



Document  
mis à disposition par :

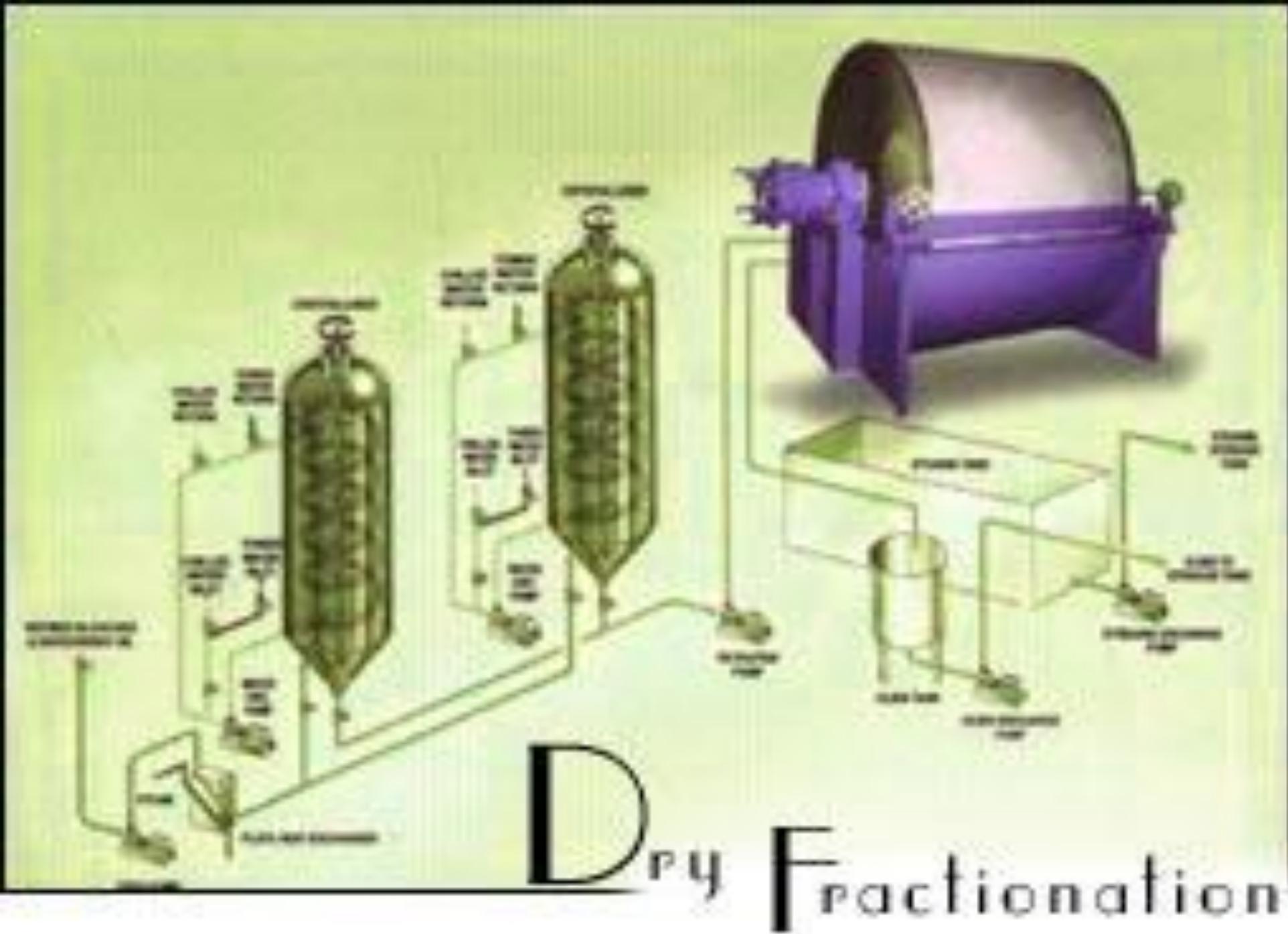
**Ingenieurs.fr**  
La communauté des ingénieurs

[www.ingenieurs.fr](http://www.ingenieurs.fr)

**Attention :**

Ce document est un travail d'étudiant,  
il n'a pas été relu et vérifié par Ingenieurs.fr.

En conséquence croisez vos sources :)



**Cristallisation  
des  
corps gras**



# Plan du travail

- *Historique.*
- *Principe.*
- *Différents étapes de la cristallisation.*
- *Design expérimental.*
- *Problématique.*
- *Exemple de la cristallisation des corps gras: la cristallisation fractionnée par voie sèche ou dry fractionnation.*





## Historique



La reconnaissance de la cristallisation comme opération unitaire de génie chimique date du début des années 70 avec le développement des modélisations cinétiques phénoménologiques et des équations de bilan de population L'évolution des connaissances est constante et les recherches dans le domaine du *génie de la cristallisation* sont loin d'être achevées.

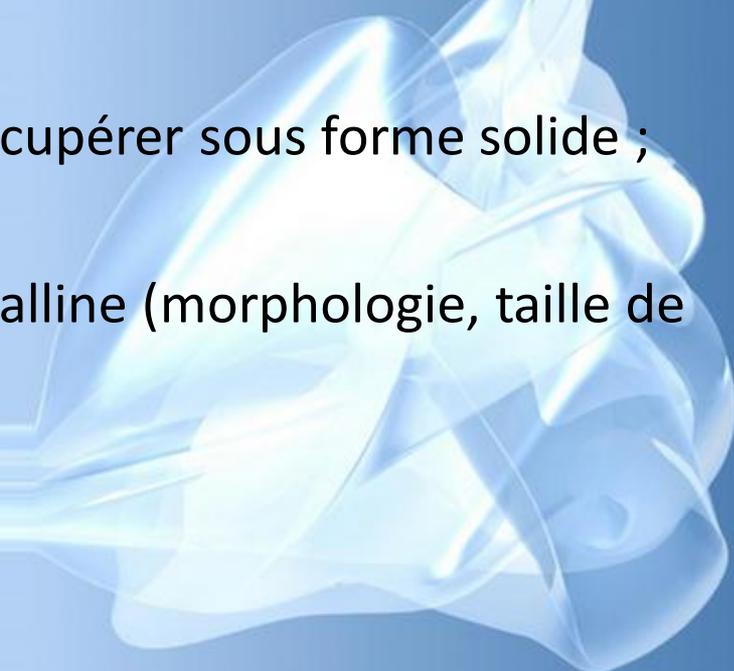




## Qu'est ce que LA CRISTALLISATION:

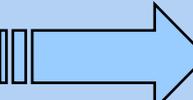
**La cristallisation** est l'une des opérations unitaires les plus anciennes pratiquées (évaporation de l'eau de mer pour isoler du **sel**). La cristallisation est une opération physique consistant à isoler un produit en solution. L'objectif de la cristallisation peut être :

1. isoler un produit en solution pour le récupérer sous forme solide ;
2. purifier le produit ;
3. conférer au solide la bonne forme cristalline (morphologie, taille de particules, ...).





La cristallisation conduit à l'apparition d'une phase solide qu'il faut ensuite **séparer, sécher, conditionner**, etc.. L'opération de cristallisation n'est pas toujours destinée à **isoler le produit final** ; elle intervient également lors de la **purification** de composés intermédiaires



De plus, les procédés faisant intervenir une phase solide cristallisée sont extrêmement diversifiés:

- la cristallisation à partir de la phase vapeur (**désublimation**),
- la cristallisation à partir de bains fondus,
- la cristallisation et la précipitation à partir de solutions
- la solidification, prise en masse destinée à une mise en forme commercialisable (prilling, écaillage, pastillage...),
-



## Principe:

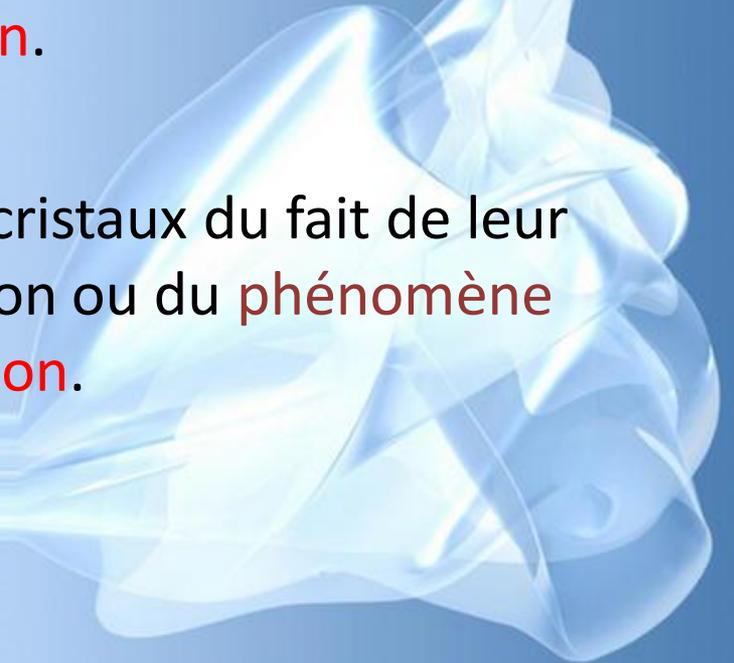
- Le corps gras fondu est soumis a une cristallisation partielle par **refroidissement**, c'est la cristallisation proprement dite.
- Les fractions obtenus sont séparées par : **décantation** ,**filtration**,  
**centrifugation**.
- Le point principal des processus est l'obtention des cristaux suffisamment gros, pour permettre une séparation **statique** et **dynamique** aisée ainsi avec un minimum d'occlusion de la partie fluide et la production de fractions stables bien définies.





## 1. Le processus de la cristallisation proprement dite comprend 3 étapes :

- **La sursaturation** d'une solution ou **le sur refroidissement** d'une graisse fondue .
- La formation de noyaux cristallins, pratiquement. invisibles à l'œil nu c'est **le stade de la Nucléation**.
- La grossissement de ces noyaux en cristaux du fait de leur développement de leur agglomération ou du **phénomène d'attrition** -c'est **le stade de Maturation**.





## 2. Modes d'obtention de la sursaturation:

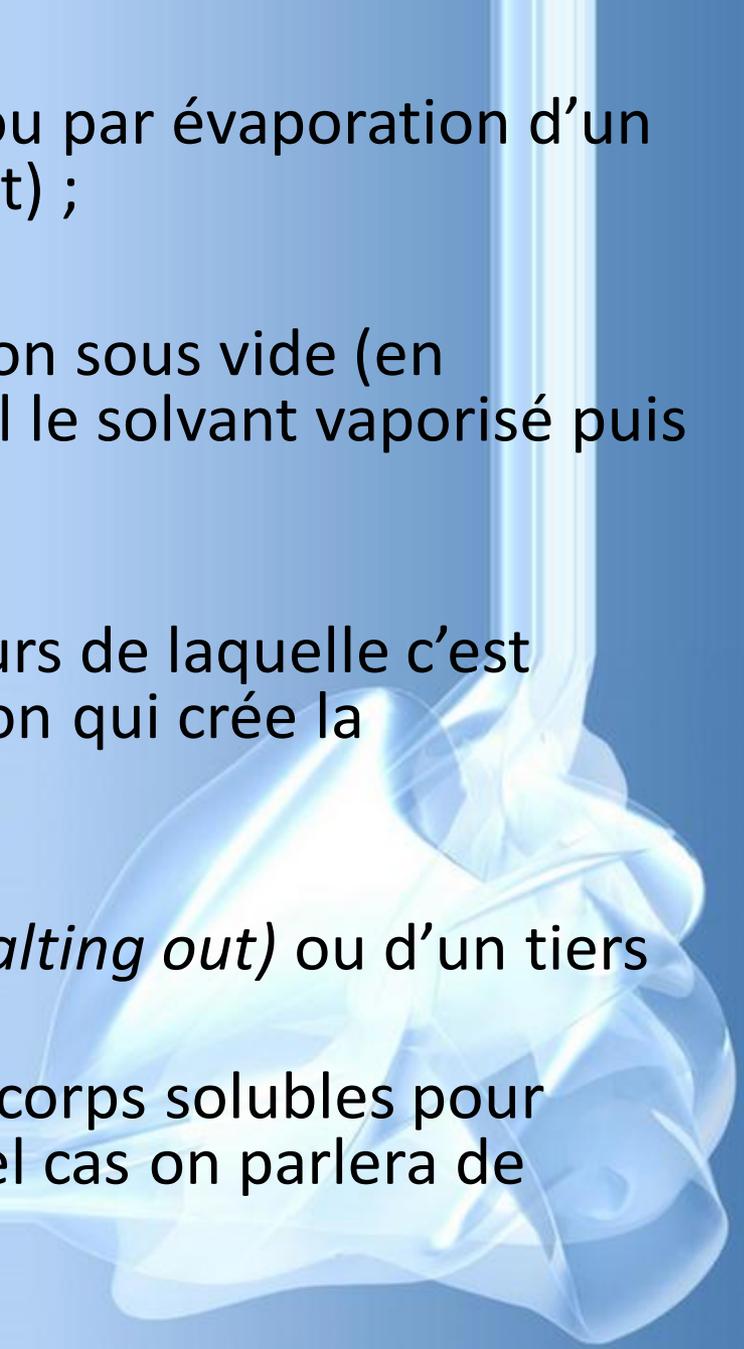
- Pour obtenir un produit cristallisé à partir d'une solution, il est nécessaire de **créer une sursaturation**, c'est-à-dire d'agir physiquement ou chimiquement sur la solution pour que la concentration du soluté dans la solution dépasse la **solubilité** (ou *concentration à saturation*).

Cela peut être réalisé de différentes manières en fonction de l'allure de la courbe de solubilité :





- — refroidissement par échange ou par évaporation d'un tiers corps (refroidissement direct) ;
- — refroidissement par évaporation sous vide (en réinjectant ou non dans l'appareil le solvant vaporisé puis condensé) ;
- — évaporation isotherme, au cours de laquelle c'est l'augmentation de la concentration qui crée la sursaturation ;
- — relargage par ajout d'un sel (*salting out*) ou d'un tiers solvant ;
- — réaction chimique entre deux corps solubles pour créer un produit insoluble, auquel cas on parlera de précipitation.

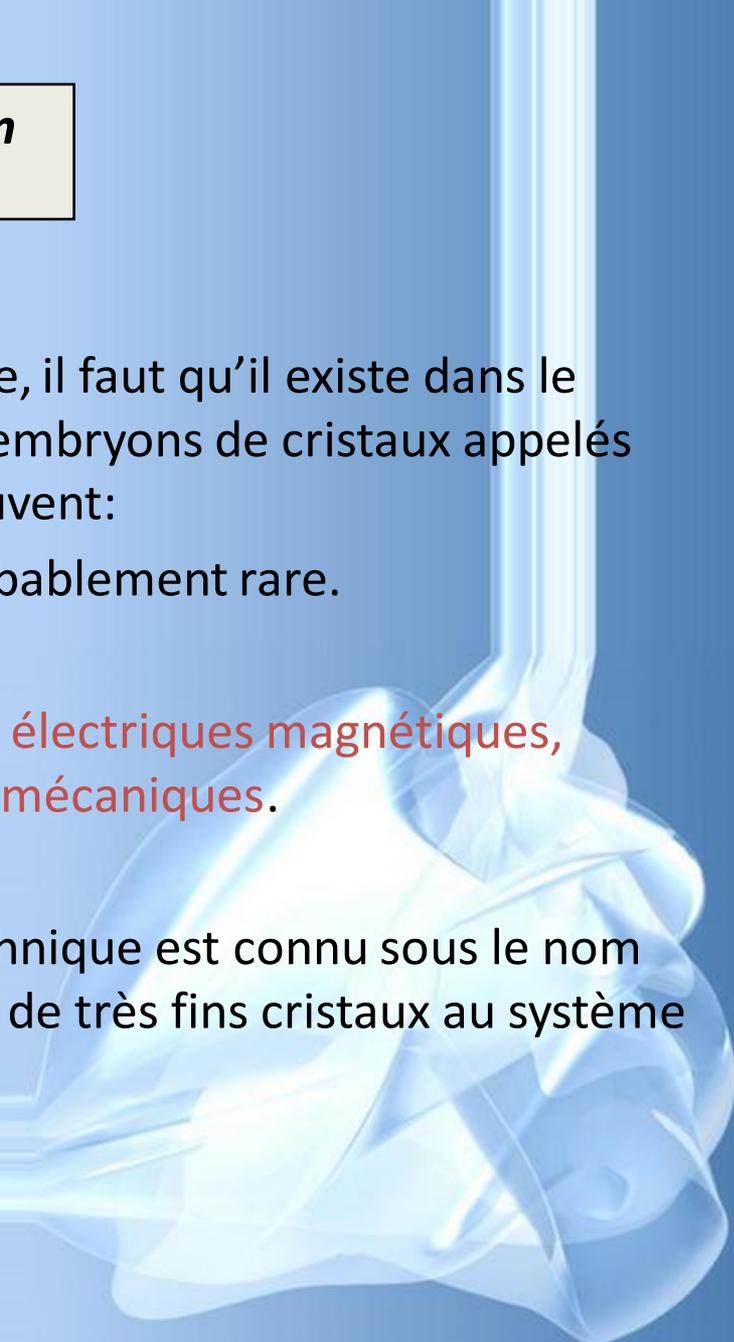




## ***MAIS attention***

Avant que la sursaturation ne commence, il faut qu'il existe dans le système un certain nombre de très fins embryons de cristaux appelés ***nuclei*** invisibles à l'oeil nu ces ***nuclei*** peuvent:

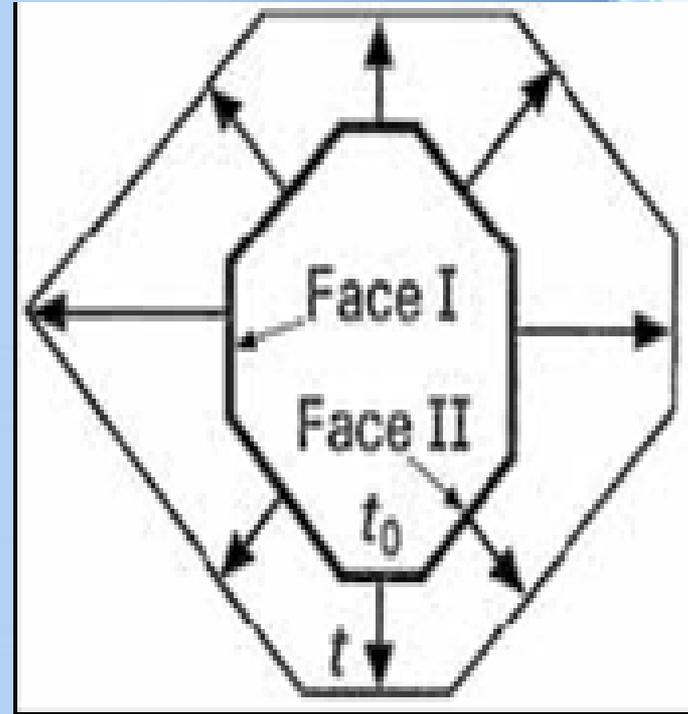
1. Se former spontanément; ce cas est probablement rare.
2. Être induits artificiellement par: **champs électriques magnétiques, rayons UV, ultrasons, agitation, frictions mécaniques.**
3. Ou bien délibérément ajoutés: cette technique est connu sous le nom **d'ensemencement** c'est à dire délibérés de très fins cristaux au système refroidi ex: ***monoglycerides***.





## Sursaturation:

Augmenter ou diminuer la sursaturation cela implique une certaine modification des vitesses relatives d'avancement des faces. Ainsi, le changement de faciès décrit par la figure 21 peut résulter aussi bien d'une variation de la sursaturation que d'un effet d'impureté.





## 2. Système de séparation:

La séparation peut être effectuée par :

1. -Décantation
2. -Filtration
3. -Centrifugation

### 1) Séparation par décantation :

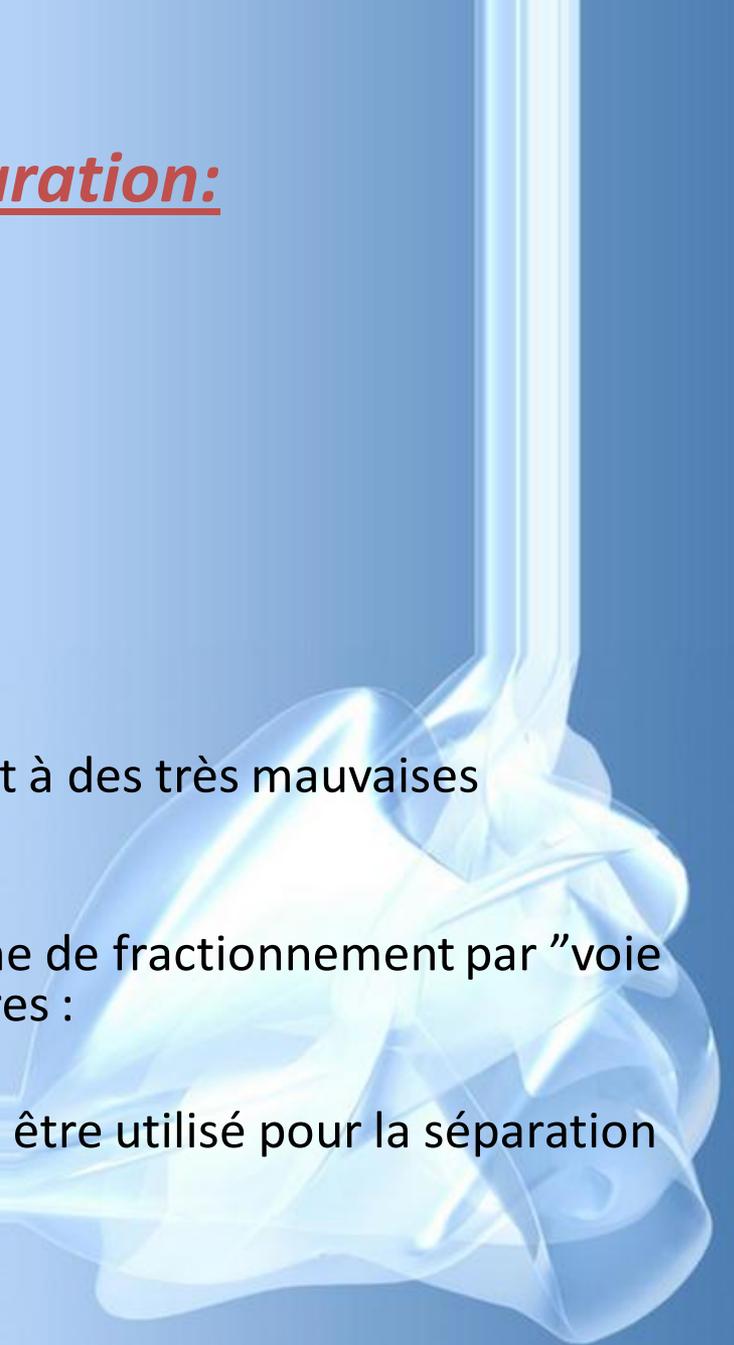
Ce principe de séparation très simple conduit à des très mauvaises séparations.

### 2) Séparation par filtration :

La filtration, délicate dans le cas de ce système de fractionnement par "voie sèche" est réalisée de différentes manières :

#### **Sur FILTRE –PRESSE classique :**

Le filtre-presse à cadre ou à plaques peut être utilisé pour la séparation des fractions.





### **Sur filtre à TOMBOUR ROTATIF :**

Le filtre à tambour rotatif sous vide est utilisé pour le fractionnement en continue, tout particulièrement dans le cas de l'huile de palme.

### **Sur filtre à BANDE :**

Même type de filtration que dans le cas du filtre à tambour rotatif .

### **Sur filtre AUTOMATIQUES VERTICAUX ou HORIZONTAUX :**

Convenant pour les procédés en continu, ces deux type de filtre sont peu utilisés pour le fractionnement par "voie sèche", la viscosité du milieu étant un handicap important.

### **3) séparation par centrifugation :**

Du fait de la viscosité élevée des corps gras à basse température, de la faible différence de densité entre les deux phases et du risque d'écrasement des cristaux formés, la séparation par centrifugation n'est pas utilisée dans le procédé par " voie sèche".



## DESIGN EXPERIMENTAL:

### 4. Technologie et dimensionnement des cristallisoirs:

- Le matériel de cristallisation est varié et son choix est dicté par un compromis entre les qualités requises pour le produit (ou du moins les plus importantes), la productivité souhaitée, l'investissement nécessaire et les facilités d'exploitation.

Les cristallisoirs les plus utilisés sont essentiellement des **cuves agitées**, en particulier les appareils discontinus.

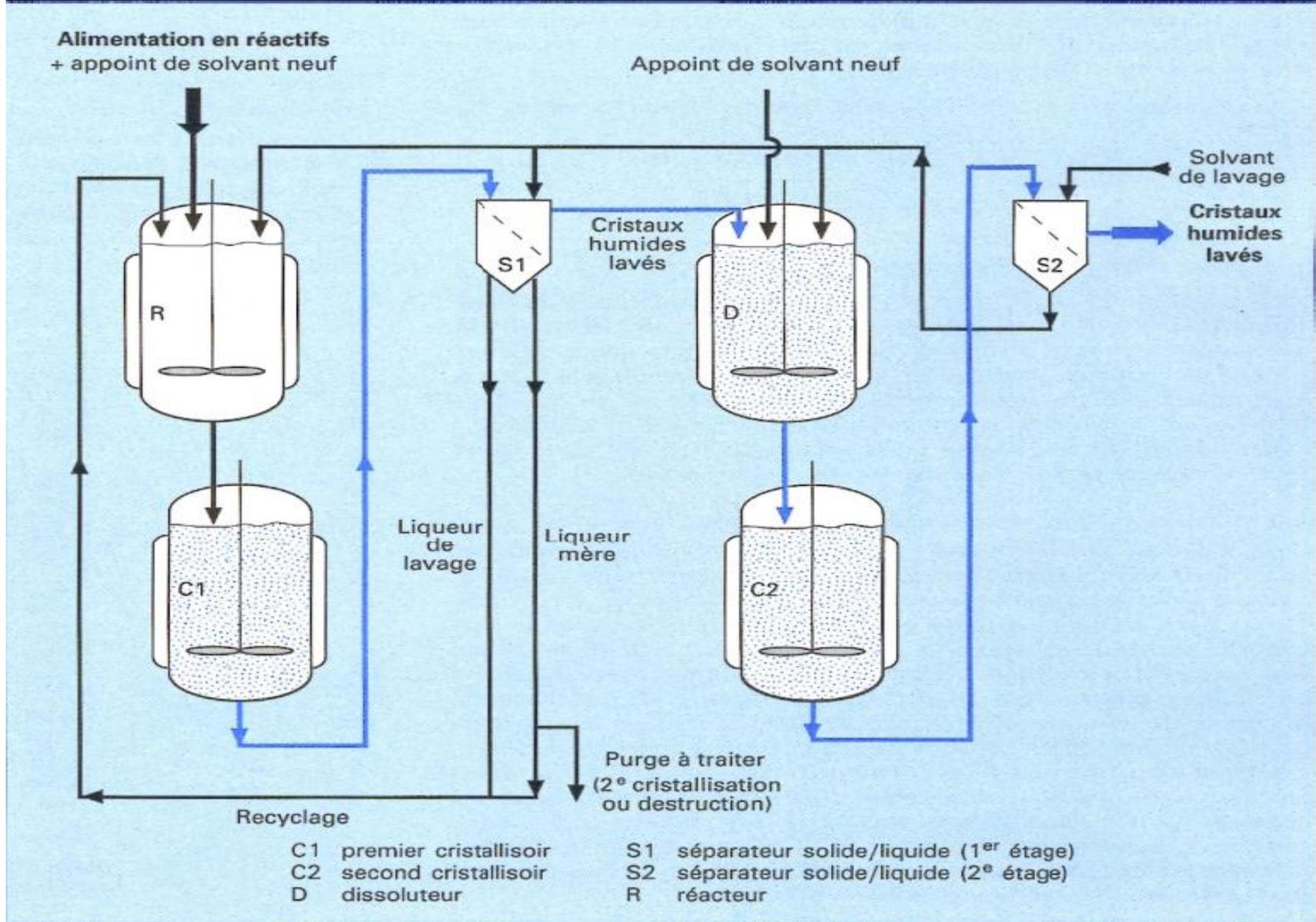


## Cuves agitées

### Rôles de l'agitation en cristallisation:

- La complexité de la compétition cinétique en jeu dans le cristalliseur fait de l'**agitateur** l'un des organes clés du **contrôle de la répartition granulométrique finale**.
- Les fonctions de l'agitation dans le cristalliseur agité sont les suivantes :
  1. — maintien des cristaux en suspension homogène ;
  2. — transfert thermique ;
  3. — transfert de matière vers la particule en cours de croissance ;
  4. — contrôle de la nucléation ;
  5. — brisure des particules en suspension.





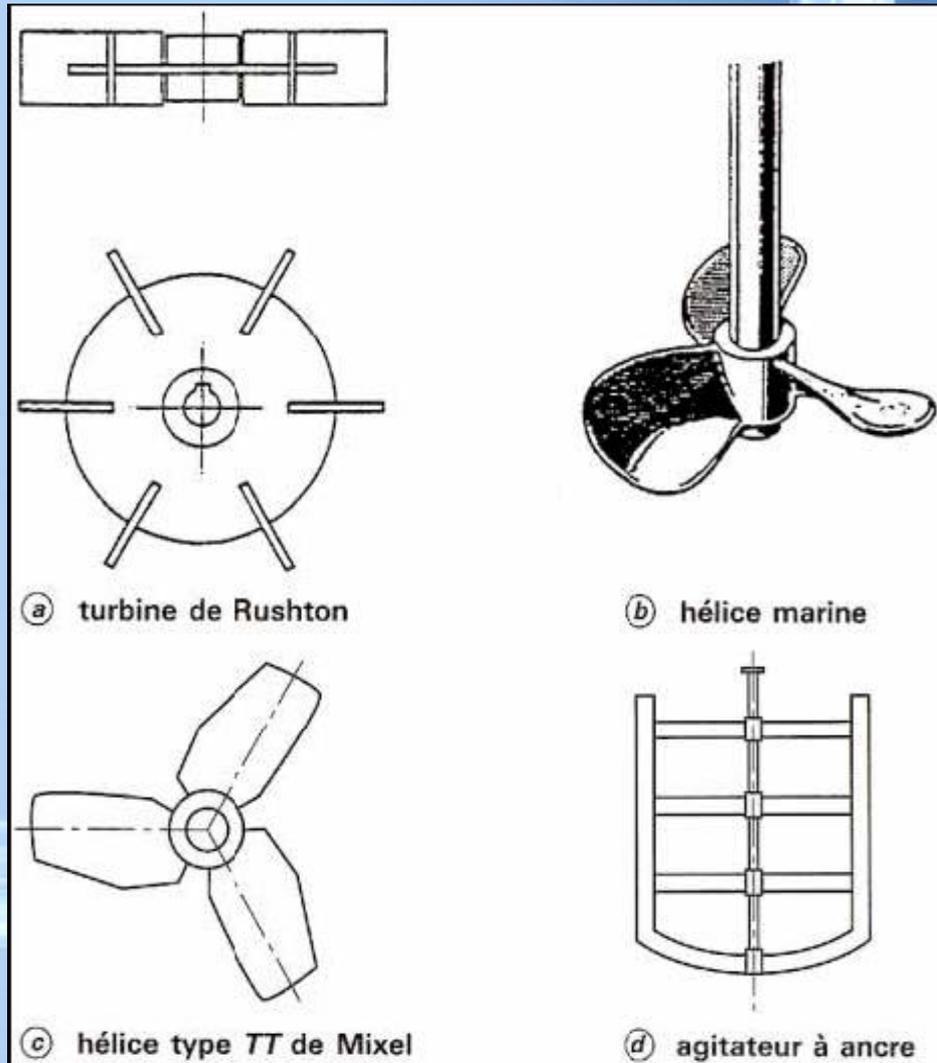
**Figure 4 – Schéma de principe d'un atelier à deux cristallisations**

## Figure 6 – Différents types d'agitateurs

Les agitateurs sont communément classés en turbines et en hélices selon l'écoulement qu'ils génèrent dans la cuve.

**les turbines**, dont la plus connue est celle de Rushton (figure 6a), provoquent un écoulement radial avec une zone de turbulence très intense.

**Les hélices** provoquent un écoulement axial avec un cisaillement faible lorsqu'elles tournent lentement. La plus populaire d'entre elles est l'**hélice marine** (figure 6b).





## 6 Problématique:

### 1-Influence des impuretés sur la croissance cristalline et Changements de faciès des cristaux:

À l'état dissous, l'action d'une impureté peut se situer à deux niveaux :

- **en premier lieu**, l'impureté entraîne une *diminution de la sursaturation* de la phase qui cristallise ;
- **en second lieu**, l'impureté peut avoir un effet cinétique en s'adsorbant sur les cristaux dont elle bloque plus ou moins la croissance : il s'agit là d'*inhibition* au sens propre du terme.

Inversement, à l'état solide, l'impureté peut servir de *support de nucléation* à la phase qui se forme. La nucléation est facilitée et la croissance a lieu à sursaturation plus faible.



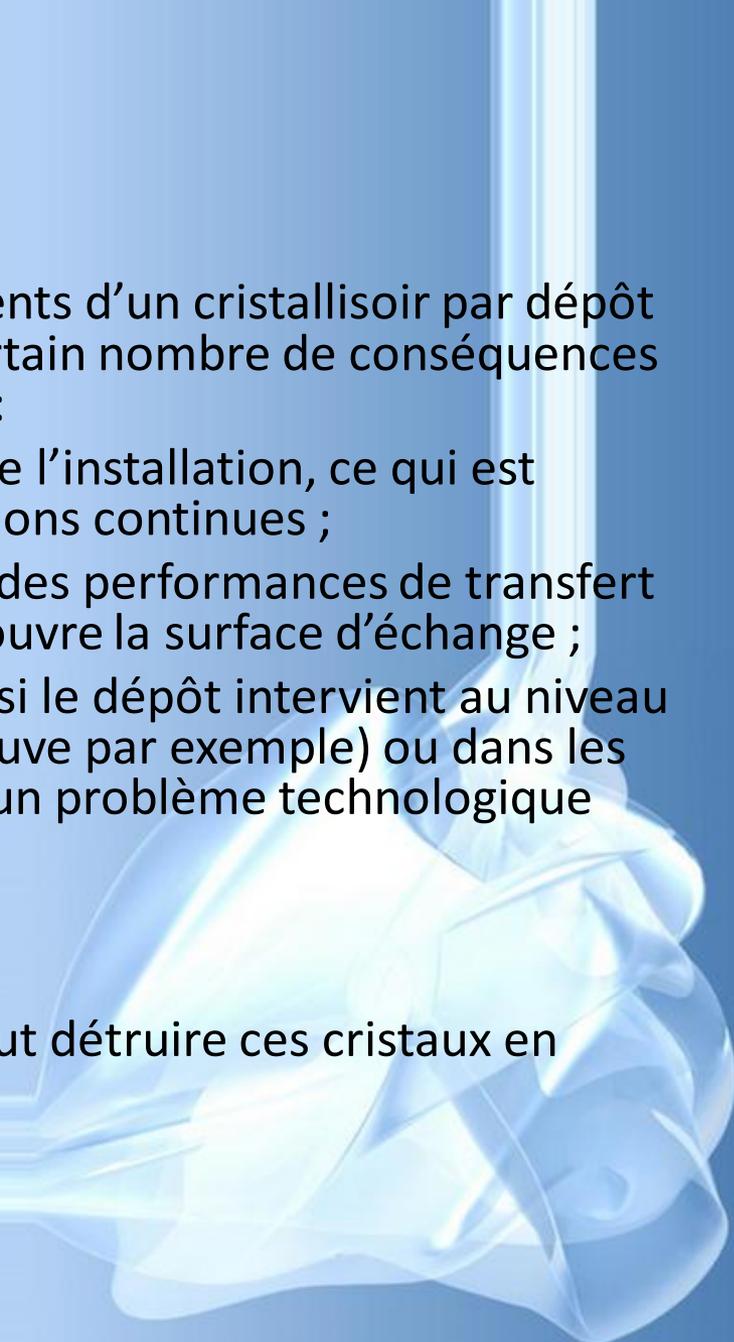
## 2-Encroûtement des cristallisoirs:

L'encrassement des parois et des autres éléments d'un cristallisoir par dépôt d'une couche cristalline conduit à un certain nombre de conséquences néfastes pour le procédé, en particulier :

1. — nécessité d'un nettoyage avec arrêt de l'installation, ce qui est surtout très pénalisant pour les installations continues ;
2. — perte de productivité par diminution des performances de transfert thermique de l'appareil si la couche recouvre la surface d'échange ;
3. — difficultés de soutirage et bouchages si le dépôt intervient au niveau des éléments de soutirage (en fond de cuve par exemple) ou dans les tuyauteries de transfert. Il s'agit donc d'un problème technologique grave qu'il convient de dominer.

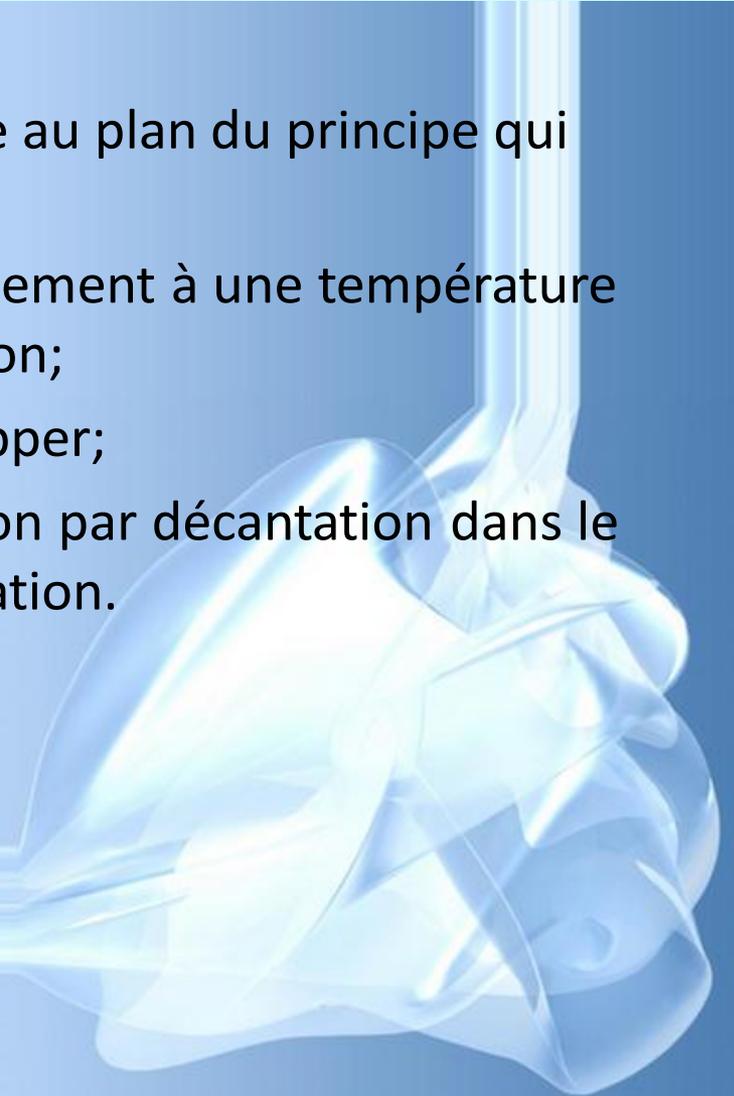
## 3-L'effet de l'agitation:

- L'agitation trop rapide d'une solution peut détruire ces cristaux en devenir qui sont très fragiles.



# Exemple de la cristallisation des corps gras: **la cristallisation fractionnée par voie sèche ou dry fractionation:**

- Ce procédé extrêmement simple au plan du principe qui consiste donc à:
  - I. Refroidir le corps gras partiellement à une température inférieure à son point de fusion;
  - II. Laisser les cristaux se développer;
  - III. Ensuite, effectuer la séparation par décantation dans le cas le plus simple ou par filtration.



## C. Un exemple de procédé par “voie sèche” : Le fractionnement de l’huile de palme

- Le principe est résumé dans le schéma suivant :



La figure 2 donne une idée d'un système unifilaire de l'installation de fractionnement de l'huile de palme par voie sèche avec filtre rotatif à tambour

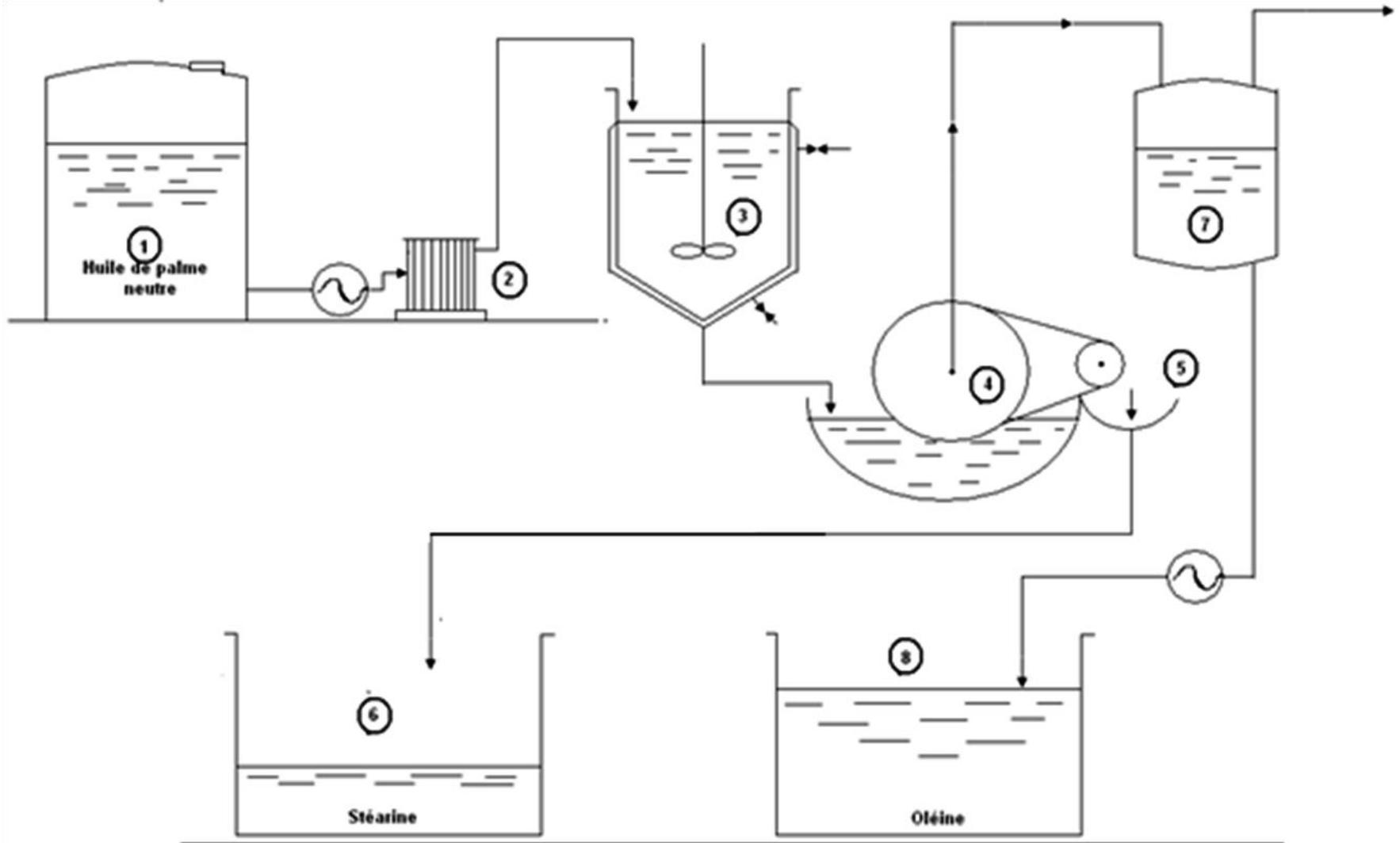


Figure 2

Schéma d'une installation de fractionnement de l'huile de palme par voie sèche



# **Conclusion:**

- Le choix optimal, le dimensionnement ainsi que la compréhension du fonctionnement des cristallisoirs nécessitent l'écriture des bilans:
- — **bilan de matière**, pour estimer la productivité et le rendement de l'opération, envisager ou non des recyclages, dimensionner les appareils à partir des productions souhaitées ;
- — **bilan thermique**, pour évaluer le coût énergétique de l'opération, choisir le procédé le mieux adapté et dimensionner les surfaces d'échange nécessaires.
- Ces deux bilans sont classiques mais insuffisants pour prendre en compte les propriétés physiques des particules obtenues. Pour ce faire, il faut introduire le **comptage des particules en fonction de leur taille**, en s'appuyant sur la méthodologie générale des **bilans de population**.



Document  
mis à disposition par :

**Ingenieurs.fr**  
La communauté des ingénieurs

[www.ingenieurs.fr](http://www.ingenieurs.fr)

**Attention :**

Ce document est un travail d'étudiant,  
il n'a pas été relu et vérifié par Ingenieurs.fr.

En conséquence croisez vos sources :)