie et des pertes en sucre.

Pour faciliter la compréhension du processus et le principe du raffinage, une description du parcours du sucre roux dès son arrivée sur le site est indispensable.

Pour le traitement, le sucre roux passe par les phases suivantes :

I.2.1. Réception :

Le sucre roux est réceptionné à l'unité par camions et est pesé sur un pont bascule. Après la pesée, un échantillon est prélevé du chargement pour être analysé afin d'évaluer le pourcentage en sucre de la matière première par la détermination de l'humidité, la coloration, la polarisation, les cendres et la pureté.

Ensuite, le sucre roux est acheminé à l'intérieur du magasin de stockage (figure I.2) avant d'être dirigé vers la chaîne de traitement.



Figure (I.2) : réception et stockage du sucre roux.

I.2.2. Épuration :

Le but de l'épuration est l'élimination des non sucres, c'est-à-dire l'ensemble des impuretés qu'il contient dont les cendres, les matières organiques et les matières colloïdales.

Elle est réalisée par différentes méthodes qui physiques et chimiques qui sont :

a) L'empâtage :

C'est le premier stade du traitement du sucre roux. Il consiste à mélanger eau et matière première (sucre roux) pour obtenir un mélange homogène (figure I.3).

Comme tout produit brut, le sucre contient des impuretés internes et externes. L'empâteur, dispositif formé d'une double enveloppe pour la circulation de la vapeur d'eau, élimine les impuretés externes. Au cours de cette opération, le sucre passe, d'abord, dans des empâteurs où il est mélangé avec de l'eau chaude saturée afin de permettre l'accélération de la diffusion des non-sucres et la réduction de la viscosité du mélange par chauffage à la vapeur d'eau circulant au niveau de la double enveloppe.

Durant cette étape, l'enveloppe du cristal du sucre se gonfle pour devenir la masse cuite d'empâtage. Le brix est situé entre 88% et 90%, tandis que le pH est entre 6,7 et 6,8.

Le mélange est homogénéisé et on obtient la masse cuite d'empattage.



Figure (I.3) : l'empattage du sucre roux.

b) L’Affinage :

L’affinage consiste à enlever les couches d’impuretés présentes à la surface des cristaux. Cette phase, qui reste une étape facultative, est effectuée au cas où la coloration du sucre est très élevée dépassant 1300 ICUMSA. Dans le cas contraire, on passe directement à la pré-refonte. L’ICUMSA est une unité de mesure de la coloration du sucre.

La masse cuite est essorée pour séparer les cristaux à partir de l’égout, produit riche en sucre cristallisable (saccharose). L’essorage se fait dans desessoreuses qui donnent l’égout d’empattage, qui renferme les impuretés dissoutes qui entouraient les cristaux de sucre, et un sucre affiné à coloration modérée.

La force centrifuge développée par les turbinesessoreuses, tournant à 1.200 t/mn, sépare les cristaux (les retentas) en les retenant dans un panier perforé des restes d'eau sucrée appelées "eau-mère" ou "égouttures". Les cristaux de sucre restent dans le tamis, tandis que les eaux mères s'en échappent.

Les cristaux, parfaitement purs et blancs, sont dirigés vers le séchage.

Les "eaux-mères" ou égouts composés d'eau, de sucre et de quelques impuretés, contiennent encore beaucoup de sucre. Elles sont soumises à une nouvelle cuisson, avec formation de cristaux, puis refondues pour donner « un sirop de refonte ».

c) La Pré refonte :

La pré refonte est la troisième étape de traitement et consiste à la dissolution de sucre cristallisé dans l’eau à 45°C.

L’affinage n’ayant aucun effet sur les impuretés insérées dans le cristal du sucre, par conséquent, la dissolution du sucre affiné devient obligatoire.

Le sucre affiné est versé dans le malaxeur de pré-refonte à 45°C où on lui ajoute de l'eau sucrée chaude. La valeur de brix (fraction de matière sèche dans un liquide ou pourcentage de matière sèche soluble), devra se situer entre 66% et 68%.

d) La Refonte :

C'est une opération qui consiste à compléter l'opération de prérefonte et a pour rôle de fondre le sucre affiné restant sous forme de cristaux. Cette opération est réalisée dans deux bacs ou chaudière à refonte et se font simultanément par :

- Chauffage du sirop à 80°C à l'aide de la vapeur d'eau.
- Agitation à l'aide d'agitateur placé à l'intérieur des bacs pour dissoudre complètement le sucre affiné.

Les bacs sont placés successivement l'un après l'autre et le sirop obtenu est dirigé vers le tamisage.

e) Le Tamisage :

Le sirop passe dans un tamiseur vibrant qui retient les grosses impuretés comme les morceaux de bois, grains de blé, maïs etc. (figure I.4). ensuite, il est acheminé vers le réchauffeur pour diminuer la viscosité grâce à une température de 80°C. Le sirop dans ces conditions est prêt pour le chaulage.



Figure (I.4) : le tamisage.

f) Le Chaulage :

Le chaulage sert à l'élimination des impuretés du sucre roux, en provoquant dans le jus un précipité de carbonate de chaux, qui enrobe les impuretés organiques du sucre brut et les précipite par la suite (figure I.5).

C'est la première opération destinée à débarrasser le sirop de refonte des matières végétales solides et des sels minéraux qu'il contient. Cette opération élimine une partie des impuretés par ajout de lait de chaux $Ca(OH)_2$.

La chaux, obtenue par calcination, est produite dans les fours à chaux de la sucrerie à partir de pierres à chaux de haute pureté. Le lait de chaux $Ca(OH)_2$, produit de la réaction de

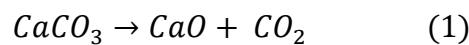
la chaux avec l'eau, est ajouté au sirop de refonte. Ainsi, la chaux piège les substances indésirables en formant avec elles des substances solides.

Dans un bac de chaulage, le sirop de refonte tamisé est versé avec le lait de chaux $Ca(OH)_2$ où ils forment un complexe.

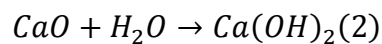
Au milieu du chaulage, on obtient un sirop chaulé (sirop tamisé + lait de chaux) qui subit une première carbonatation et, par la suite, une deuxième carbonatation. La carbonatation consiste à injecter du gaz carbonique dans le mélange.

- **Préparation du lait de chaux :**

La chaux est produite par calcination de la pierre à chaux dans un four à $900^\circ C$ pendant 2 heures selon la réaction 1 :



Après fragmentation des pierres à chaux, on ajoute de l'eau froide, ce qui provoque un choc thermique avec formation de la chaux éteinte selon la réaction 2 :



Ensuite, le mélange est introduit dans une machine vibreuse pour séparer les petites pierres.



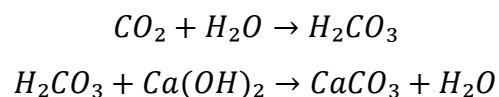
Figure (I.5) : opération de chaulage.

g) Opération de Carbonatation (1^{ère} et 2^{ème}) :

Cette opération est réalisée en deux fois pour neutraliser l'excès de chaux présente dans le sirop chaulé ; la chaux étant une base minérale.

La neutralisation est réalisée par un acide obtenu par barbotage du gaz carbonique (CO_2). Ce dernier s'il est mélangé à de l'eau produit une solution aqueuse d'acide carbonique.

Le produit de cette neutralisation est la formation d'un précipité, le carbonate de chaux $CaCO_3$, selon les réactions suivantes.



Le pH de l'extrait du sirop carbonaté dans la première carbonatation doit être entre 9,4 et 9,7. Tandis que celui de la deuxième carbonatation il varie entre 8,3 et 8,5 sous une température de 80°C.

Ce procédé permet de séparer le reste des impuretés du sirop tamisé chaulé par introduction de gaz carbonique qui réagit avec la chaux et produit des cristaux de carbonate de calcium qui piègent, en se formant, les impuretés qui décantent au fond de la cuve ; c'est la première phase de la carbonatation.

La deuxième carbonatation sert à former les cristaux supplémentaires pour éliminer le reste des impuretés dans le jus. Cette opération est indispensable car elle garantit l'efficacité de la filtration, l'étape suivante.

h) Filtration :

Le sirop issu de la carbonatation contient, encore, une suspension de carbonate de calcium. Elle est séparée par filtration sur filtres à presse (figure I.6) sous une pression de 9 bars. Le filtrat obtenu (sirop) doit avoir un brix compris entre 60 et 62% et une température de 80°C.

Les sirops filtrés passent à la phase décoloration, tandis les impuretés restent dans la boue retenue dans le filtre.

La boue est lavée et vendue pour être utilisée en agriculture comme amendement calcaire qui enrichit et maintient une acidité correcte des sols.



Figure (I.6) : filtration à presse.

i) Décoloration sur résine :

La décoloration est l'étape la plus importante et la plus délicate dans le procédé de purification du sucre. C'est à ce niveau que se décide l'obtention d'un sucre raffiné car elle permet l'obtention d'un sirop décoloré de bonne qualité et par conséquent un sucre de qualité.

C'est une technologie est récente dans le processus de raffinage et est réalisée par l'intermédiaire de résine échangeuse d'ions décolorante anionique fortement basique. Les résines contenues dans des bacs décolorent le sirop de sucre par échange d'ions. Ainsi, cette phase élimine les matières colloïdales, les cendres, les sels dissouts, et les substances colorantes. Le sirop, à l'issue de cette étape, est fin prêt pour la cristallisation.

I.2.3. Cristallisation :

La cristallisation est l'étape qui permet de produire des cristaux à partir d'un sirop sursaturé.

Elle s'effectue dans des appareils à cuire "les cuites", sous vide partiel (72-80 mm Hg), une pression moins que 1 bar et à une température d'environ 80°C par souci d'économie d'énergie et surtout pour éviter la caramélisation. La cristallisation est amorcée par introduction de fins cristaux mélangés à de l'éthanol. La cuisson se poursuit jusqu'à l'obtention de la masse cuite composée des cristaux de sucre entourés de leur eau mère.

a) Description du procédé :

Le procédé de cristallisation se fait en trois étapes :

- La cuisson.
- Le malaxage.
- Le turbinage.

• La cuisson :

La cuisson se fait au niveau d'appareils à cuire « les cuites ». Leur capacité unitaire est de 200 hl et fonctionnent sous vide. La cuisson est réalisée en différentes phases qui sont :

➤ La concentration ou évaporation :

Cette étape a pour but de concentrer le sirop venant de la décoloration en augmentant le brix, par réchauffage (figure I.7).

L'opération de concentration consiste à retirer le maximum d'eau, environ 40%. Ainsi, on augmente la concentration du saccharose dans le sirop ce qui fait augmenter le brix du sirop décoloré concentré de 60% jusqu'à 70-75%



Figure (I.7) : l'évaporation.

➤ **Grainage :**

Le grainage est une opération qui consiste à former des germes cristallins de sucre au début de cristallisation (figure I.8).

Une fois la phase de sursaturation atteinte (brix 82%), le grainage de la cuite est réalisé par introduction d'une semence déjà préparée (du sucre broyé et dispersée dans l'alcool) dans le sirop sursaturé.

Cette semence fait amorcer la cristallisation dans le sirop, ce qui fait que les cristaux grossissent.



Figure (I.8) : le grainage.

➤ **La Cristallisation :**

Après grainage, à mesure que les cristaux grossissent dans la masse cuite la sursaturation de l'eau mère diminue. Pour maintenir une sursaturation constante on alimente en sirop tout en évaporant sous vide.

L'alimentation de la cuite en sirop se fait automatiquement par l'ouverture de vannes et ce jusqu'à atteindre le niveau optimum de la cuite (volume utile de la cuite), suivant une rampe de concentration préétablie.

➤ **Serrage de la cuite :**

Lorsque la vitesse de la cristallisation chute et que la chaudière est pleine, on procède à la phase de serrage de la cuite. L'alimentation en sirop est stoppée et l'évaporation d'eau est

poursuivie. Ce stade final de la cuisson permet d'évaporer l'eau et améliorer le rendement en cristaux car il épuise l'eau mère.

Durant cette phase, le brix de la masse cuite est porté à la valeur souhaitée (90 à 92%).

➤ **Coulée et lavage de la cuite :**

Une fois le brix exigé de la masse cuite est atteint, les vannes du vide et de la vapeur se ferment automatiquement tandis que la vanne de vidange s'ouvre progressivement pour permettre la coulée de la masse cuite dans le malaxeur correspondant.

Lorsque la cuite est vidangée, l'appareil est nettoyé par de la vapeur pulvérisée sur les faisceaux de l'échangeur de chaleur.

L'ensemble du cycle de la cristallisation dure 2 à 3h selon la taille des cristaux formés et la pureté de la masse cuite.

• **Le malaxage :**

A la sortie de la cuite, la masse cuite est déversée dans un bac de malaxage équipé d'agitateur qui permet une agitation régulière durant une période de 30mn à 1h, sous une température de 50°C.

L'opération de malaxage consiste à maintenir la masse cuite en mouvement d'une part, et de continuer l'opération de cristallisation avant son envoi aux turbines d'autre part (figure I.9).

Une pulvérisation de l'eau ou de l'égout est effectuée pour faciliter l'essorage de la masse cuite.



Figure (I.9) : le malaxage.

• **Le turbinage :**

Le turbinage consiste à séparer par centrifugation les cristaux de sucre contenus dans la masse cuite de l'eau mère (figure I.10).

La masse cuite est enfin introduite dans des centrifugeuses ou turbines qui fonctionnent en plusieurs phases :

- Remplissage de la turbine qui tourne à faible vitesse (200tr/min) afin d'obtenir une répartition homogène sur le tamis.
- Le turbinage est augmenté à 1200 tr/min afin d'évacuer les eaux mères.
- Le clairçage : ajout d'eau chaude puis de vapeur afin de sécher les cristaux. L'égout recueilli étant de grande pureté constitue l'égout riche.
- L'essoreuse termine son cycle par un freinage électrique puis mécanique à 200 tr/min.

b) Cristallisation hauts-produits (HP) :

La cristallisation du saccharose est réalisée en tenant compte de deux paramètres : la couleur et la pureté. C'est selon ces deux paramètres que le nombre de jets est déterminé. Parfois il est nécessaire de réaliser la cristallisation en trois jets. Chaque jet comprend trois étapes essentielles : la cuisson, le malaxage, et le turbinage.

Après une séparation de la masse cuite par lesessoreuses, le sucre obtenu est envoyé au séchage car il est humide, tandis que l'égout, qui contient encore du sucre cristallisable, est recyclé pour réaliser une nouvelle cristallisation. On réalise ainsi 3 jets raffiné. L'égout final qui est de pureté insuffisante pour produire un sucre raffiné est envoyé à la cristallisation bas-produits.



Figure (I.10) : le turbinage.

c) Cristallisation bas-produits (BP) :

Cette section permet de récupérer le sucre contenu dans les égouts provenant des cuites Hauts Produits, ou des égouts pauvres d'affinage, pour les épuiser en sucre. Elle se déroule en trois étapes dans des cuites puis des centrifuges.

Les cuites sont identiques à celle de la cristallisation HP. La première étape donne un sucre A qui est refondu pour être retraité pour obtenir du sucre blanc. Les jets B et C ne sont que des moyens d'épuisement complémentaires.

L'égout final de la centrifugation de la masse cuite C contient le non sucre et une partie équivalente de sucre qui n'est plus cristallisable appelée « mélasse ».

La mélasse est un résidu incristallisable visqueux issu de la fabrication du sucre. C'est un sous-produit commercialisable pour servir dans :

- La production d'alcool (distillation après fermentation).
- La fabrication de levure boulangère.
- L'introduction dans l'alimentation du bétail et l'apiculture.

I.2.4. Séchage :

Le sucre issu du turbinage passe par un sécheur pour diminuer son d'humidité. L'opération de séchage est réalisée par la chaleur par de l'air chaud à 34°C dans des cylindres séchoirs rotatifs.

Le sucre séché est, ensuite, refroidi et transporté par un transporteur à secousses vers un tamis pour séparer la granulométrie (figure I.11).



Figure (I.11) : le séchage du sucre blanc.

I.2.5. Conditionnement et ensachage :

Le sucre obtenu est dirigé vers les ateliers de conditionnement, de stockage et d'expédition. Ces derniers emploient près de la moitié des effectifs pour la préparation des sucres destinés à la consommation familiale et industrielle. Le sucre est stocké dans des hangars à une humidité dégagée. Une fois séché, le sucre est acheminé vers le conditionnement dans des sacs de 50kg, expédié en vrac, par camions.

Chapitre (2) : Décoloration du sirop par des résines échangeuses d'ion.

II.1. Introduction :

En raffinerie, 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 processus sucrier. La qualité du sucre, habituellement définie par sa coloration et sa pureté, est étroitement liée aux transformations qui surviennent pendant la fabrication.

Plusieurs techniques ont été utilisées pour éliminer les colorants durant le processus de décoloration du sucre. Les techniques traditionnelles font appel au pouvoir adsorbant du noir végétal ou du noir animal (particules calcinées d'os de bœuf), et sur des résines échangeuses d'ion. Ce type de procédé est relativement récent même si plusieurs unités l'ont adopté. Il s'agit d'employer une résine échangeuse d'ions afin d'adsorber les impuretés organiques.

Dans le raffinage du sucre, l'utilisation des résines d'ions permet de réduire la présence des composés organiques (non sucre et colorants) dans la solution sucrée, accroît la concentration avec augmentation du saccharose et réduit la quantité de mélasse produite.

II.2. Description du procédé de décoloration :

II.2.1. Introduction :

L'unité de décoloration est composée de 2 colonnes de résines échangeuses d'ions permettant de traiter 20 m³/h de sirop à 65% MS en continu (figure II.1).

Quand la résine échangeuse d'ion arrive à saturation, elle est régénérée avec de la saumure basique.



Figure (II.1) : les colonnes de la décoloration.

II.2.2. Unités composants l'installation de la décoloration :

L'installation de la décoloration est composée de trois unités présentées dans le tableau ci-dessous (tableau II.1):

Tableau (II.1) : unités de l'installation de décoloration.

| <i>Unité</i> | <i>Fonction</i> |
|------------------------------|--|
| Décoloration | Décoloration du sirop sur résines échangeuses d'ions. |
| Préparation saumure | Préparation de saumure fraîche pour régénérer les résines. |
| Neutralisation des effluents | Neutralisation des effluents issus de la régénération. |

II.2.3. Schéma général du procédé :

L'installation de décoloration comporte plusieurs unités, ci-dessous un schéma qui englobe les différentes unités du procédé (figure II.2).

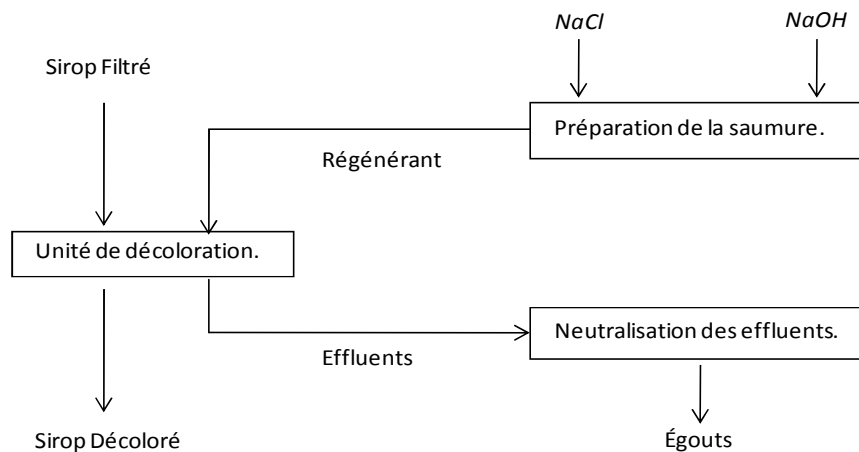


Figure (II.2) : schéma du procédé de la décoloration.

II.2.4. Unité de décoloration :

L'unité de décoloration est la plus importante dans l'installation du procédé. Les titres ci-dessous présentent des généralités sur cette unité.

a) Données de base :

On précise dans cette partie les caractéristiques du sirop à l'entrée et à la sortie de l'unité, ainsi sa capacité.

- Spécifications du sirop filtré à l'entrée de l'unité de décoloration :
 - Concentration en MS (kg/kg) : 65%.

- Matières en suspensions : 5 à 10 mg/L.
 - Pureté saccharose : 98.5 – 99.5%.
 - Couleur : 800 ICUMSA maximum.
 - Température : 85°C.
- Spécifications du sirop décoloré sortant de l'unité de décoloration :

La couleur du sirop décoloré ne doit pas dépasser 280 ICUMSA en moyenne sur une journée complète de production.

- Capacité de production et de régénération de l'unité :
 - Débit nominal : 20 m³/h.
 - Temps de production : 8,5 heures.
 - Nombre de régénérations de la résine: 2,8 par jour

Si la couleur entrée et/ou le débit nominaux changent des conditions prévues, le temps de production et le nombre de régénérations seront ajustés pour éviter de surcharger ou sous charger la résine, ce qui conduirait à la diminution des performances.

b) Principe de la décoloration :

La décoloration du sirop est effectuée par une résine inerte où ses ions mobiles sont sous forme chlorure. Les colorants naturels trouvés dans les sucres de betteraves ou de cannes comprennent les produits de dégradation de l'hexose, des caramels. Ces colorants sont adsorbés sur une résine anionique forte à vitesse relativement élevée, soit à un débit spécifique de 1 à 4 BV/h. en comparaison, le débit spécifique à travers une colonne de charbon actif en grain est plus lent 0,25 à 0,5 BV/h.

Ainsi, le volume de résine d'échange d'ion installé est 4 à 8 fois plus petit que le volume de charbon pour une même capacité.

Note : $BV/h = (m^3/h \text{ de sirop}) / (m^3 \text{ de résine ou charbon})$.

Après adsorption sur la résine, les colorants sont désorbés pendant les étapes de régénération grâce à une solution de *NaCl* de 100g/L à pH élevé (régénération classique) et plus rarement à l'acide pur (dépollution acide).

c) Matériel :

L'unité de décoloration comprend les éléments mentionnés au tableau suivant (tableau II.2):

Tableau (II.2) : les équipements de l'unité de décoloration.

| Équipements | Nombre | Description |
|-------------------------------|--------|---|
| Colonnes | 2 | Composées de 2 cellules contenant 2,5m ³ de résine chacune. |
| Jeux de 2 filtres de sécurité | 3 | 1 sur l'entrée du sirop des colonnes. 1 sur la sortie du sirop des colonnes. 1 sur la ligne d'eau procédée. |
| Échangeur | 1 | Pour régler la température avant les colonnes |
| Pot de mélange | 1 | Produits chimiques / eau pour régénérer les résines |
| Bacs | 5 | Sirop filtré Sirop décoloré Eaux sucrées Eau chaude Eau récupérée |
| Pompes | 4 | Alimentation Sirop décoloré Eaux sucrées Eau chaude / récupérée |

Le sirop ne doit pas contenir de matières en suspension qui peuvent boucher les buses des colonnes et la résine.

Si la concentration en matière en suspension dans le sirop est trop élevée, la perte de charge des filtres de sécurité en amont des colonnes augmentera jusqu'à atteindre un seuil qui arrêtera l'unité.

d) Description de la résine :

Les résines échangeuses d'ions sont des poly électrolytes solides et insolubles se présentant sous forme de billes ou de poudre. Elles ont pour caractéristiques de pouvoir échanger leurs ions mobiles avec des ions de même charge, par l'intermédiaire d'un milieu, généralement l'eau, dans lequel les ions échangeables sont dissous.

Elles se caractérisent par la capacité d'échange exprimée en équivalent par litre de résine.

Cette capacité d'échange diminue progressivement avec le passage de l'effluent à traiter à travers la résine. Un cycle de régénération est donc nécessaire pour rétablir la capacité initiale

Il existe plusieurs types de résines échangeuses d'ion en fonction de leur utilisation et de l'élément à séparer.

Au niveau de l'unité RAMSUCRE, la décoloration du sirop filtré s'effectue avec une résine anionique de marque AMBERLITE XA 4043 Cl (figure II.3) dont les principales caractéristiques sont illustrées dans le tableau ci-dessous (tableau II.3) :

Tableau (II.3) : les principales caractéristiques de l'AMBERLITE XA 4043 Cl.

| Type | Résine échangeuse d'anions fortement basique. |
|------------------------|---|
| Nom commercial | AMBERLITE XA 4043 Cl |
| Groupement fonctionnel | $(CH_3)_3N^+$ |
| Forme ionique livrée | Chlorure |
| Rôle | Sous forme de chlorure, élimine tous les nitrates, les sulfates, et les acides. |
| Capacité | 1.0 à 1.5 eq/l |
| Régénérateur | $NaCl, NaOH$ |

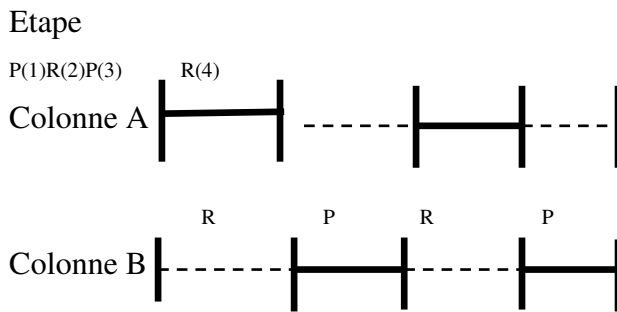


Figure (II.3) : résine anionique de marque AMBERLITE XA 4043 Cl.

e) Description du procédé :

Une colonne est en régénération pendant que la deuxième est en production.

Le sirop est traité de bas en haut à travers chacune des colonnes. Quand la résine est saturée, la régénération s'effectue à contre-courant, c'est-à-dire de haut en bas.



Étape (1) : la décoloration (D) est effectuée sur la colonne (A).

Pendant cette étape, la colonne (B) est régénérée (R).

Étape (2) : la colonne (A) passe en régénération (R).

La colonne (B), effectue la décoloration (D).

Étape (3) : réitération de l'étape (1) (et ainsi de suite).

Au débit nominal et couleurs spécifiées, chaque colonne fonctionnera 8,5 heures dans chacune des étapes.

f) Description des séquences :

Chaque étape a un but précis dans le fonctionnement de l'installation : changement de destination, de fluide entrant, de débit, de sens de circulation...

Étape (0) : séquence initiale

C'est l'état normal prévu avant le lancement du cycle automatiquement.

Étape (4) : attente

Cette étape permet la synchronisation entre les colonnes.

Étape (6) : rinçage de la tuyauterie.

La colonne est pleine d'eau mais la tuyauterie de sortie peut encore contenir du sirop, qui est alors évacué vers le bac d'eaux sucrées.

Étape (10) : en sucrage 1/2

L'eau présente dans la colonne est remplacée par le sirop filtré. L'eau déplacée est stockée dans le bac d'eau chaude pour être utilisée pendant les autres étapes.

Étape (14) : production

La colonne est pleine de sirop et le décolore. Le sirop est envoyé vers le bac de sirop décoloré.

Étape (18) : attente 2

Étape de synchronisation entre les colonnes.

Étape (20) : vidange partielle 1

Cette étape permet de baisser le niveau de sirop dans la colonne. Le volume de sirop déplacé lors de cette étape est renvoyé dans le bac amont de sirop filtré car il n'a pas été décoloré.

Étape (22) : mise à l'air 1

Si la vidange partielle a été faite à l'air comprimé, il est nécessaire de dépressuriser la colonne.

Étape (24) : dé sucrage 1/2

Le sirop contenu dans la colonne est remplacé par de l'eau. Le sirop est envoyé en amont dans le bac de sirop filtré. La valeur du brix en sortie de colonne décroît progressivement (0,5-1 brix).

Étape (28) : remplissage partiel 1

Le remplissage de la colonne s'effectue de haut en bas pour pousser les éventuelles billes de résine mélangées dans l'inerte vers le bas.

Étape (30) : soulèvement lent / rapide – compartiment inférieur

L'eau récupérée est envoyée de bas en haut pour éliminer les particules qui sont piégées dans la résine ainsi les billes de résine cassées, puis augmenter le débit de soulèvement pour avoir une élimination finale des particules.

Étape (34) : remplissage partiel 2

Le but est de remplir la colonne d'eau dont le but de préparer la colonne pour le soulèvement du compartiment supérieur.

Étape (36) : soulèvement lent / rapide – compartiment supérieur

Voir étape (30).

Étape (40) : vidange partielle

Voir étape (20).

Étape (62 / 64 / 66) : régénération 1 / 2 / 3

La régénération est divisée en 3 étapes. Ces étapes permettant d'éliminer les impuretés organiques et inorganiques retenues dans la résine pendant les étapes précédentes. La saumure fraîche est utilisée. Les fluides sortants sont dirigés respectivement vers le bac d'eau récupérée, les égouts et les effluents à neutraliser.

Étape (70) : déplacement $NaCl$ 1

La résine est rincée de la saumure. Le fluide sortant est envoyé aux effluents à neutraliser.

Étape (74) : rinçage

Ce rinçage permet d'éliminer les dernières traces de sel $NaCl$ avec de l'eau chaude.

Étape (78) : fluidisation

Cette séquence permet de réduire la perte de charge à travers la résine lors des étapes suivantes : celles de production.

Étapes spécifiques :

- Étape (42 / 44 / 46 / 48) : dépollution acide et déplacement acide

Ces étapes doivent être effectuées si la résine a été polluée par du fer, du carbonate de calcium. On utilise alors de l'acide chlorhydrique (*HCl*). L'étape (48) consiste à rincer la colonne avant de faire la régénération du *NaCl*. Une étape de pré-régénération (50) est alors nécessaire avant d'effectuer les étapes 62 / 64 / 66 pour régénérer la résine efficacement.

II.2.5. L'unité de régénération :

La régénération s'effectue de haut en bas avec une solution de sel (chlorure de sodium, *NaCl*) à 100g/L.

Grace à la régénération contre-courant, les couches supérieures du lit de résine, qui sont plus propres que les couches inférieures du lit, ne sont pas contaminés lors des étapes de régénération par les colorants élués des couches inférieures.

Cela permet :

- L'augmentation de la durée de vie de la résine.
- La diminution de la quantité de saumure par régénération.

De la soude est ajoutée à la saumure fraîchement préparée. Cela augmente le pH et améliore l'élution des colorants.

La solution de saumure est filtrée avant d'entrer sur les colonnes pour empêcher les éventuels précipités d'hydroxydes de colmater la résine.

De manière occasionnelle, il est recommandé d'éliminer les sels métalliques et les colorants accumulés dans la résine en effectuant une dépollution à l'acide chlorhydrique diluée. La fréquence de cette régénération acide dépend de la quantité et de la fréquence de ces pollutions par des sels métalliques. Une dépollution acide est toujours suivie d'une régénération augmentée.

II.2.6. Unité de préparation de la saumure :

a) Données de base :

Le système de préparation de la saumure permet à partir de sel solide et de soude fraîche de produire de la saumure basique permettant de régénérer la résine.

- Régénérant : $NaCl$ à 25% en matière sèche.
- Débit nominal : 4,8 m³/h.
- $NaCl$: 297 g/L.

Cette solution de régénérant est diluée à 9% dans le pot de mélange pour régénérer les résines.

b) Principe de fonctionnement :

Le système est composé de plusieurs équipements permettant de produire la saumure basique (figure II.4) qui sont :

- Fosse à saumure : elle permet la dissolution du sel solide. Elle est composée de plusieurs compartiments permettant la saturation complète de la saumure.
- Décanteur : la soude ajoutée à la solution saline afin de produire la saumure basique fait précipiter des hydroxydes métalliques qui sont séparés par décantation avant filtration.
- Filtre à sable : C'est un filtre à sable qui sert à filtrer la saumure basique des boues du décanteur pour ne pas être entraînées vers les colonnes de décoloration.

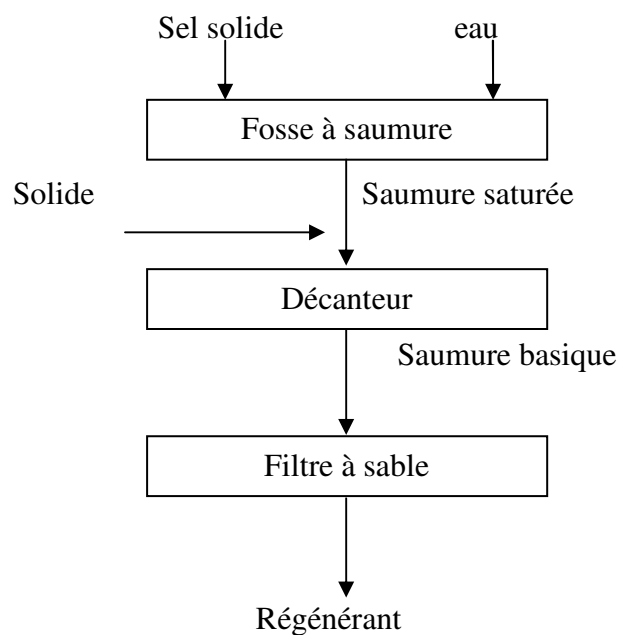


Figure (II.4) : schéma englobe les étapes de préparation de la saumure (régénérant).

c) Matériel :

L'unité de régénération comprend comme suit (tableau II.4):

Tableau (II.4) : les équipements de l'unité de régénération.

| Équipements | Nombre | Description |
|-----------------|--------|---|
| Fosse à saumure | 1 | Composée de 3 compartiments 2 × saturation + 1 vidange |
| Pompes | 2 | Transfert de la saumure vers décanteur Transfert de la saumure vers filtre à sable |
| Pot de mélange | 1 | Saumure / soude |
| Décanteur | 1 | Décantation des boues de la saumure basique |
| Filtre à sable | 1 | Filtration de la saumure (volume sable 500 litres) |

II.2.7. Unité de neutralisation des effluents :

a) Données de base :

Le système de neutralisation des affluents récupère les effluents acides et basiques issus de la décoloration afin de les neutraliser avant de les renvoyer aux égouts (figure II.5).

b) Principe de fonctionnement :

La réalisation de ce procédé est assez simple. On place dans un mélangeur l'affluent à neutraliser et l'acide ou la base d'*HCl* ou *NaOH* à l'aide de pompes doseuses dont le débit est régulé par contrôle du pH final. Une fois neutralisée, l'effluent sort du mélangeur à l'aide d'une pompe de soutirage et la solution dirigée vers les égouts.

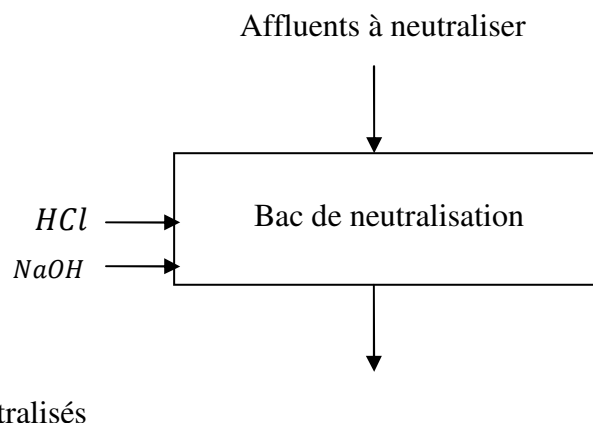


Figure (II.5) : schéma de neutralisation des affluents de régénération.

c) Matériel :

L'unité de neutralisation comprend comme suit (tableau II.5) :

Tableau (II.5) : les équipements de l'unité de neutralisation.

| Équipements | Nombre | Description |
|----------------------------|--------|---|
| Fosse à neutraliser | 1 | Récupère tous les effluents acides et basiques |
| Bacs de produits chimiques | 2 | <i>HCl</i> <i>NaOH</i> Sur fosse de rétention |
| Pompes | 3 | 1 doseuse pour <i>HCl</i> 1 doseuse pour <i>NaOH</i> 1 pour recirculation / vidange de la fosse |

II.3. Le problème à traiter de la décoloration :

Dans des nombreuses raffineries, la décoloration du sucre est basée sur l'utilisation des résines échanges d'ions. Les colorants, principalement composés de macromolécules présentant un caractère d'acides faibles sont fixés sur des résines anioniques sous forme chlorure.

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 régénération consomme une quantité significative de la saumure qui est coûteuse, d'ici vient l'idée de traiter le côté économique de la régénération. Cela va être évoqué en détail dans le 3^{ème} chapitre.

Chapitre (3) : optimisation de la régénération par récupération du sel.

III.1. Introduction :

Pour récupérer la saumure rejetée directement dans le réseau d'assainissement de la ville de Mostaganem, il est possible d'envisager la récupération d'une certaine quantité de cette matière.

Le moyen le plus approprié serait d'installer en amont du point de rejet, et pas loin du bac de stockage, un osmoseur sans recyclage étant donné que les débits traités peuvent être pris en charge par le dispositif que nous proposons.

III.2. Dimensionnement d'une station d'osmose inverse pour la récupération de la saumure :

III.2.1. Présentation de l'unité-aspect théorique :

a) Principe :

L'osmose inverse est un procédé de séparation en phase liquide par perméation à travers des membranes semi-sélectives sous l'effet d'un gradient de pression (figure III.1).

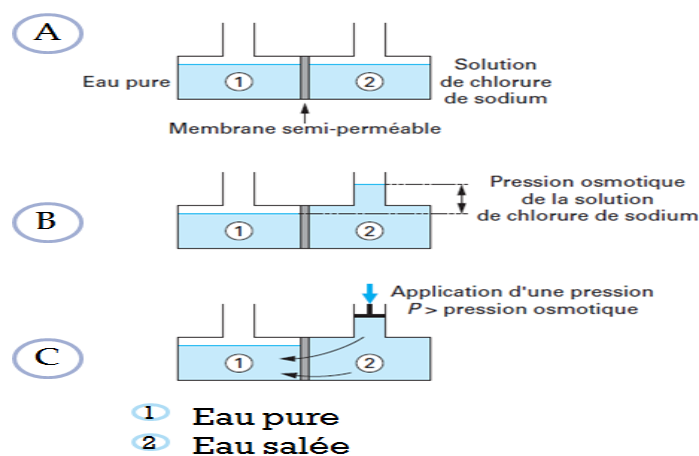


Figure (III.1) : principe de l'osmose inverse (J-M ROVEL, 2012).

A : Le niveau est identique dans les deux compartiments : L'eau circule de 1 vers 2.

B : A l'équilibre, une différence de niveau s'établit, c'est la pression osmotique π .

C : Lorsqu'on applique une pression $p > \pi$, l'eau circule en sens inverse, c'est-à-dire de 2 vers 1 et les sels restent bloqués dans le compartiment 2.

π = Différence de pression de part et d'autre de la membrane.

Une membrane semi-sélective ou semi-perméable est une membrane imperméable aux corps dissous (ionique ou non) et perméable au solvant.

b) Schéma général d'une installation d'osmose inverse :

Les principaux constituants d'une installation d'osmose inverse sont les suivants :

- Membrane proprement dite.
- Le module.
- La pompe haute pression.
- Le poste de traitement.

L'écoulement du fluide sur la membrane est continu et tangentiel. Cet écoulement tangentiel permet de limiter l'accumulation sur la membrane des diverses espèces (particules, molécules, ions) retenues par cette dernière. Le débit d'entrée (Q_0) se divise au niveau de la membrane en deux parties de concentrations différentes. Une partie débit (Q_p) passe à travers la membrane (perméat), alors que l'autre partie est retenue par la membrane (concentrat ou rétentat).

La figure (III.2) montre un schéma simplifié de la station en question.

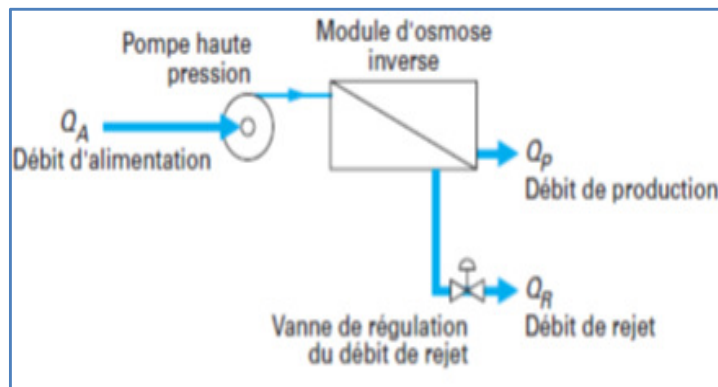


Figure (III.2) : une station d'osmose inverse.

Son fonctionnement est caractérisé par les paramètres suivants :

- La pression motrice (ΔP): est égale à la pression de refoulement de la pompe diminuée de la pression statique à la sortie du module d'osmose (côté production) et de la perte de charge due à l'écoulement de l'eau.
- La conversion (Y): rapport entre le débit produit et le débit d'alimentation se définit par :

$$Y(\%) = \frac{Q_p}{Q_A} \times 100 \quad (III.1)$$

- Le passage des sels (PS): se caractérise par le rapport entre la concentration côté production et la concentration côté alimentation :

$$PS(\%) = \frac{C_p}{C_A} \times 100 \quad (III.2)$$

III.2.2. Calcul de l'unité d'osmose inverse- Aide à la décision et cahier des charges :

a) Bilan de matière

Pour un fluide incompressible, on aura l'équation ci-après :

$$Q_A = Q_P + Q_R \quad (III.3)$$

Pour un régime permanent et en absence de réaction chimique dans la membrane, le bilan de matière s'écrira comme suit :

$$Q_A \times C_A = Q_P \times C_P + Q_R \times C_R \quad (III.4)$$

Dans un souci de récupération maximale de saumure, nous avons choisis : $Q_A = (10 - 200) m^3 h^{-1}$, $C_A = 10^5 g m^{-3}$, $Y = 90\%$ et un $PS = 10\%$. Ces valeurs connues, il est possible de calculer : Q_P , Q_R , C_P et C_R tout en combinant les relations (III.3) et (III.4).

Le tableau ci-après résume le calcul des paramètres de dimensionnement.

Tableau (III.1) : paramètres de dimensionnement de l'unité OI.

| Q_A ($m^3 h^{-1}$) | Q_P ($m^3 h^{-1}$) | Q_R ($m^3 h^{-1}$) | C_P ($g m^{-3}$) | C_R ($g m^{-3}$) |
|---------------------------|---------------------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 10 | 9,00 | 1,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 20 | 18,00 | 2,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 30 | 27,00 | 3,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 40 | 36,00 | 4,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 50 | 45,00 | 5,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 60 | 54,00 | 6,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 70 | 63,00 | 7,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 80 | 72,00 | 8,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 90 | 81,00 | 9,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 100 | 90,00 | 10,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 110 | 99,00 | 11,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 120 | 108,00 | 12,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 130 | 117,00 | 13,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 140 | 126,00 | 14,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 150 | 135,00 | 15,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 160 | 144,00 | 16,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 170 | 153,00 | 17,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 180 | 162,00 | 18,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 190 | 171,00 | 19,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |
| 200 | 180,00 | 20,00 | 10^4 | $9,1 \times 10^5$ |

Avant d'aller plus loin dans les recommandations techniques, il serait bien de préciser que pour une production donnée, le choix de Y résulte d'un compromis entre des

considérations économiques et des exigences techniques. Aussi, la proposition de plusieurs débits volumiques d'alimentation vient du fait de la non-disponibilité de données issues de mesures réelles au sein de l'entreprise. Cependant, la plage de valeurs proposée est relativement proche de l'existant donnant ainsi une forte possibilité de récupérer les sels dissous en aval de l'osmoseur. Le constructeur prendra en considération le débit de pointe ainsi que le débit journalier afin de statuer sur les dimensions du module membranaire, dont le calcul est réalisé grâce au débit volumique de production (Q_P) selon la formule suivante :

$$J = \frac{Q_P}{S} \quad (III.5)$$

Tels que : J : désigne le flux de perméation et S : la surface du module membranaire.

Le flux du perméat, aussi appelé densité de flux, est donc disproportionnel à la surface du système dont le calcul reste tributaire de la surface disponible au niveau de la zone de traitement.

b) Calcul du flux de perméation :

Il faut d'abord fixer la surface occupée par le système reposant sur la relation suivante :

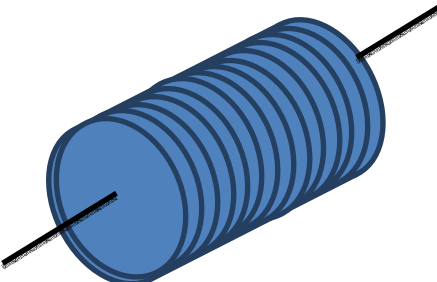
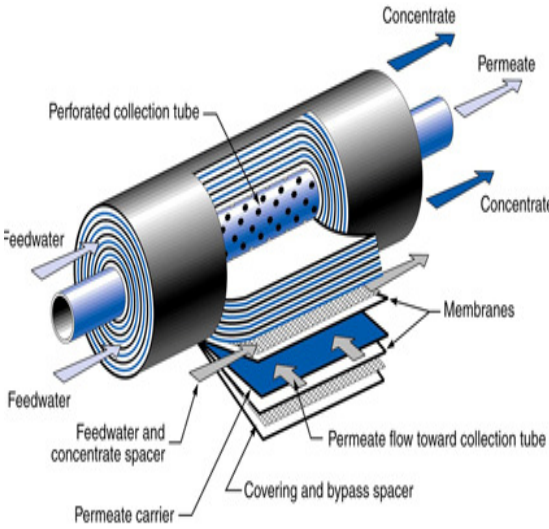
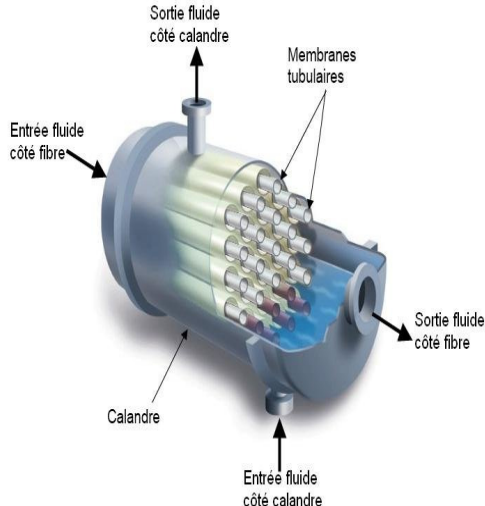
$$S_{Totale} = n \cdot S_{membrane} \quad (III.6)$$

Tel que n : désigne le nombre de membrane.

Dans ce qui suit, trois systèmes modulaires seront dimensionnés avec des caractéristiques géométriques identiques en ce qui concerne :(i) l'épaisseur de la membrane fixée à 1mm, (ii) un module de forme tubulaire de 1m de longueur et 0,4 m de rayon.

Le tableau ci-après récapitule les modules en question ainsi que leurs modèles mathématiques permettant leurs dimensionnements.

Tableau III.2) : les surfaces d'échange de chaque module membranaire.

| Type de module | Configuration | Surface |
|----------------------------------|---|---|
| Cylindrique à disques juxtaposés |  | $S_{Totale} = n \cdot \pi r^2$ $S_{Totale} = \frac{L}{E} \cdot \pi r^2$ $S_{Totale} = \frac{1}{0,001} \times 3,14 \times 0,4^2$ $S_{Totale} = 1000 \times 3,14 \times 0,4^2$ $S_{Totale} \cong 502,4 \text{ m}^2$ |
| Spiral |  | $S_{Totale} = n \cdot 2\pi r L$ $S_{Totale} = \frac{2\pi r}{E} \cdot 2\pi r L$ $S_{Totale} = 4 \frac{\pi^2 r^2 L}{E}$ $S_{Totale} = 4 \times 3,14^2 \times 0,4^2 \times \frac{1}{0,001}$ $S_{Totale} = 6310,144 \text{ m}^2$ |
| Tubulaire |  | $S_{Totale} = n \cdot 2\pi r L$ $S_{Totale} = \frac{\pi r_{cylindre}^2}{\pi r_{membrane}^2} \cdot 2\pi r L$ $S_{Totale} = \frac{r_{cylindre}^2}{r_{membrane}^2} \cdot 2\pi r_{mem} L$ $S_{Totale} = \frac{0,4^2}{0,00625^2} \times 2 \times 3,14 \times 0,00625 \times 1$ $S_{Totale} = 160,77 \text{ m}^2$ |

La surface disponible pour le transfert de matière étant connue maintenant, il est possible d'appliquer la formule (III.5) afin d'avoir la valeur du flux de perméat, paramètre indispensable dans le dimensionnement d'un osmoseur. Le tableau (III.3) illustre les différentes valeurs de J pour chaque module membranaire et chaque débit de perméation.

Tableau (III.3) : Flux de perméat pour chaque type de module en fonction du débit.

| $Q_p (m^3 h^{-1})$ | Type de module | | |
|--------------------|------------------------|------------------------|------------------|
| | Module circulaire | Module spiral | Module tubulaire |
| | $J (m h^{-1})$ | $J (m h^{-1})$ | $J (m h^{-1})$ |
| 9,00 | $1,791 \cdot 10^{-2}$ | $1,426 \cdot 10^{-3}$ | 0,055 |
| 18,00 | $3,582 \cdot 10^{-2}$ | $2,852 \cdot 10^{-3}$ | 0,111 |
| 27,00 | $5,374 \cdot 10^{-2}$ | $4,278 \cdot 10^{-3}$ | 0,167 |
| 36,00 | $7,165 \cdot 10^{-2}$ | $5,705 \cdot 10^{-3}$ | 0,223 |
| 45,00 | $8,957 \cdot 10^{-2}$ | $7,131 \cdot 10^{-3}$ | 0,279 |
| 54,00 | $10,748 \cdot 10^{-2}$ | $8,557 \cdot 10^{-3}$ | 0,335 |
| 63,00 | $12,539 \cdot 10^{-2}$ | $9,983 \cdot 10^{-3}$ | 0,391 |
| 72,00 | $14,331 \cdot 10^{-2}$ | $11,410 \cdot 10^{-3}$ | 0,447 |
| 81,00 | $16,122 \cdot 10^{-2}$ | $12,836 \cdot 10^{-3}$ | 0,503 |
| 90,00 | $17,914 \cdot 10^{-2}$ | $14,262 \cdot 10^{-3}$ | 0,559 |
| 99,00 | $19,705 \cdot 10^{-2}$ | $15,689 \cdot 10^{-3}$ | 0,615 |
| 108,00 | $21,496 \cdot 10^{-2}$ | $17,115 \cdot 10^{-3}$ | 0,671 |
| 117,00 | $23,288 \cdot 10^{-2}$ | $18,541 \cdot 10^{-3}$ | 0,727 |
| 126,00 | $25,079 \cdot 10^{-2}$ | $19,967 \cdot 10^{-3}$ | 0,783 |
| 135,00 | $26,871 \cdot 10^{-2}$ | $21,394 \cdot 10^{-3}$ | 0,839 |
| 144,00 | $28,662 \cdot 10^{-2}$ | $22,820 \cdot 10^{-3}$ | 0,895 |
| 153,00 | $30,453 \cdot 10^{-2}$ | $24,246 \cdot 10^{-3}$ | 0,951 |
| 162,00 | $32,245 \cdot 10^{-2}$ | $25,672 \cdot 10^{-3}$ | 1,007 |
| 171,00 | $34,036 \cdot 10^{-2}$ | $27,099 \cdot 10^{-3}$ | 1,063 |
| 180,00 | $35,828 \cdot 10^{-2}$ | $28,525 \cdot 10^{-3}$ | 1,119 |

Afin de visualiser les résultats tabulés, il est préférable de les représenter sous forme de graphes comme le montre la figure III.3.

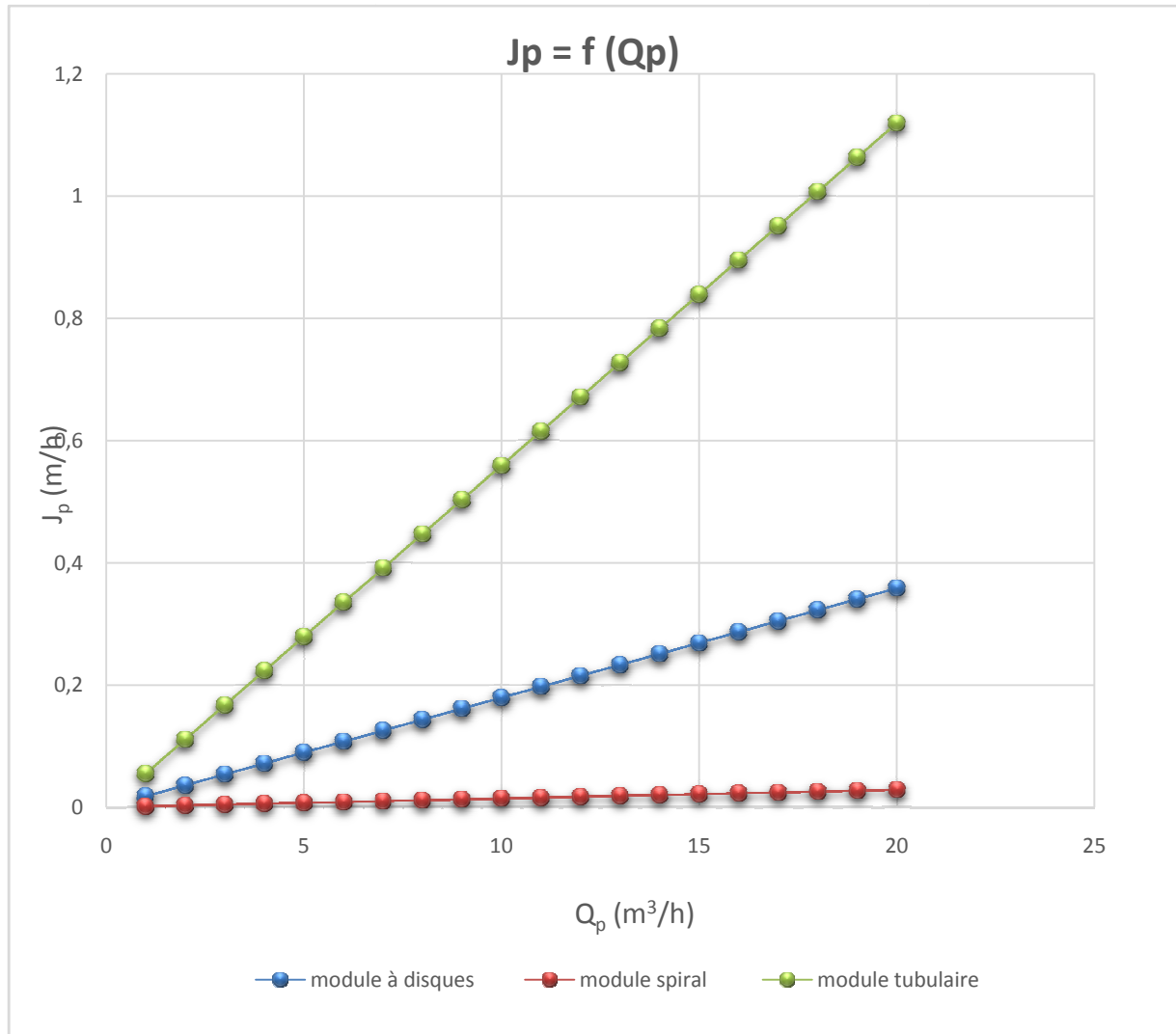


Figure (III.3) : Variation du flux de perméat par type de module

D'abord, les trois courbes ci-dessus ont tous la même allure, une droite ascendante où le flux du perméat des trois modules est directement proportionnel au débit du perméat.

Le décalage entre les trois courbes vient évidemment de la divergence qui existe entre les ordres de grandeurs des flux de perméation. En effet, ces derniers sont relativement petits pour un module spiral (de l'ordre 10^{-3}), alors que celles d'un module cylindrique à disques juxtaposés sont 10 fois plus grandes que le type précédent (de l'ordre 10^{-2}). Le troisième type quant à lui, il se situe dans une plage plus importante de 10 fois plus que celle du cylindrique à disques juxtaposés et 100 fois plus que le spiral. D'où il semble logique de conclure que le module tubulaire est le plus efficace dans le cas de cette conception car il fournit un flux de perméat maximal.

c) Type de membrane-module membranaire (physicochimie) :

C'est d'après les conditions de fonctionnement et la conception étudiée que nous avons pu choisir le type de membrane adéquat pour un tel procédé de filtration, en l'occurrence, l'osmose inverse (OI).

Dans le cas de notre station qui a pour but de traiter des effluents saumâtres, nous avons opté pour les **membranes organiques de type poly sulfone**, un polymère organique avec une gamme de caractéristiques qui lui confèrent une grande adaptabilité aux différentes applications. Le tableau (III.4) regroupe les avantages et les inconvénients liés à ce type de membrane.

Tableau (III.4) : caractéristiques du poly sulfone.

| Type | Abréviation | Avantages | Inconvénients |
|-------------|-------------|---|--|
| Polysulfone | PSU | - Bonne stabilité thermique. - Bonne tenue au pH. - Résistance au Chlore. | - Sensible au compactage. - Adsorptions |

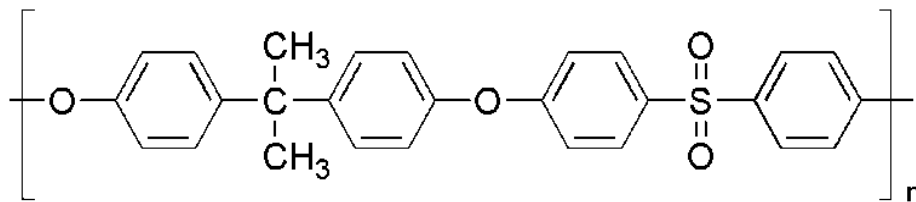


Figure (III.4) : formule chimique du poly sulfone.

Afin d'être mises en œuvre, les membranes doivent être montées dans des supports appelés modules. Différentes géométries de modules ont été commercialisées, et notre choix est tombé sur le **module tubulaire**, pour plusieurs critères que le tableau (III.5) suivant décrit :

Tableau (III.5) : avantages et inconvénients de module tubulaire.

| Avantages | Inconvénients |
|--|---|
| - Technologie simple. - Peut traiter tous types de fluide(chargés, visqueux). - Facilité de nettoyage. | - Consommation d'énergie élevée. - Faible compacité (10 à 300 m ² /m ³). - Cout élevé. |

- **Mode de fonctionnement :**

Dans notre cas, ce module est constitué de plusieurs tubes organiques en parallèle. Le diamètre du tube est compris entre 4 et 25 mm, le plus souvent 12.5mm. L'eau à traiter circule à l'intérieur des tubes et le perméat est recueilli à l'extérieur. C'est le seul type de module qui peut être nettoyé mécaniquement avec un système de balles de mousse qui raclent les parois des tubes. L'écoulement à l'intérieur des tubes est turbulent (figure III.5).

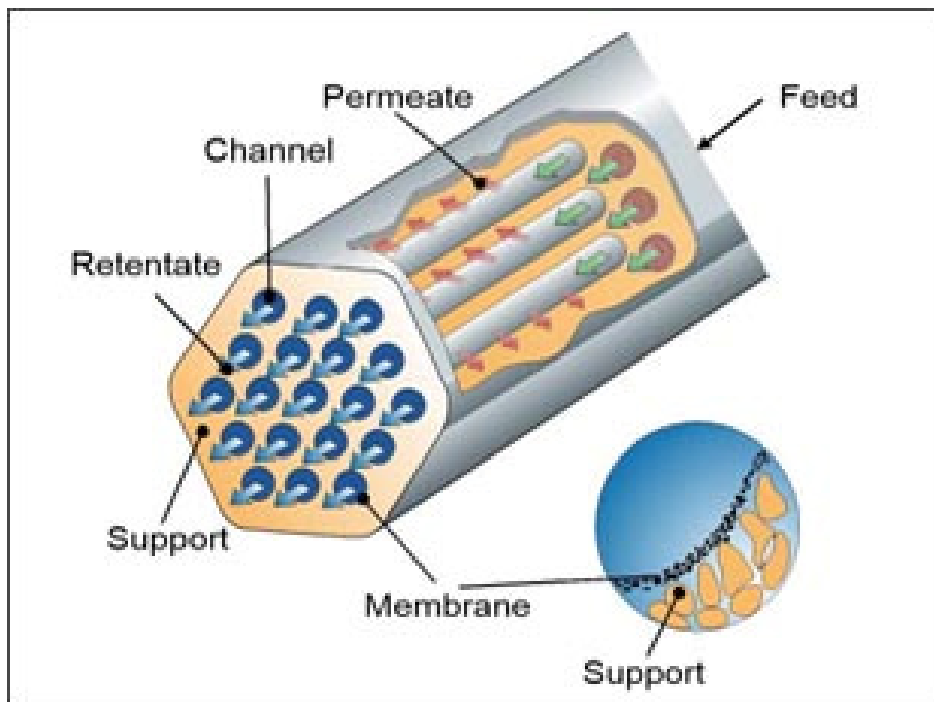


Figure (III.5) : module membranaire tubulaire (Tetra Pak).

d) Calcul de la pression osmotique :

La pression osmotique est donnée par la relation :

$$\pi = 10^3 \sum m_i RT \quad (III.7)$$

Avec : π : pression osmotique (en Pa), $\sum m_i$ somme des molalités de chaque ion ou molécule non ionisée (en mol.kg⁻¹), R constante molaire des gaz (8,314 J mol⁻¹) et T température (en K).

Pour le cas de la solution saline rentrant dans l'osmoseur, composée essentiellement de $NaCl$ ($C_A = 10^5 g m^{-3} = 10^2 g L^{-1} \cong 10^2 g kg^{-1}$), on aura :

$$\pi = 10^3 RT(m_{Cl^-} + m_{Na^+}) = 10^3 \times 8,314 \times 298 \left(\frac{10^2}{35,5} + \frac{10^2}{23} \right)$$

$$\pi = 177,51 \times 10^5 Pa \cong 177,51 bars$$

Pour que le système puisse fonctionner en mode 'osmose inverse' dans de bonnes conditions techniques et économiques, il faut que la pression appliquée soit deux fois celle de la pression osmotique. On en déduit que la pression de fonctionnement (P_F) de notre station de l'ordre de **360bars**.

Conclusion

Ce travail a été réalisé à la raffinerie du sucre de Mostaganem RAMSUCRE. Il entre dans le cadre de la finalisation d'un projet de fin d'études master en génie des procédés option génie chimique.

Il a été divisé en deux parties. L'étude d procédé de raffinage du sucre roux et l'étude d procédé de décoloration du sirop sur résine échangeuse d'ions.

La décoloration sur résine échangeuse d'ions impose le passage par une étape de régénération de cette dernière par une solution de saumure basique. Cette saumure est préparée avec du chlorure de sodium d'une certaine pureté et est mise à l'égout après utilisation, ce qui nous a incité à envisager la possibilité de la récupération de cette solution.

La valorisation de la solution de saumure à un double objectifs ; ne pas polluer et récupérer des éléments de traitement.

Pour la récupération, le système envisagé, calculé et dimensionner est celui d'utiliser la filtration sur membrane par le procédé d'osmose inverse. Les calculs ont montré que :

- Le module tubulaire est le plus efficace dans le cas de cette conception.
- Le type de membrane adapté à la configuration de RAMSUCRE est : une membrane organique de type poly sulfone.
- Type de module : tubulaire avec un diamètre du tube compris entre 4 et 25 mm, le plus souvent 12.5mm.
- Pression de fonctionnement : 360 bars

Perspectives

Dans le cas de cette unité, l'osmose inverse peut éventuellement être couplée à la nano filtration. La combinaison de ces deux technologies, permet de recycler la quasi-totalité du sel et de l'eau nécessaires à la régénération des résines.

Ce procédé a l'avantage de laisser passer les ions monovalents (Chlore, Sodium) et les composés organiques non ionisés de masse molaire inférieure à environ 200 - 250 g/mol, mais de retenir les ions divalents (Calcium, Magnésium, sulfates, etc.). Le rétentat est donc chargé en colorants et impuretés tandis que le perméat est concentré en chlorure de sodium.

Références bibliographiques

- Abdi, M. Suivi du procédé de décoloration du sucre roux sur résine échangeuse d'ions. Master en science alimentaire. Université de Blida, Algérie. 2013.
- Achouri, A. Guenauoi, K. Contribution à l'étude de la décoloration des sirops sucrés par résines échangeuses d'ions. Master en génie chimique. Université de Béjaia, Algérie. 2013.
- Adrar, Y. Ramdani, S. Etude du phénomène de la décoloration par adsorption sur une résine échangeuse anionique et impact de la décoloration sur le sucre blanc. Master en analyse chimique. Université de Béjaia, Algérie. 2016.
- Berland, J-M. Juery, C. Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau. Document technique, FNDAE, N°14. 2002.
- El mourabiti, Y. Optimisation de la décoloration du sucre et la récupération du sel pendant l'étape de régénération de la résine décolorante. Master sciences et techniques. Université de Fès, Maroc. 2010.
- Elbaz, A. Etude et optimisation des opérations de régénération des résines de décoloration du sirop de sucre à COSUMAR. Master en industries agricoles et alimentaires. Université de Fès, Maroc. 2015.
- Prieur, C. Manuel opératoire. NOVASEP PROCESS. 5, chemin du Pilon 01700 Saint Maurice de Beynost. 2011.
- Theoleyre, M-A. Gonin, A. Paillat, D. Lutin, F. Vers une sucrerie zéro effluent, le cas de la raffinerie de sucre. CentraleSupelec, LGPM, CEBB 3 rue des Rouges Terres 51110 Pomacle. Eurodia, ZAC St Martin, Impasse St Martin, 84210 Pertuis.

Résumé

Notre travail repose sur l'étude de raffinage du sucre roux, et plus précisément sa décoloration qui est un paramètre clé pour l'obtention d'un produit de haute qualité.

Durant notre stage, on a pu mettre en évidence ce procédé de décoloration qui se fait par des colonnes à résines échangeuses d'ions et qui comporte plusieurs étapes.

On distingue la régénération, une étape primordiale dans ce processus qui consomme des quantités énormes de matières premières (eau et $NaCl$), ce qui nous a poussé à proposer une conception et faire une étude d'une nouvelle station d'osmose inverse pour traiter les effluents de la régénération riches en saumure, afin d'optimiser le procédé économiquement.

On a réussi à établir un cahier de charges à base des données d'alimentation :

- D'abord, le calcul du flux de perméat pour plusieurs modèles de support, ce qui a conduit à la fin à choisir le module tubulaire pour son efficacité et son flux maximal.
- Ensuite, le calcul de la pression qui doit être exercée pour un bon fonctionnement de l'installation qui est égale à environ 360 bars.

Après cette étude, ça sera alors accessible de mettre en œuvre un tel projet.

Mots clés : raffinage du sucre - décoloration par résines échangeuses d'ions – régénération - osmose inverse – membrane.

Abstract

Our work is based on the study of refining brown sugar, and more precisely its discoloration which is a key parameter for obtaining a high quality product.

During our internship, we were able to highlight this discoloration process which is done by columns with ion exchange resins and which includes several stages.

We distinguish regeneration, a primordial step in this process which consumes a huge quantity of raw materials (water and $NaCl$), that's what drove us to propose a design and make a study of a new reverse osmosis station to treat regeneration effluents rich in brine, in order to optimise the process economically.

We managed to establish a specifications based on feed data :

- First, the calculation of the permeate flow for different support models, which led in the end to choose the tubular module for its efficiency and maximum flow.
- Then, the calculation of the pressure which must be exerted for a good operation of the installation which is equal to approximately 360 bars.

After this study, it will then be accessible to implement such a project.

Key words : sugar refining – discoloration by ion exchange resins – regeneration – reverse osmosis – membrane.

