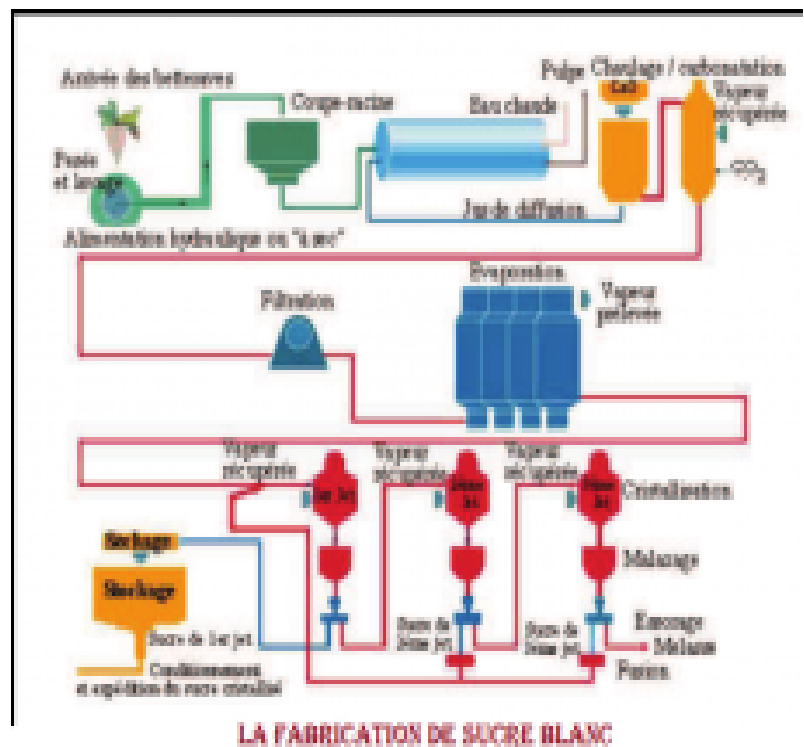


# Cristallisation

*Équipe de Formation*



# Table des matières



<b>Objectifs</b>	4
<b>Introduction</b>	5
<b>I - I. Définitions et généralités</b>	6
<b>II - II. Principes de dissolution et de cristallisation</b>	8
1. II.1 Principes .....	8
2. II.2 Mécanisme de formation de cristaux .....	9
2.1. A. Nucléation (germination) .....	9
2.2. B. Croissance (nourrissement) des germes en cristaux .....	9
3. II.3 Caractéristiques d'un cristal .....	10
3.1. A. Facteurs d'influence .....	10
3.2. B. Dimension des cristaux .....	10
<b>III - III. Bilan de matière</b>	11
1. 1) Débits massiques – Unités: kg(t)/h .....	11
2. 2) Titres massiques (pondéraux) - fraction de soluté dans la solution – Unités: kg(t) .....	11
3. 3) Enthalpies (chaleurs totales) spécifiques: Unités: kcal(kJ)/kg .....	11
4. 4) Masses molaires et solubilités .....	12
5. Exercice : Exercice d'application 1 .....	12
<b>IV - IV. Bilan d'énergie</b>	14
1. Flux de chaleur (quantité de chaleur/h) qu'il faut éliminer .....	14
2. Suite .....	14
3. Exercice : Exercice d'application 2 .....	14
<b>V - V. Méthodes d'obtention de la sursaturation</b>	16
1. Méthodes d'obtention de la sursaturation –fonction de l'allure de la courbe de solubilité .....	16
2. V.1 Refroidissement direct (échange thermique) .....	17
3. V.2 Refroidissement par évaporation sous vide .....	18
3.1. Évaporation sous vide .....	18

4. V.3 Refroidissement par évaporation isotherme .....	19
4.1. <i>Évaporation isotherme</i> .....	19
5. V.4 Relargage par ajout d'un sel .....	19
5.1. <i>un sel</i> .....	19
6. V.5 Sursaturation par précipitation .....	19
6.1. <i>PRÉCIPITATION</i> .....	20
7. V.6 Place du cristalliseur dans le procédé industriel .....	20
7.1. <i>Cristallisation = opération de purification</i> .....	20
8. V.7 Place du cristalliseur dans le procédé industriel .....	21
8.1. <i>Le procédé industriel</i> .....	21
<b>VI - Procédés de raffinage du sucre/Sucre de betterave</b> .....	<b>22</b>
1. Betterave sucrière .....	22
<b>Conclusion</b> .....	<b>25</b>

# Objectifs



La cristallisation est l'une des opérations unitaires les plus anciennes pratiquées (évaporation de l'eau de mer pour isoler du sel).

La cristallisation est une opération physique consistant à isoler un produit en solution.

L'objectif de la cristallisation peut être :

- Isoler un produit en solution pour le récupérer sous forme solide ;
- Purifier le produit ;
- Conférer au solide la bonne forme cristalline (morphologie, taille de particules, ...).

# Introduction



Pour être rentable, l'industrie sucrière, comme toute autre industrie moderne doit produire vite et bien. Or si la cristallisation est l'un des meilleurs moyens de purification (pouvant assurer la qualité du produit qui de plus est facilement transportable et stockable), les lois qui régissent ce phénomène sont loin d'être simples, surtout en milieu impur, et la rapidité peut poser des problèmes du point de vue de la qualité. Le but de la fabrication consistera à concilier au mieux ces deux facteurs et travailler aussi vite que possible tout en respectant les objectifs de qualité commerciale requise du produit fini : le Sucre.

*CRISTALLISATION = Changement d'état dans un milieu L (solution ou substance fondue) ou gazeux qui conduit à la formation d'une phase S cristalline (organisation géométrique régulière)*



# I. Définitions et généralités



## ☞ Exemple

---

- Formation d'un S à partir du même composé L (glace à partir de l'eau)
- Dépôt/ précipitation de cristaux d'un ou de plusieurs constituants dissous dans un solvant (cristallisation sel de l'eau de mer)
- Apparition d'une phase cristallisée dans un solide ou un liquide (structures cristallines des composés minéraux et des polymères organiques)
- Sublimation

## Définition générale

*CRISTALLISATION = Opération fondamentale qui a pour but la formation de cristaux d'un ou de plusieurs solutés à partir de leurs solution dans un liquide, le solvant.*

- Peut se réaliser naturellement ou peut être provoquée
- « Solution restante = solution-mère = eau-mère »
- Les cristaux sont retirés de la solution restante par filtration ou centrifugation
- Peut être envisagée comme l'inverse de la dissolution
- Par analogie avec la distillation, la cristallisation peut être simple ou fractionnée
- Simple = dépôt de cristaux d'un seul soluté
- Fractionnée = plusieurs précipitations successives de plusieurs solutés cristallisés, plus ou moins purs, à partir d'une solution de ces solutés
- Formation de cristaux = dégagement ou absorption de chaleur (échauffement le plus souvent), à partir de solutions amenées à la sursaturation, par évaporation et refroidissement

## Pourquoi cristalliser?

- Récupérer de substances dissoutes dans un solvant
- Purifier certains composés
- Obtenir des solides ayant une belle apparence, pour lesquels le transport est facile et économique
- Obtenir des espèces chimiques solides pures ne donnant pas de cristaux mixtes
- Obtenir des corps fondant à basse température et à haute tension de vapeurs

*La cristallisation = une opération de purification, parmi les plus efficaces utilisées dans l'industrie chimique Utilisée souvent par les industries minérales et organiques.*

*La vitesse de cristallisation est limitée par :*

1. la vitesse de formation des « germes » = petits cristaux qui peuvent facilement se dissoudre du fait de leur grande surface spécifique. Elle peut être accrue par:
  - a) l'utilisation de hautes températures
  - b) d'une agitation vigoureuse
  - c) d'une vitesse de refroidissement élevée
2. la vitesse de croissance des cristaux, liée à la différence de concentration existant entre la surface du solide et la solution

*Types de cristallisation :*

- en phase gazeuse
  - en bain fondu
  - en solution
1. *En phase gazeuse :*
    - a) concerne seulement quelques produits ( $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{ZrCl}_2$ , anhydride phtalique)
    - b) application industrielle réduite
  2. *En bain fondu :*
    - a) permet la préparation d'agrégats cristallins ou de monocristaux particuliers (métaux, alliages, pierres précieuses, etc.)
    - b) permet la séparation des composants d'un mélange, afin de l'obtenir à l'état pur
    - c) les différentes matières présentes peuvent avoir des points de fusion très proches ou même identiques
    - d) la plus grande partie des matières industrielles issues de la cristallisation est obtenue par fusion
    - e) Les solvants doivent être ajoutés seulement si la viscosité de la masse fondue est trop élevée ou si la température de dissolution est trop basse
  3. *En solution :*
    - a) si la substance de départ est obtenue dans d'autres processus, la cristallisation permet l'obtention d'un soluté sous forme de cristal bien formé et souvent la séparation des composants de la solution.
    - b) la formation de particules solides de taille variable à partir d'une solution opération reconnue de mise en forme

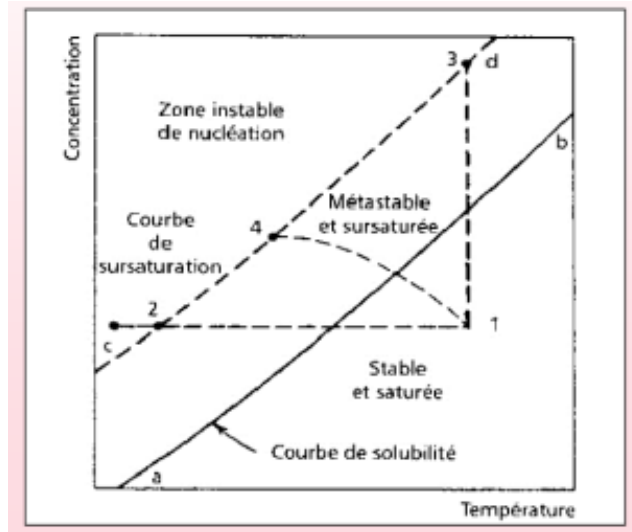
# II. Principes de dissolution et de cristallisation



## 1. II.1 Principes

- Dissolution = phénomène suivant lequel un ou plusieurs corps, mis en contact, donnent sans réaction chimique, un mélange S, L ou G homogène
  - Solubilité = propriété d'une substance de se dissoudre dans une autre
  - Solution = mélange L dont les constituants sont le ou les solutés et le solvant
  - Il est d'usage de réserver le nom de solvant au constituant en plus grande quantité
  - Action dissolvante d'un liquide sur un solide = due à la grande affinité du soluté et du solvant provoquée par l'existence de forces attractives du solvant
  - Le processus inverse de la dissolution = la formation de cristaux de soluté dans la solution = cristallisation
  - La cristallisation se produit avec un liquide surfondu ou avec une solution sursaturée
  - Une solution est saturée en soluté (à P et T données) lorsque le solvant n'est plus capable de dissoudre de soluté (dissolution maximum) = vitesse de cristallisation = vitesse de dissolution = équilibre dynamique entre les cristaux et le solvant
  - Solubilité = quantité de corps dissoute dans une certaine quantité de solvant à la saturation, pour une T et P déterminées
  - Dans la pratique industrielle: nombre de parties en poids de soluté pour 100 parties en poids de solvant – tables de solubilités
- Elle varie avec :
- a) la nature du soluté
  - b) la nature du solvant
  - c) la température
  - d) la pression





$$\text{Conc} = f(\text{Temp}^\circ)$$

## 2. II.2 Mécanisme de formation de cristaux

*Cristallisation - produite à partir d'un produit surfondu ou d'une solution sursaturée par 2 processus simultanés*

1. Nucléation (germination)
2. Croissance (nourrissement) des germes en cristaux

### 2.1. A. Nucléation (germination)

- Formation des germes ou centres de cristallisation
- Favorisée en général par *la diminution de la température* (provoque une sursaturation)
- *Germination spontanée* par un *refroidissement* local à la surface ou à l'intérieur du liquide – si température trop basse – vitesse de cristallisation faible
- Accélérée par:
  - 1) *agitation mécanique* ou *pneumatique* du liquide,
  - 2) le *frottement* ou les *chocs de corps solides* à l'intérieur du liquide
- La méthode la plus convenable d'amorçage = *addition de petits cristaux* du produit à cristalliser; si l'on ne possède pas de produit désiré on peut ajouter: *le verre pilé, le kieselguhr, la silice*

### 2.2. B. Croissance (nourrissement) des germes en cristaux

- A lieu dès que des germes apparaissent dans un liquide surfondu ou dans une solution sursaturée
- La *vitesse de croissance* de cristaux *augmente* d'abord avec l'abaissement de la température, *passé par un maximum et décroît* par la suite et s'annule quand la température est devenue trop basse
- *Croissance* – est réglée par *le mouvement du soluté vers le cristal*: diffusion de la phase liquide vers les faces du solide et diffusion à travers un film de liquide à la surface du cristal
- *Le transfert du soluté* de la solution vers le cristal a lieu *si le gradient de concentration entre les 2 phases est suffisamment élevé*

- Vitesse de croissance des cristaux – proportionnelle à la différence des teneurs du soluté dans la solution et à la saturation

### 3. II.3 Caractéristiques d'un cristal

#### 3.1. A. Facteurs d'influence

- *L'agitation* – améliore les échanges thermiques et diminue l'épaisseur du film de liquide à la surface du cristal
- *Les dimensions et les formes des cristaux* – les petits cristaux ont une force d'attraction faible pour le soluté tandis que les cristaux volumineux ont une force attractive plus importante
- *La vitesse de croissance* augmente avec *la solubilité du soluté* et son *degré d'association*

#### 3.2. B. Dimension des cristaux


- Petits cristaux par cristallisation rapide
- Gros cristaux par une opération lente
- Au point de vue industriel – la liqueur – mère adhère aux petits cristaux et elle est plus difficile à enlever par lavage qu'avec les gros cristaux
- Au stockage – les petits cristaux ont une plus grande tendance à s'agglomérer

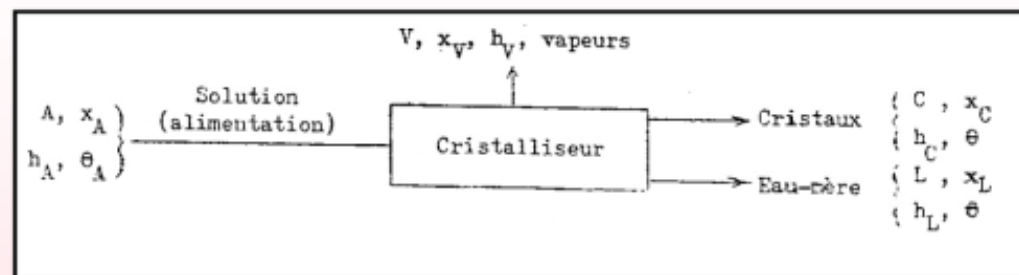
[cf. Les étapes de la cristallisation]

# III. Bilan de matière

III

## 1. 1) Débits massiques – Unités: kg(t)/h

 *Fondamental*



A = alimentation (solution à cristalliser)

L = solution restante = eau-mère

V = vapeur de solvant = 0 (si pas d'évaporation de solvant)

C = cristaux

## 2. 2) Titres massiques (pondéraux) - fraction de soluté dans la solution – Unités: kg(t)

$X_A$  = soluté dans l'alimentation

$X_L$  = soluté dans l'eau-mère

$X_V$  = soluté dans la vapeur

$X_C$  = soluté dans les cristaux

$X_V = 0$  – Soluté peu volatil

## 3. 3) Enthalpies (chaleurs totales) spécifiques: Unités: kcal(kJ)/kg

$h_A$  = de la solution d'alimentation (à la température  $\Theta_A$ )

$h_L$  = de l'eau-mère (à la température  $\Theta$ )

$h_C$  = des cristaux (à la température  $\Theta$ )

$H_V$  = de la vapeur (à la température  $\Theta$ )

## 4. 4) Masses molaires et solubilités

$M$  = masse molaire du soluté

$S$  = masse molaire du solvant

$m_A$  = teneur en soluté de la solution initiale à la température  $\Theta_A$

$m_L$  = solubilité de la solution finale à la température de cristallisation  $\Theta$

$m_L$  = teneur en soluté dans la vapeur lorsque le soluté est volatil

$$X_A = \frac{m_A}{m_A + 100} \text{ (III .1) } \dots X_L = \frac{m_L}{m_A + 100} \text{ (III .2) } \dots X_c = \frac{M}{M + nS} \text{ (III .3) } \dots X_C = 1$$

Masses totales

$$A = C + L + V \dots \text{(III.4)}$$

Masses de soluté

$$A X_A = C X_C + L X_L + V X_V \dots \text{(III.5)}$$

Lorsque la cristallisation est faite sans évaporation de solvant ( $V=0$ )

$$A = C + L \dots \text{(III.6)}$$

$$A X_A = C X_C + L X_L \dots \text{(III.7)}$$

$$C = \frac{A(X_A - X_L)}{X_C - X_L} \dots \dots \text{(III .8)} \quad C_0 = A \cdot X_A \left( \frac{M + nS}{M} \right) \dots \dots \text{(III .9)}$$

Rendement de cristallisation

$$R = C / C_0 \dots \dots \text{(III.10)}$$

## 5. Exercice : Exercice d'application 1

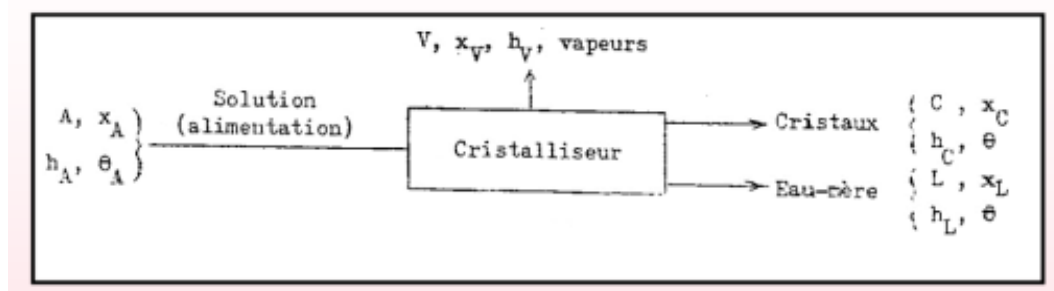
On cristallise à  $10^\circ\text{C}$  une tonne de solution aqueuse de nitrate de sodium au titre de 52 %, prise à  $60^\circ\text{C}$ .

Calculer le taux de saturation, la masse de cristaux déposés et le rendement de la cristallisation.

Les solubilités données par les tables sont:

80,0 g de  $\text{NaNO}_3$  pur dans 100 g d'eau à  $10^\circ\text{C}$

124 g de  $\text{NaNO}_3$  pur dans 100 g d'eau à  $60^\circ\text{C}$



(1) taux de saturation (à 60 °C) ..... Avec  $m_A = 108,33 \text{ g}$

$$X_A = \frac{m_A}{m_A + 100}$$

$$\text{Taux} = 0,87$$

(2) Masse de cristaux (à 10 °C)

$$A = C + L$$

$$AX_A = CX_C + LX_L$$

$$X_L = \frac{m_L}{m_A + 100}$$

$$X_L = 0,444 \dots X_C = 1$$

$$C = \frac{A(X_A - X_L)}{X_C - X_L}$$

$$C = 137 \text{ Kg}$$

$$R = C / C_0$$

$$C_0 = A \cdot X_A \left( \frac{M + nS}{M} \right)$$

Donc :

$$C_0 = 520 \text{ kg}$$

$$R = 26 \%$$

# IV. Bilan d'énergie

## IV

### 1. Flux de chaleur (quantité de chaleur/h) qu'il faut éliminer

#### Définition

*Chaleur de cristallisation = quantité de chaleur dégagée ou absorbée pendant la précipitation d'une quantité donnée de cristaux d'une solution saturée*

*Chaleur de cristallisation = - Chaleur dissolution*

$$\sum \text{chaleurs totales des fluides entrants} = \sum \text{chaleurs totales des fluides sortants}$$

$$A.h_A = C.h_C + L.h_L + V.h_V + q \dots (IV.1)$$

$$q = A.(h_A - h_L) - V.(H_V - h_L) + C.(h_L - h_C) \dots (IV.2)$$

$(h_A - h_L) = C.(\theta_A - \theta_L)$  = Variation d'enthalpie spécifique : : : sensible pour passer  $\theta$  à  $\theta_A$

$h_L - h_C$  = Variation d'enthalpie spécifique de dissolution

$H_V - h_L = \lambda$  chaleur latente de vaporisation du solvant

### 2. Suite

$$q = S . K . \Delta T$$

$$\Delta T = \frac{(T_L - T_{Eau\ Entrée}) - (T_A - T_{Eau\ Sortie})}{\ln\left(\frac{T_L - T_{Eau\ Entrée}}{T_A - T_{Eau\ Sortie}}\right)} \dots (IV.3)$$

### 3. Exercice : Exercice d'application 2

*On cristallise, en continu, à 10 °C une tonne/h de solution aqueuse de sulfate de sodium, saturée à 50 °C. Déterminer le débit-massique de sulfate de sodium décahydraté formé. Les solubilités relevées dans les tables sont:*

*9,0 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pur dans 100 g d'eau à 10 °C*

*46,7 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pur dans 100 g d'eau à 50 °C*

*Calculer la chaleur à éliminer dans cette cristallisation. On donne:*

*Chaleur de dissolution molaire de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O = 18,76kcal/mol (à 10 C)*

Chaleur spécifique moyenne de la solution: 0,85 kcal/kgC

$M + nS = 322 \text{ g/mol}$

Chaleur de dissolution:  $18,76 \text{ kcal/mol} \times (660\text{kg/h})/322\text{g/mol} = 38,452 \text{ kcal/h}$

Chaleur sensible:  $mcDT = 34 \text{ kcal/h}$

$Q \text{ à éliminer} = 72,452 \text{ kcal/h kcal/h}$

# V. Méthodes d'obtention de la sursaturation

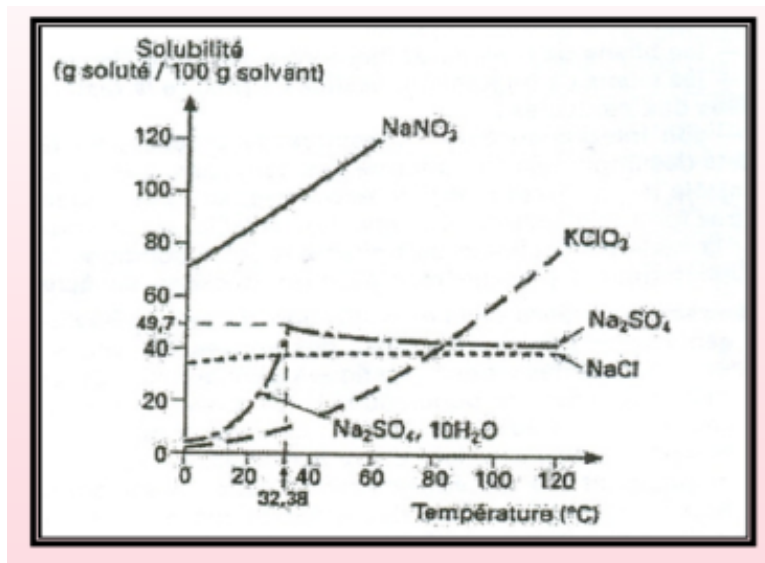
V

## 1. Méthodes d'obtention de la sursaturation –fonction de l'allure de la courbe de solubilité

### Définition

*SURSATURATION = Agir t physiquement ou t chimiquement sur la solution pour que la concentration du soluté dans la solution dépasse la solubilité*

1. Refroidissement direct ou par échange thermique
2. Refroidissement par évaporation du solvant sous vide
3. Évaporation isotherme
4. Relargage par ajout d'un sel (salting out) ou d'un tiers solvant
5. Précipitation



*Courbes de solubilité de divers composés minéraux dans l'eau.*

Le choix de la méthode d'obtention de la sursaturation dépend de:

1. La conduite du cristalliseur (continu ou batch)
2. La durée de l'opération
3. Le rendement économique

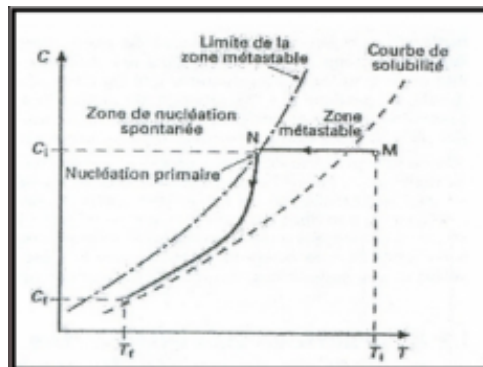
Les 5 méthodes de génération de la sursaturation sont appliquées aussi bien aux :



- Cristallisoirs continus (conditions de fonctionnement constantes: T, pression, concentration du solide)
- Cristallisoirs discontinus (batch) pour lesquels les paramètres de fonctionnement varient au cours de l'opération

## 2. V.1 Refroidissement direct (échange thermique)

- S'applique lorsque *la variation de la solubilité avec la température est importante* entre la  $T_{\text{ambiante}}$  et la  $T_{\text{vaporisation}}$  à  $P_{\text{atm}}$
- Méthode très utilisée puisque les industriels recherchent généralement un solvant de cristallisation ayant cette propriété
- $M =$  solution initiale  $(C_i, T_i)$  sous-saturée
- Refroidissement pour arriver dans la zone métastable – nucléation primaire – apparition des cristaux et grossissement
- dans cette zone le milieu est sursaturé si refroidissement lent
- arrêt de l'opération à  $T_f$



*Évolution de la concentration du soluté en phase liquide lors d'une cristallisation discontinue par refroidissement*

- Le refroidissement est obtenu à l'aide d'un *échangeur thermique*
  - 1) paroi du cristallisoir;
  - 2) serpentín (servant également de tube de recirculation autour de l'agitateur);
  - 3) échangeur sur une boucle de recirculation externe – à éviter - risques d'encroûtement des surfaces froides – fatal en continu (nécessite le démontage de l'échangeur externe, coûteux en temps et en main-d'œuvre)

### 3. V.2 Refroidissement par évaporation sous vide

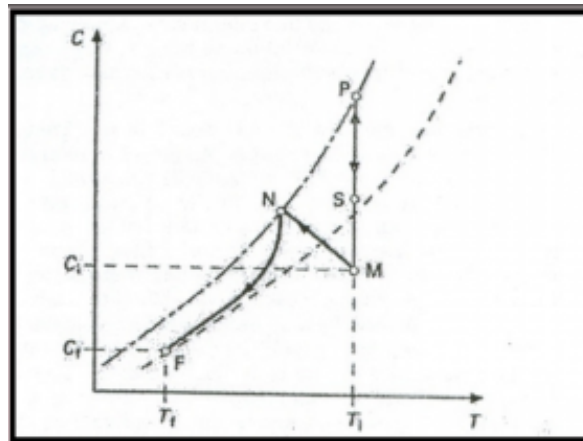
#### 3.1. Évaporation sous vide

- Consiste à *évaporer une partie du solvant sous un vide* de plus en plus poussé – provoque une descente de température qu'il s'agit de contrôler
- *Productivité élevée* puisque refroidissement plus rapide
- Ce mode est utilisé lorsque le refroidissement par paroi ne convient pas (encroûtement trop important)
- Le solvant évaporé est condensé et il peut être

1) réinjecté dans le cristalliseur (cristallisation par refroidissement)

2) soutiré (concentration)

- Est appliqué lorsque les pressions à atteindre ne sont pas trop faibles (environ 50 mmHg)
- Problème: la coexistence de 3 phases (S-L-V) peut conduire au moussage

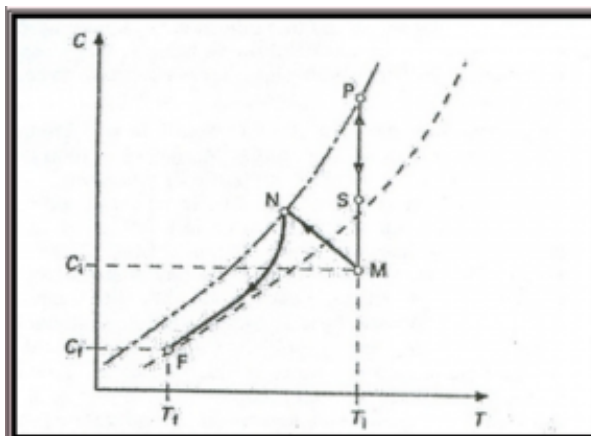


Évolution de la concentration du soluté en phase liquide lors d'une cristallisation par évaporation sous vide (chemin MNF)

## 4. V.3 Refroidissement par évaporation isotherme

### 4.1. Évaporation isotherme

- Consiste à évaporer (à T constante) le solvant sous pression réduite
- Est assurée par apport de chaleur à travers un échangeur thermique placé soit dans l'appareil soit sur une boucle de recirculation
- Procédé utilisé lorsque la solubilité varie peu avec la température (NaCl,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , sucre) ou lorsque la concentration dans la solution résiduelle est trop importante pour une bonne rentabilité de l'installation



Évolution de la concentration du soluté en phase liquide lors d'une cristallisation par évaporation (chemin MPS)

## 5. V.4 Relargage par ajout d'un sel

### 5.1. un sel

#### 🔑 Définition

*RELARGAGE* = Cristallisation induite par l'addition d'un tiers corps ne provoquant pas de réaction chimique mais seulement une diminution importante de la solubilité

- Processus différent d'une précipitation (implique une r.ch. pour former le S)
- Ex: addition de EtOH dans une solution aqueuse de NaCl provoque sa cristallisation
- Ajout d'eau dans des solutions organiques
- Ajout de solvants organiques solubles (éthanol, méthanol, acétone) dans une solution aqueuse

Inconvénients:

1) introduction d'un solvant organique inflammable et polluant dans un milieu aqueux;

2) la séparation ultérieure des solvants par une distillation coûteuse

- Procédé utilisé en chimie organique de spécialité et pour fabriquer de produits pharmaceutiques à valeur ajoutée (si pas d'autre option disponible)

## 6. V.5 Sursaturation par précipitation

### 6.1. PRÉCIPITATION

#### Définition

---

*PRÉCIPITATION = Cristallisation par réaction chimique entre 2 composés solubles pour former un composé insoluble*

#### Exemple

- 
- hydrogénocarbonate de sodium précipité est obtenu dans le procédé Solvay par réaction entre NaCl en solution aqueuse,  $\text{NH}_3$  et le  $\text{CO}_2$
  - perborate de sodium est précipité après réaction de l'eau oxygénée sur une solution de borate
  - l'acide salicylique : réaction de l'acide sulfurique sur le salicylate de sodium en solution aqueuse
1. Du point de vue des mécanismes mis en jeu, précipitation = cristallisation
  2. Différence: niveau élevé de la sursaturation avec une vitesse de nucléation énorme empêche les cristaux d'atteindre des tailles supérieures à quelques  $\mu\text{m}$

## 7. V.6 Place du cristallisateur dans le procédé industriel

### 7.1. Cristallisation = opération de purification

#### *Cristaux fabriqués*

- Doivent être *purs* - une certaine pureté imposée par l'utilisateur
- La *taille* et la *forme* – impact commercial relatif à l'aspect du produit vendu
- Doivent avoir une bonne *filtrabilité* (séparation satisfaisante et un lavage correct sur un appareil de séparation S-L)
- Taille et morphologie compatible avec les opérations de séchage, tamassage, conditionnement, stockage
- *Coulabilité* convenable = bonne aptitude à s'écouler et une manipulation facile à l'état sec
- Ne doivent pas s'agglomérer lors du stockage
- Ne doit pas être trop *générateur de poussières* pour des problèmes d'hygiène et de sécurité

## 8. V.7 Place du cristalliseur dans le procédé industriel

### 8.1. Le procédé industriel

1. Cristallisation par refroidissement du milieu réactionnel (C1)
2. Séparation + lavage des cristaux (S1)
3. Redissolution (D)
4. Cristallisation (C 2)

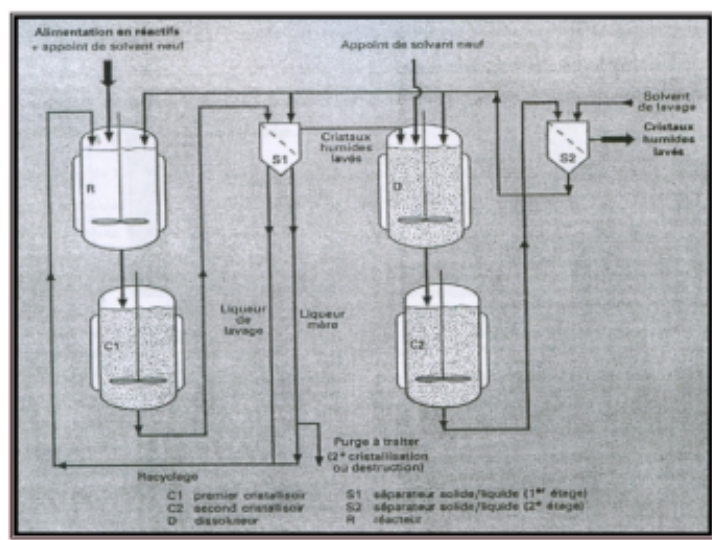


Schéma de principe d'un atelier à deux cristallisations

BUTS ???

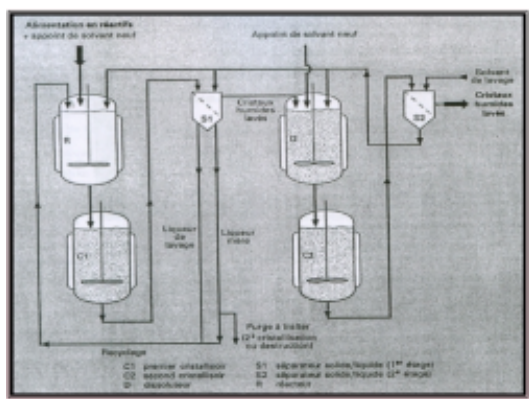


Schéma de principe d'un atelier à deux cristallisations

1. Pour une meilleure *pureté*
2. Amélioration du *faciès des cristaux*
3. Augmentation de la *taille des cristaux*

- Les interactions entre les étapes sont énormes – les impuretés peuvent avoir une influence sur les faciès des cristaux
- Important!! = fixer les concentrations en impuretés à des valeurs constantes à l'alimentation pour espérer obtenir une qualité de cristaux cte.
- Le choix du solvant réactionnel - influence non négligeable sur la forme des cristaux - compromis entre une chimie optimale (souvent privilégiée) et une cristallisation optimale à la fois sur le plan du rendement et de la qualité physique des cristaux

# Procédés de raffinage du sucre/Sucre de betterave

VI

## 1. Betterave sucrière

- 75,9 % H<sub>2</sub>O, 2,9 % composant non-sucrés, 16 % sucre et 5,5 % de pulpe.
- Pulpe: cellulose insoluble, hémicellulose et pectine.
- Récupération d'autour de 83,1 % du contenu en sucre dans la betterave sucrière.
- On en perd le reste dans la mélasse.
- Le sucre de la betterave s'obtient par extraction - isoler le saccharose et éliminer par étapes, les autres composants de la betterave.
- Pour retirer le sucre des cellules végétales, il faut le séparer des impuretés et éliminer l'eau dans laquelle le sucre est dissous.
- Au terme de ces opérations, le sucre est successivement extrait, purifié, concentré et cristallisé sans aucune altération ni transformation chimique.

### *Extraction du sucre de betterave*

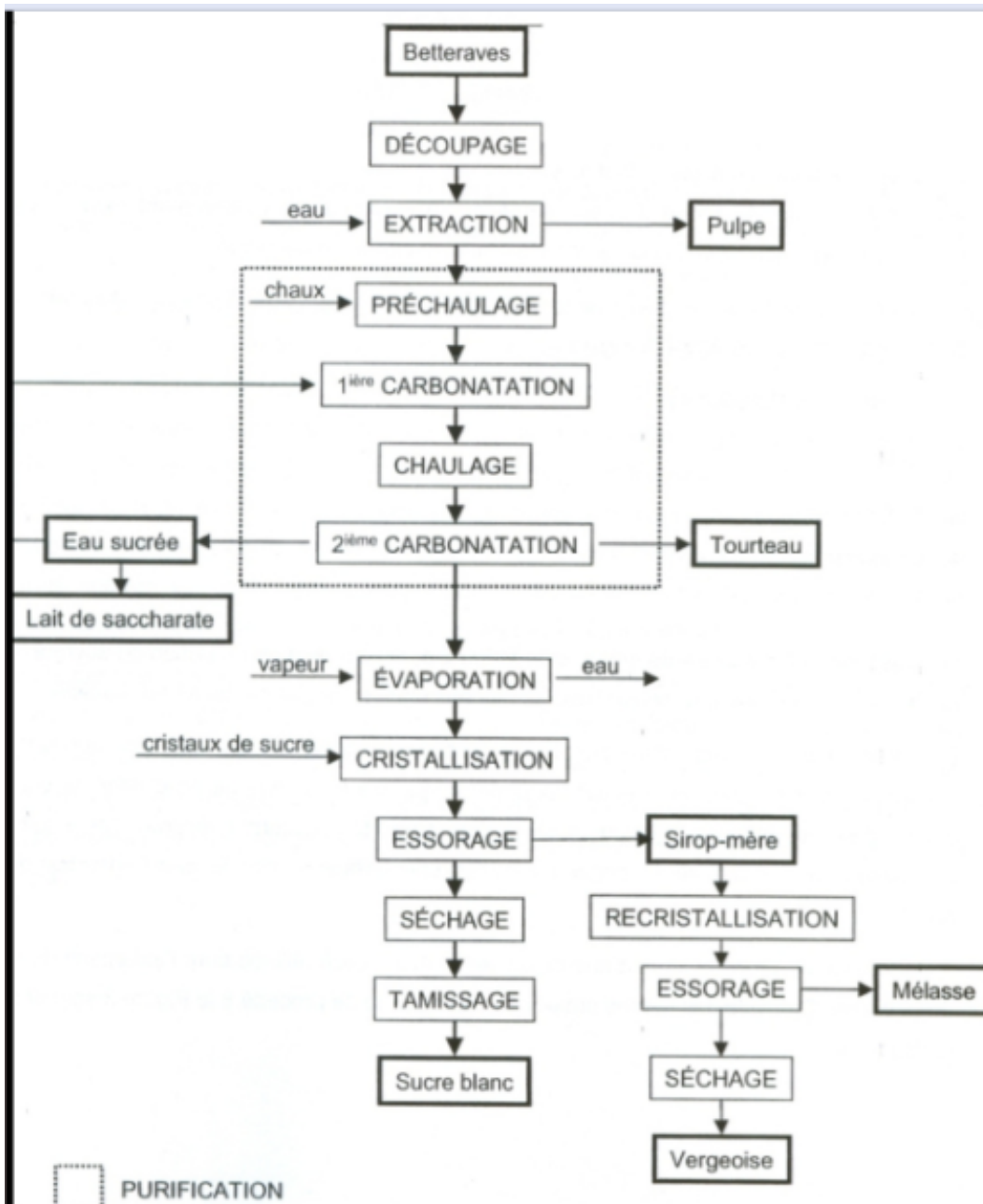
#### *Extraction*

#### *Épuration*

#### *Évaporation*

#### *Cristallisation*

- Cristallisation
1. Se fait dans les *chaudières à cuire (cuites)*-pour éviter la caramélisation – fonctionnement sous vide,
  2. Introduction de très fines cristaux dans le sirop amorce la cristallisation Sous-produits : la vergeoise (sucre de consistance moelleuse, coloré et parfumé) et les mélasses (40 – 65 % saccharose, sucre inverti et produits, inorganiques non-sucrés)
  3. Mélasse-usages: alcool, aliments pour le bétail, levures



Procédés de raffinage du sucre/Sucre de betterave

Extraction du sucre de canne à sucre

1. Extraction
2. Épuration
3. Évaporation
4. Cristallisation
5. Séchage
6. Emballage, entreposage

Cristallisation

1. Se fait dans les chaudières à cuire-sous vide – à environ 70 °C (économise l'énergie et empêche la caramélisation)

2. 50 tonnes de sucre à la fois – chaudières

3. Sous produits: bagasse, mélasse, boues

<b>Composant</b>	<b>Teneur (%)</b>
Eau	70
Fibres ligneuses	14
Saccharose	14
Impuretés	2
<b>Total</b>	<b>100</b>

*Composition moyenne de la canne à sucre*

- Bagasse: traditionnellement - source de combustible pour la sucrerie, fourrage pour les animaux et engrais
- Nouvelles applications: fabrication de papier, carton et panneaux agglomérés; fabrication du furfural; utilisation comme source d'énergie pour de centrales charbon-bagasse.

[cf. La cristallisation du sucre des bases théoriques à la production industrielle.]

Cf. "De la betterave au sucre, c'est naturel"



# Conclusion



Ce rapide survol de la cristallisation, de la théorie à la pratique, n'a fait que révéler la complexité du problème. Le phénomène de la cristallisation garde encore bien des secrets tant du point de vue théorique, où beaucoup de points restent discutables, que du point de vue pratique où l'influence de certains paramètres est mal connue.

Il ne faut pas oublier qu'en sucrerie, on travaille une matière première vivante, la betterave, dont les caractéristiques physico-chimiques sont changeantes et imprévisibles d'une année à l'autre et du début à la fin d'une même campagne.

Aussi dans les ateliers, il est nécessaire de faire beaucoup de mises au point pour déterminer les conditions optimales. Il faut constamment corriger les consignes et surtout en cristallisation afin de “ sortir ” la qualité requise par les services commerciaux.

Bien souvent, sans pouvoir mieux définir et expliquer scientifiquement la variabilité du phénomène, on s'efforce d'apprécier “ l'aptitude à la cristallisation ” difficile à paramétrer. Il y a encore une part d'art dans le métier, qui à chaque début de campagne, permet de faire la première mise au point le plus rapidement possible.

Si l'influence sur la cristallisation de certains facteurs comme la pureté, la température, la viscosité, la sursaturation est relativement bien appréhendée, il n'en reste pas moins vrai que cette influence peut-être très variable sans que l'on puisse trouver une corrélation immédiate.

Du chemin reste encore à faire dans la connaissance théorique et pratique de la cristallisation afin que le phénomène soit parfaitement maîtrisé. Pour l'instant, en attendant un système expert de conduite parfaite, l'expérience et le savoir faire du technicien de sucrerie restent indispensables pour

adapter au mieux les consignes à “ l'aptitude à la cristallisation ” changeante de la betterave et produire finalement un sucre de qualité.