

# La cristallisation du sucre : des bases théoriques à la production industrielle

**Emile BURZAWA\***- **Florent HEITZ\*\***

\*Société Vermandoise Industries : établissement de Sainte-Emilie

\*\*Ancien conseiller scientifique du Groupement Technique de Sucrieries

## 1 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.

## 2 Bases théoriques de la cristallisation du saccharose

Il n'est pas possible en quelques minutes d'aborder en profondeur un problème aussi complexe que la cristallisation. Nous nous bornerons, dans cet exposé, à rappeler les bases théoriques de la cristallisation et à énoncer les principaux facteurs qui conditionnent sa vitesse et ce de façon succincte et simplifiée. (Des études plus approfondies sont citées en bibliographie).

### 2.1 DÉFINITION DU PHÉNOMÈNE

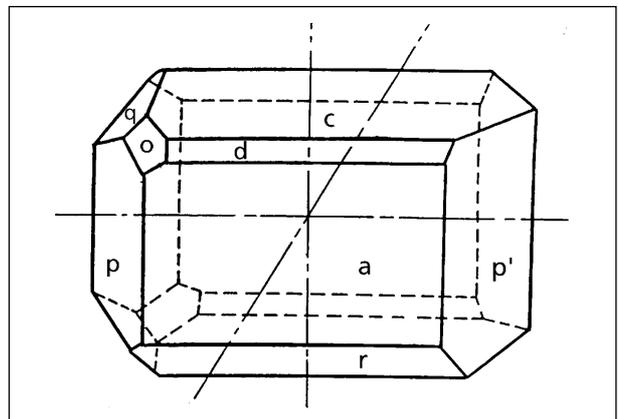
La cristallisation consiste pour les molécules de saccharose à passer de l'état de soluté désordonné

à un état ordonné solide et anisotrope caractéristique de la forme cristalline.

Pour comprendre le phénomène, il est indispensable de connaître, à la fois les principales propriétés des cristaux et celles des solutions, ainsi que les lois qui régissent le passage de l'un à l'autre : en particulier, la vitesse à laquelle se fait la transformation.

### 2.2 L'ÉTAT CRISTALLIN

Parmi les sept systèmes de cristallisation possible, le sucre cristallise dans le système monoclinique sphénoïdal comportant un axe de symétrie binaire et un plan de symétrie perpendiculaire à cet axe (*figure 1*). Chaque face est repérée par un nombre (indice de Miller) ou par une lettre caractérisant son anisotropisme.



*Figure 1* : Cristal de saccharose montrant les huit faces principales a, c, d, p, p', o, q, r.

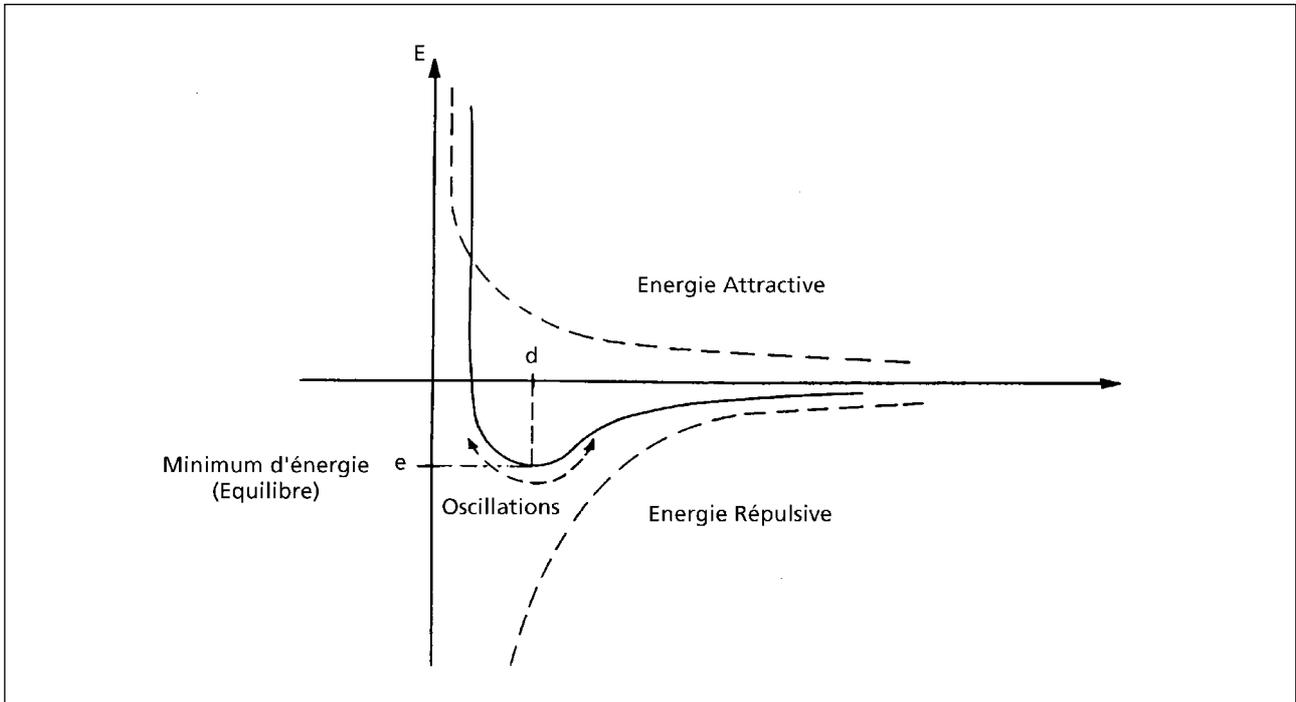


Figure 2 : Interaction moléculaire.

L'accroissement du cristal se fera en largeur suivant l'axe de symétrie et en longueur suivant une direction perpendiculaire. Au cours de cette croissance, la valeur des angles reste constante.

Le cristal de saccharose sera un assemblage ordonné de molécules (deux par deux). Chacune d'elles se trouve alors à son minimum d'énergie correspondant à une distance minimum d'interaction (d) entre deux molécules (figure 2)

Autour de cette position moyenne d'équilibre, les molécules oscillent dans tous les sens à une fréquence caractéristique de vibration dont l'amplitude dépend de la température.

En pratique, il n'y a pas de cristaux parfaits où toutes les molécules seraient régulièrement rangées en ordre suivant les trois directions de l'espace. Il existe toujours des défauts d'ordonnement, des lacunes, qui donnent naissance à des dislocations.

Ces dislocations viennent toujours se terminer à la surface du cristal et sont à l'origine des propriétés des cristaux réels, en particulier de leur faible dureté, et de la présence de sites actifs à la surface du cristal où peuvent s'insérer soit de nouvelles molécules de saccharose soit des molécules étrangères.

Toutefois, compte tenu qu'à l'état cristallin correspond un minimum d'énergie caractéristique, le

réseau aura la préférence pour l'incorporation d'une molécule de saccharose et non pour une molécule étrangère. C'est pour cela que la cristallisation constitue une des meilleures purifications (technico-économiquement valable).

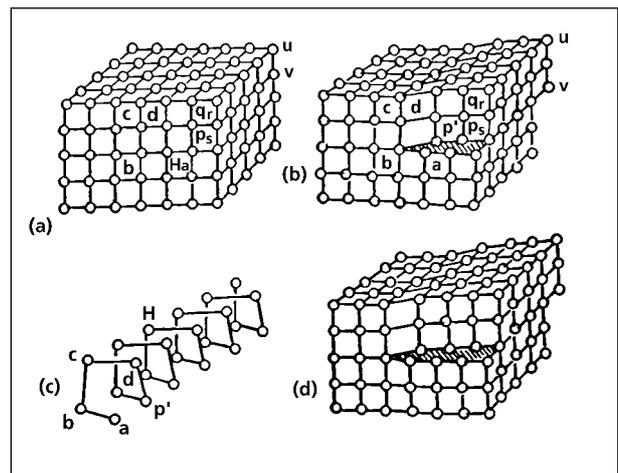


Figure 3 : Dislocation hélicoïdale.

- a) cristal parfait.
- b), d) émergence d'une dislocation sur une face cristalline.
- c) schéma de la dislocation vis.

En réalité, la température augmente les vibrations des molécules du cristal autour de la position d'équilibre ainsi que le nombre de lacunes. Une molécule peut alors migrer vers un site vacant déplaçant la lacune. Une dislocation émerge alors à la surface du cristal (figure 3)

Par suite de ces vibrations, il se crée des vides entre les molécules dont la taille peut être plus grande que le volume d'une molécule de saccharose et se prêter au logement d'une molécule étrangère (impureté).

Cette impureté pénètre dans le cristal par la surface mais du fait de la croissance des vibrations et du déplacement des lacunes, elle pourra se trouver à l'intérieur du cristal (figure 4)

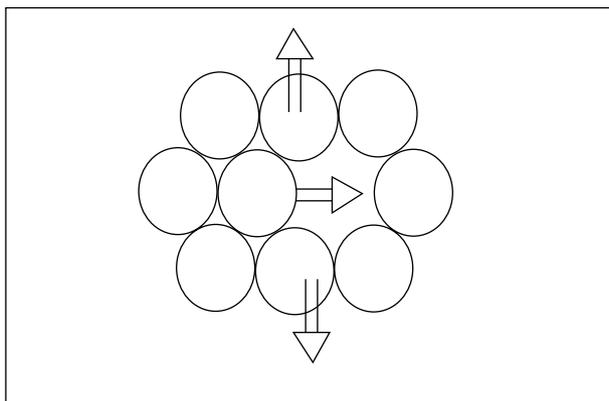


Figure 4 : Déplacement d'une lacune.

Pratiquement, il est impossible d'avoir un cristal absolument pur à partir d'une solution impure. Il sera donc toujours préférable de partir d'une solution la plus pure possible et d'opérer à une température la plus basse possible.

### 2.3 LES SOLUTIONS SUCRÉES

Vu l'importance de la taille des molécules de saccharose hydratée ou non par rapport aux molécules d'eau, on peut admettre, en première approximation, qu'en solution, l'effet moyen des chocs des molécules d'eau sur les molécules de saccharose est nul. Dans ce cas, n'est à envisager que le comportement des seules molécules de saccharose. Tout se passe alors comme si elles obéissaient aux mêmes lois que celles qui régissent les gaz.

En réalité le phénomène est plus complexe car il faudrait tenir compte des liaisons hydrogène existantes entre les molécules d'eau, les molécules de saccharose, et aussi, entre les deux types de molécules.

Moyennant cette hypothèse, les propriétés des solutions sucrées peuvent se déduire des lois régissant les gaz et être représentées par les isothermes de Clapeyron ayant pour coordonnées la pression osmotique P et le volume V de la solution. La

concentration Bv de la solution étant reliée au volume par la relation :

$$V = \frac{M}{Bv}$$

M étant la masse molaire du saccharose, V le volume molaire de la solution et Bv la concentration en Brix volume/100.

Le phénomène de la cristallisation du sucre est analogue à la liquéfaction des gaz. Analogie illustrée par les graphiques de la figure 5

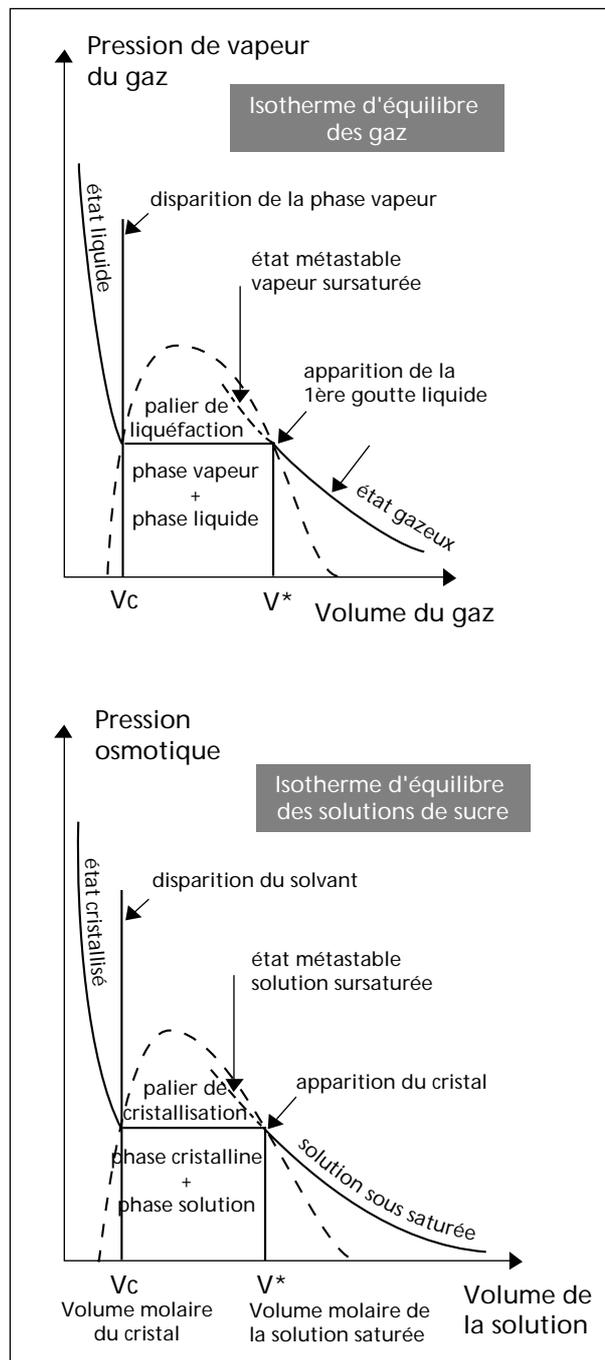


Figure 5 : Isothermes d'équilibre des gaz et des solutions de sucre

La partie la plus intéressante de l'isotherme pour la cristallisation du sucre correspond au cas des solutions saturées et sursaturées.

De même que pour les gaz comprimés, la loi s'écrit :  $p_v = RTZ$  où  $Z$  est le coefficient de compressibilité du gaz, pour les solutions concentrées on peut écrire  $p_v = RTf$  où  $f$  est le coefficient d'activité.

La concentration massique des solutions saturées pourra se déterminer à partir de la solubilité du sucre à température donnée :

- en milieu pur d'après la formule statistique de Vavrincez adoptée officiellement par l'ICUMSA en 1978 :

$$s = 64,447 + 0,8222.t + 0,0016169.t^2 - 1,558.10^{-6}.t^3 - 4,63.10^{-8}.t^4$$

où  $s$  est exprimé en g de sucre pour 100 g de solution et  $t$  la température exprimée en degrés Celsius

- en milieu impur, en affectant la solubilité d'un coefficient donné d'après l'équation de Wagnerowski :

$$K_{\text{sat}} = a. NS/E + b + (1-b)^{-C(NS/E)}$$

$a$ ,  $b$  et  $c$  étant des coefficients de calcul ;  $NS/E$  étant le rapport des impuretés (non-sucre) sur l'eau et le  $K_{\text{sat}}$  étant le coefficient de saturation caractéristique de la solution sucrée impure.

Une solution sursaturée se définira par le rapport :

$$\sigma = \frac{C}{C_0}$$

où  $C$  est la concentration en sucre de la solution à une température donnée et  $C_0$  la concentration en sucre à saturation à la même température définie d'après les équations précédentes (où  $NS/E$  constant).

## 2.4 LA FORMATION DE CRISTAUX

Avant d'aborder le problème de la vitesse de cristallisation, rappelons brièvement l'origine d'un cristal autrement dit sa naissance.

Deux possibilités s'offrent pour initier la cristallisation.

### 2.4.1 Formation spontanée

Toujours par analogie avec les propriétés des gaz, on voit que lorsqu'on comprime une vapeur, il

apparaît des gouttelettes de liquides à partir d'une certaine sursaturation ; de même dans une solution sursaturée, il apparaît des cristaux microscopiques "les germes".

Pour les gaz, ce phénomène de condensation est régi par la loi dite de Kelvin et pour les solutions par la loi similaire connue sous le nom de loi d'Oswald.

$$\text{Log} \frac{C_r}{C_\alpha} = \frac{2v.\gamma}{2k.T}$$

où :

$\gamma$  est la tension interfaciale liquide - solide

$k$  constante de Boltzmann

$T$  Température absolue

$v$  Volume de la molécule

$C_r$  Concentration au contact du germe

$C_\alpha$  Concentration du milieu

Cette loi montre qu'un cristal de rayon  $r$  ne peut rester en équilibre que si  $C_\alpha$  correspond à la saturation.

### 2.4.2 Ensemencement

On peut introduire directement dans la solution des germes (ou semence) préparés par broyage de cristaux de saccharose. Ces germes, dont la dimension ne sera pas inférieure à 5 microns, introduits dans une solution modérément sursaturée, vont se développer par dépôts des molécules de saccharose sur les différentes faces pour former le cristal.

En pratique, on privilégie l'ensemencement pour initier une cristallisation afin de maîtriser au mieux la croissance et la dimension finale souhaitée pour les cristaux.

La germination spontanée ne permet pas, de maîtriser le nombre de germes, donc la maîtrise de la croissance du cristal (surtout en début de cristallisation) et "in fine" la dimension des cristaux.

## 2.5 LA VITESSE DE CRISTALLISATION

D'après ce qui a été vu, la vitesse de cristallisation pour une surface donnée du cristal dépendra principalement de deux facteurs :

- de la diffusion des molécules de saccharose pour venir au contact de la surface du cristal

- de la réaction de surface, c'est à dire l'aptitude spécifique du cristal à insérer une molécule de saccharose dans le réseau cristallin.

### 2.5.1 La diffusion

La diffusion des molécules dépend d'après la loi de Fick de la différence de concentration en saccharose entre la solution mère et celle au droit du cristal, c'est à dire de la sursaturation.

Seule une épaisseur  $\delta$  très faible que l'on appelle parfois "couche limite" est intéressée par ce phénomène. (figure 6)

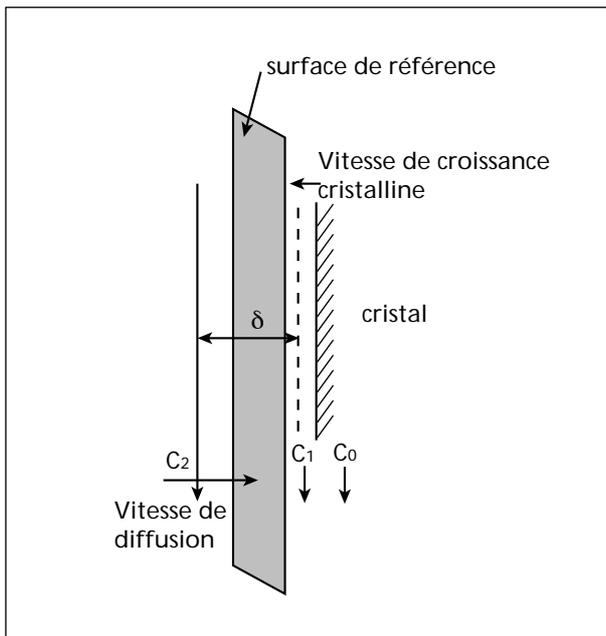


Figure 6 : Diffusion au droit du cristal.

Si  $C_2$  est la concentration la plus élevée de cette couche, c'est à dire la concentration de la solution (ou eau mère) et  $C_1$  la concentration à une très faible distance du cristal, la vitesse de diffusion, ou flux, à travers l'unité de surface aura pour expression simplifiée d'après la loi de Fick :

$$V_d = \frac{D.(C_2 - C_1)}{\delta}$$

$D$  étant le coefficient de diffusion du saccharose en milieu aqueux

ou encore  $V_d = K_d.(C_2 - C_1)$

où  $K_d = \frac{D}{\delta}$

est le coefficient de transfert de matière au travers de la couche de référence d'épaisseur  $\delta$

Cette vitesse de diffusion sera influencée par plusieurs facteurs dont les principaux seront la viscosité et la température.

### 2.5.2 La réaction de surface

Pour s'intégrer dans le cristal, chaque molécule de saccharose doit vaincre une "barrière" grâce à son énergie d'activation dont le niveau dépendra de la température.

L'équation de transfert de masse ou vitesse d'avancement de la face cristalline peut s'écrire sous la forme simple :

$$V_r = K_r.(C_1 - C_0)$$

où  $C_1$  est la concentration de l'eau mère à une très faible distance du cristal et  $C_0$  la concentration de cette eau mère en surface du cristal c'est à dire à saturation.

$K_r$  étant le coefficient de transfert de masse dû à la réaction de surface.

La valeur de  $K_r$ , donc de la vitesse de transfert, dépendra grandement de la température et des impuretés. Elle est spécifique de chaque face cristalline. Trois types de faces cristallines dites "S", "F", "K" ont des vitesses de cristallisation de plus en plus faibles.

### 2.5.3 Equation générale de la vitesse de cristallisation

Pour une surface donnée  $S$  du cristal et à l'équilibre, la vitesse de croissance ou vitesse de réaction de surface sera égale à la vitesse de diffusion des molécules. On peut donc écrire :

$$V_d = V_r$$

$$K_d.(C_2 - C_1) = K_r.(C_1 - C_0)$$

d'où en éliminant la concentration inconnue  $C_1$  et en définissant la sursaturation par :

$$\sigma = \frac{C_2}{C_0}$$

L'équation généralement admise pour la vitesse de cristallisation sera :

$$V = C_0.(\sigma - 1) \frac{1}{\frac{1}{K_d} + \frac{1}{K_r}}$$

En règle générale, on admet que pour les puretés ou les températures élevées la réaction de surface contrôle le grossissement des cristaux et pour les puretés et les températures basses c'est le coefficient de diffusion qui devient le facteur prépondérant.

## 2.5.4 Influence des principaux facteurs sur la vitesse de cristallisation

### 2.5.4.1 Influence de la Température

Elle favorise la vitesse de diffusion en augmentant la constante de diffusion  $D$  dont l'expression s'écrit :

$$D = \frac{k.T}{6 \pi \eta . r}$$

ou  $k$  est la constante de Boltzman

$T$  la température absolue

$\eta$  la viscosité du milieu

$r$  le rayon de la molécule de saccharose dissoute

La température diminue également la viscosité  $\eta$  ce qui augmente encore la valeur de la constante  $D$ .

Par contre, la température diminue la sursaturation  $\sigma$ , ce qui diminue la vitesse de cristallisation.

Par ailleurs, une température élevée :

- favorise la formation de colorants qui vont nuire à la qualité du cristal
- augmente le nombre de lacunes, ce qui, également, va entraîner une diminution de la pureté du cristal puisque la probabilité d'incorporation des impuretés va croître.

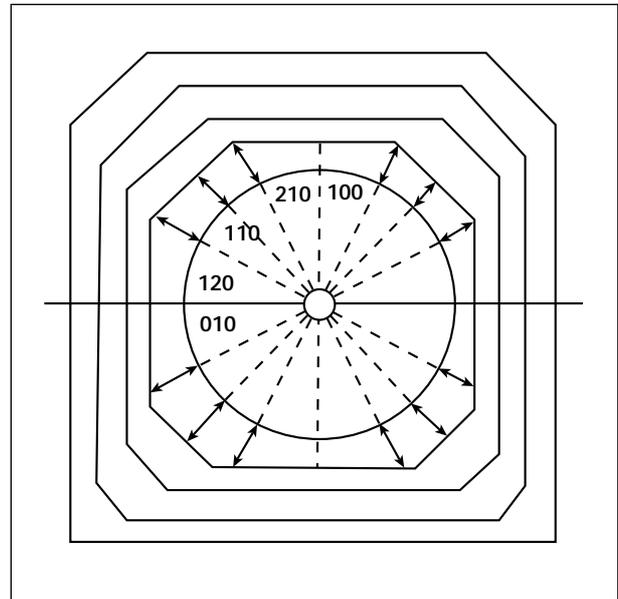
Il y a un compromis à trouver entre la qualité du cristal et la vitesse de sa croissance.

En général, ces considérations incitent à ne pas dépasser une température de 80°C pour la cristallisation de saccharose.

### 2.5.4.2 Influence de la surface d'un cristal

Cette influence dépend du facteur de réaction de surface  $K_r$  qui devrait être le plus grand possible pour donner une vitesse de croissance la plus grande possible. Puisque  $K_r$  est lié, entre autre, au nombre de dislocations de surface, nombre qui dépend de la température ; et qu'une température élevée entraîne des effets inverses, là également il y a un compromis à trouver.

Par ailleurs, les faces du cristal de  $K_r$  élevé type "S" et "F" ont une croissance plus grande et disparaissent au profit des faces lentes "K" comme le montre le schéma de la *figure 7*.



**Figure 7** : Disparition des faces à vitesse de croissance rapide.

Ce sont donc les faces "K" qui donneraient le faciès définitif du cristal si les autres faces "S" et "F" n'avaient pas une vitesse de cristallisation dépendant d'autres facteurs comme la température, la sursaturation et surtout la présence d'impuretés.

### 2.5.4.3 Influence de la sursaturation

Si la température limite les possibilités d'augmentation de la vitesse de cristallisation par l'intermédiaire des facteurs dont dépend la diffusion ou la croissance du cristal, il n'en est pas de même de la sursaturation qui peut-être rendue théoriquement, d'après la formule, aussi grande que possible.

En réalité, là également il y a un seuil à ne pas dépasser. En effet, une sursaturation élevée entraîne :

- le risque de germination spontanée
- une viscosité élevée contrariant la vitesse de diffusion

Par ailleurs, une sursaturation élevée au droit du cristal entraîne une vitesse de cristallisation très rapide. Il y a libération importante d'énergie (puisque le niveau d'énergie de la molécule intégrée au cristal est plus faible que celle de la molécule à l'état dissous), la température s'élève à la surface du cristal, il y a désaturation et diminution voire annulation de la vitesse de cristallisation.

Lorsque l'énergie est dissipée, la cristallisation reprend. Ceci peut donner dans certains cas une cristallisation pulsée nuisible à la forme et à la pureté des cristaux obtenus.

#### 2.5.4.4 Influence du gradient de concentration

Dans la formule proposée pour la vitesse de diffusion apparaît la largeur  $\delta$ , caractérisant le gradient de concentration pour une sursaturation donnée d'une solution, et qui doit être la plus faible possible. Comme la solution s'appauvrit au voisinage du cristal en état de croissance, il faut la renouveler, soit par agitation mécanique soit par convection thermique.

Pour que la vitesse de croissance d'un cristal ne soit pas influencée par la présence d'un autre cristal voisin, il faut logiquement que la distance  $d$  entre les deux soit en moyenne de  $2 \delta$ . Cette distance peut se calculer à partir de considérations thermodynamiques et thermiques régissant le fluide.

Si  $d < 2 \delta$ , il y a compétition entre deux cristaux avec diminution de la sursaturation et diminution de la vitesse de cristallisation.

Si  $d > 2 \delta$ , il y a risque de sursaturation intermédiaire entre deux cristaux avec risque d'apparition d'une germination spontanée.

#### 2.5.4.5 Influence des impuretés

Les impuretés augmentent la viscosité du milieu et nuisent à la pureté du cristal par intégration au réseau lors des lacunes et dislocations.

En mobilisant les sites actifs, certaines impuretés diminuent fortement la vitesse de cristallisation de certaines faces et donnent des formes particulières aux cristaux.

La *figure 8* donne quelques exemples d'influence des impuretés sur le cristal de saccharose. En particulier, le raffinose donne une structure allongée du cristal.

Ce bref aperçu des bases théoriques de la cristallisation du sucre montre la complexité du phénomène. Si l'influence de quelques facteurs principaux est connue, il reste qu'aucun n'est prépondérant et de plus ils sont souvent interdépendants.

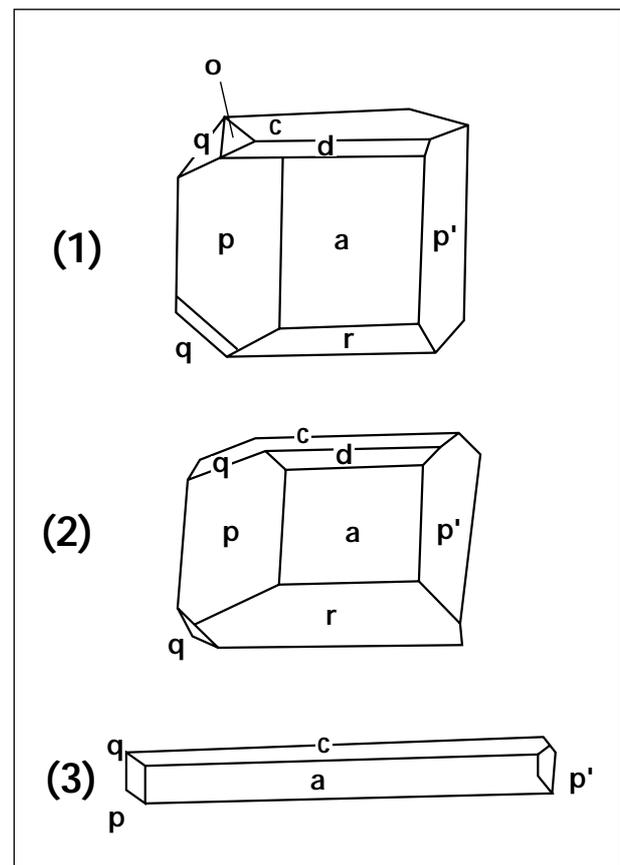
D'autres facteurs, comme les impuretés ont des influences plus ou moins paramétrables et souvent aléatoires.

De ce fait, la cristallisation du sucre, surtout en milieu impur comme c'est le cas des sirops de betteraves, est loin d'être une opération parfaitement définie. Aussi, la cristallisation industrielle sera-t-elle un compromis, essayant d'adapter au mieux les lois connues régissant la cristallisation et un certain savoir faire.

Ce compromis permet d'aboutir à un produit fini dont la qualité correspondra aux objectifs commerciaux fixés.

### 3 La production industrielle du sucre

Dans la production industrielle du sucre ou plus exactement de l'extraction du sucre (car il ne faut pas oublier : c'est la betterave qui produit le sucre), la cristallisation est l'ultime phase de l'extraction et de la purification donnant un produit à l'état solide donc facilement stockable et transportable.



**Figure 8 :** Cristaux de saccharose  
 1) Sucre pur  
 2) + Impuretés de betterave (haute température)  
 3) + Raffinose

### 3.1 LES PRINCIPALES PHASES DE L'EXTRACTION DU SUCRE À PARTIR DE LA BETTERAVE

Les différentes phases sont illustrées par la *figure 9* avec un organigramme simplifié des différentes opérations physico-chimiques.

#### Réception

Chaque lot de betteraves appartenant à un planteur est amené par camion à la sucrerie, où il est identifié et pesé.

Un échantillon de betteraves est prélevé avec toutes les précautions statistiques voulues. Il est pesé, lavé, épierré, décollété et repesé. Ce qui donne le poids de betteraves propres. Une fraction est râpée sur laquelle on détermine la richesse en sucre.

A chaque instant la quantité de sucre acheté à chaque planteur est contrôlée. Ainsi identifiées, les betteraves sont stockées dans la cour.

#### Lavage

Les betteraves sont reprises de la cour et amenées par tapis roulants ou voie hydraulique vers le lavoir. Elles sont lavées, rincées et stockées dans une trémie en vue du découpage. Les déchets et terre adhérente sont évacués avec l'eau de lavage.

#### Découpage

Pour permettre l'extraction de leur sucre, les betteraves sont découpées en fines lanières ou "cossettes" dans des coupe-racines.

#### Diffusion

Les cossettes sont alors introduites dans un diffuseur où elles circulent à contre-courant dans un

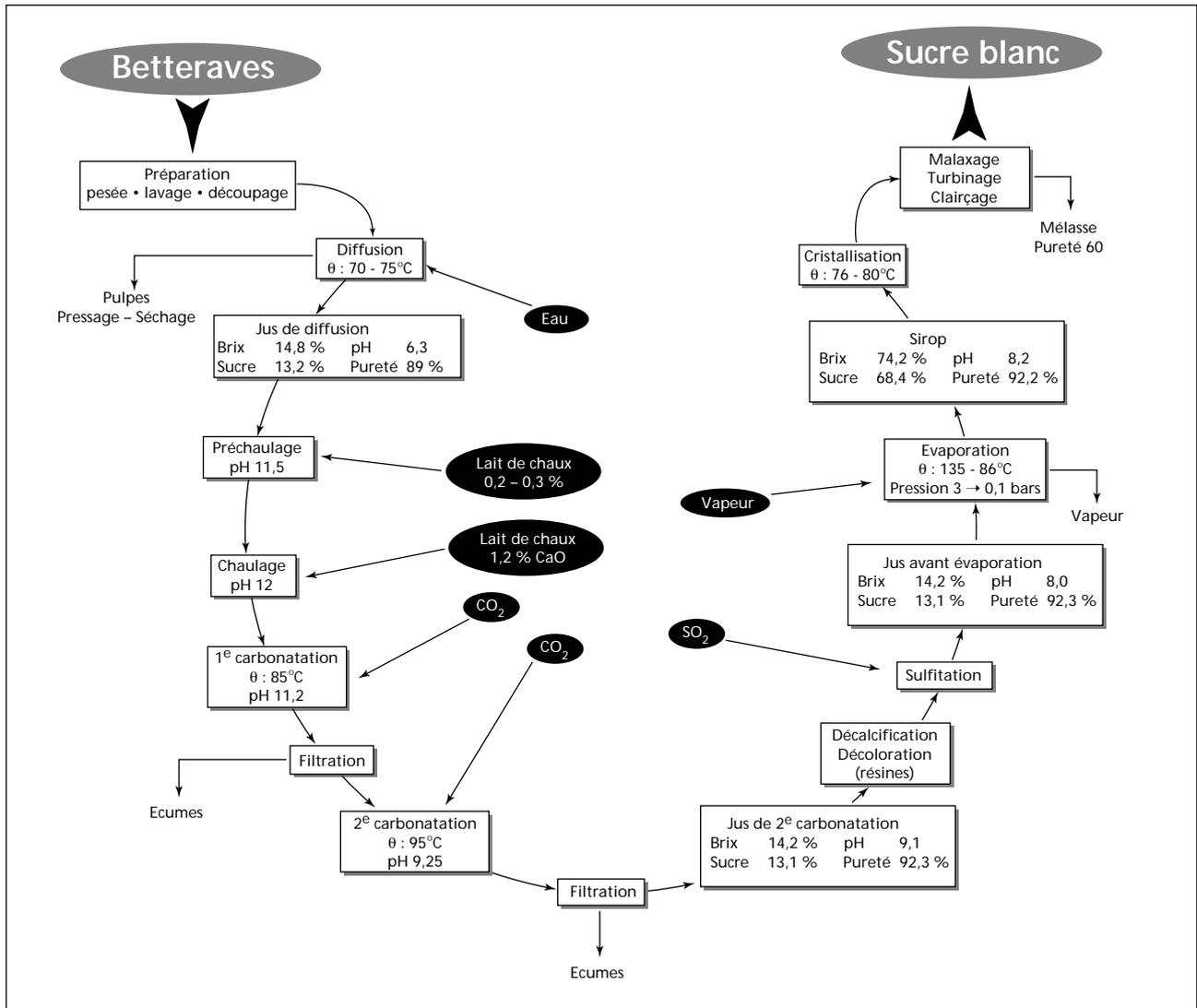


Figure 9 : Organigramme simplifié de la fabrication du sucre.

bain d'eau chaude ; le sucre diffuse de la betterave vers l'eau. D'un côté, on récupère le jus contenant le sucre de la betterave et de l'autre, les pulpes (en principe sans sucre) destinées à l'alimentation du bétail.

### *Epuration*

Le jus de betterave contient, outre le sucre, beaucoup d'impuretés solubles, minérales ou organiques. Ces impuretés sont éliminées en majeure partie grâce à l'ajout de lait de chaux fabriqué dans l'usine à partir de chaux vive obtenue par cuisson des pierres calcaires dans un four à chaux, avec ajout de 9 % de coke en combustible. Le mélange est ensuite carbonaté (barbotage de gaz carbonique récupéré au moment de la cuisson des pierres calcaires).

### *Filtration*

Les impuretés ainsi précipitées et enrobées par le carbonate précipité *in situ* sont séparées sur des filtres et on obtient d'un côté un jus jaune limpide et pur et de l'autre le carbonate de chaux (ou écumes) contenant la majeure partie des impuretés. Il sera stocké en bassin et épandu en été sur les champs pour servir d'amendement calcaire.

### *Evaporation*

Le jus clair obtenu contenant environ 15 % de matières sèches (dont 14 de sucre) est concentré à environ 70 % de matières sèches dans un système d'évaporation à multiple effet. Les appareils d'évaporation étant chauffés par la vapeur produite à la centrale. Comme la sucrerie produit son propre courant, la vapeur de chauffe est en fait la vapeur d'échappement du turbo-alternateur. On obtient ainsi le sirop.

### *Cristallisation*

Le sirop est alimenté dans les appareils à cristalliser (ou cuites) où on provoque la cristallisation en ensemençant le sirop amené à sursaturation par des germes de sucre (10 microns soit 1/100e de mm). Au cours de la cuisson (croissance des cristaux) qui va suivre, chaque germe va donner un cristal de sucre de 0,5 à 1 mm de grosseur, selon la demande.

### *Séparation*

Les cristaux doivent être séparés du restant de sirop non cristallisé. Ceci se fait dans des centrifugeuses ouessoreuses. Le sucre est lavé (opération de clairçage) à l'eau chaude dans ces machines afin d'être débarrassé de la pellicule de sirop coloré adhérente (il est blanchi).

### *Séchage*

Le sucre humide sorti desessoreuses est séché à

l'air chaud et sec dans un sécheur tambour, puis refroidi par de l'air froid et sec dans un refroidisseur.

### *Stockage*

Le sucre est ensuite stocké dans des silos dont l'air est conditionné en température et humidité afin d'éviter la prise en masse (maturation).

### *Ensachage et expédition*

Le sucre est repris des silos au fur et à mesure des besoins commerciaux pour être conditionné sous diverses formes, soit chargé en vrac dans des camions ou wagons.

## 3.2 L'ATELIER DE CRISTALLISATION

L'atelier de cristallisation reçoit les sirops issus de la phase évaporation à environ 68 % de matières sèches et dont la pureté (rapport saccharose sur matières sèches x 100) est d'environ 94.

La notion de pureté est primordiale en ce qui concerne la cristallisation car elle va conditionner la qualité des cristaux de sucre obtenus.

Le sirop est donc une solution impure dont les composantes sont : l'eau, le sucre et les impuretés que nous appelons non-sucre. Le travail en cristallisation consistera à extraire le maximum de sucre blanc, ce qui est schématisé par la *figure 10*.

En fin de cristallisation, les trois éléments constituant le sirop se retrouveront comme suit :

- l'eau en vapeur vers le condenseur
- les non-sucre dans la mélasse
- le sucre réparti comme suit : 85 % en sucre cristallisé et 15 % dans la mélasse

### *3.2.1 Organisation de l'atelier de cristallisation*

La cristallisation est une des meilleures opérations de purification, les impuretés restant dans l'eau-mère dans leur majeure partie. Ce qui veut dire que la pureté de celle-ci diminue au fur et à mesure de la cristallisation.

Or, en milieu impur, il est impossible d'obtenir un cristal pur et cela d'autant plus que ce milieu devient de plus en plus impur et visqueux. Le cristal, en croissant dans un tel milieu, se chargerait en impuretés intégrées ou inclusions de sirop dans le réseau. Il nous faut donc arrêter la cristallisation avant que le milieu ne devienne trop impur et éga-

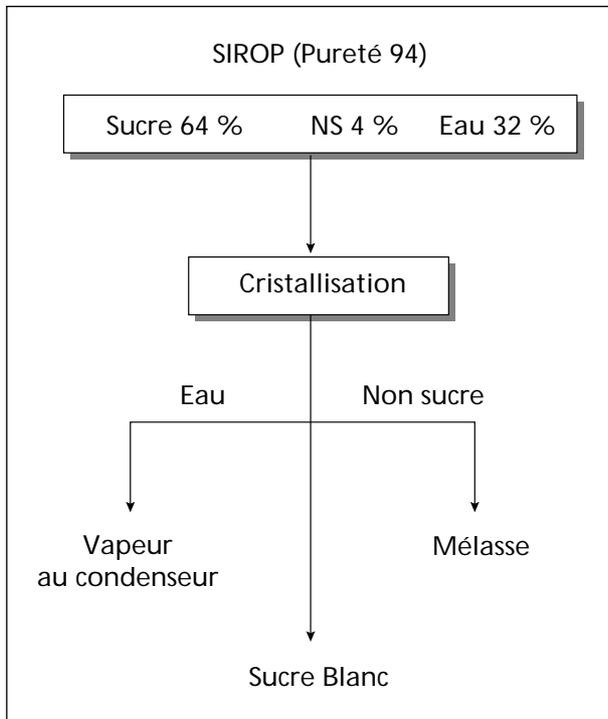


Figure 10 : Les éléments constitutifs du sirop.

lement trop visqueux. Ceci fait qu'afin d'épuiser au maximum une solution de son sucre, il faut procéder à une cristallisation fractionnée. Un schéma généralement admis est celui en trois phases ou trois "jets".

Le schéma de la figure 11 représente de façon simplifiée l'organisation d'un atelier de cristallisation d'une sucrerie de betteraves en indiquant la cascade des puretés obtenues.

#### Le 1er jet :

Cristallise le sirop de pureté la plus élevée possible 94 - 95 et nous donnera en 2 à 3 heures :

- Un sucre blanc marchand de pureté  $\geq 99,9$
- Une eau-mère ou égout (après séparation des cristaux par centrifugation) de pureté 86 à 88.

#### Le 2ème jet :

• Assure la cristallisation des égouts de 1er jet en 3 à 4 heures. Il nous donnera un sucre de moindre qualité qu'en 1er jet, plus coloré et ayant plus de cendres. Classiquement, il est refondu pour être mélangé au sirop issu de l'évaporation et entrera en cristallisation de 1er jet pour donner le sucre blanc. L'égout obtenu en 2ème jet d'une pureté de 76 à 78 sera cristallisé en 3ème jet.

#### Le 3ème jet :

• Chargé de cristalliser un produit à très basse pureté (donc à vitesse de cristallisation lente), le

3ème jet sera mené de façon sensiblement différente des 2 premiers jets.

La cristallisation en cuite discontinue ou continue, de 6 à 10 heures, sera suivie d'un malaxage de la masse cuite relativement longue, environ 60 heures. La chute de température au cours de ce malaxage sera progressive jusqu'au turbinage, suivant une loi bien définie, afin de maintenir une sursaturation constante qui permettra d'épuiser au mieux en sucre l'eau-mère et obtenir un égout de 3ème jet ou mélasse la moins pure possible, en général d'une pureté égale à 58/60.

Le sucre obtenu sera d'une pureté de l'ordre de 94 à 95, très coloré et chargé en cendres : c'est le sucre roux qui sera purifié par affinage puis refondu et introduit en cristallisation de 1er jet comme le sucre de 2ème jet pour donner le sucre blanc.

### 3.2.2 La conduite d'une cristallisation industrielle

La conduite industrielle de la cristallisation doit, comme nous l'avons déjà dit, concilier au mieux rendement et qualité. On doit cristalliser un maximum de sucre dans un minimum de temps d'après la formule pratique que nous pouvons écrire :

$$\frac{dm}{d\theta} = K.S. (\sigma - 1). f(T, NS/E)$$

$m$  : la masse de sucre cristallisé

$\theta$  : le temps

$K$  : la constante de vitesse de cristallisation (dépendante, nous l'avons vu, de la diffusion et de la réaction de surface)

$S$  : Surface d'échange (c'est la surface des cristaux assimilés à des sphères)

$\sigma$  : Sursaturation de l'eau-mère

$f(T, NS/E)$  : Fonction montrant la dépendance de la cristallisation vis-à-vis de la température ( $T$ ) et des impuretés de l'eau-mère ( $NS/E$ )

La cristallisation se fera le plus souvent dans des appareils discontinus (installés en 1er jet) parfois dans des appareils en continu dans les 2 derniers jets.

#### 3.2.2.1 L'appareil à cristalliser (à cuire) et son environnement

Appareil appelé "cuite" en sucrerie, est schématisée sur la figure 12.

Le volume utile peut varier selon les types de 300 à 600 HI et même plus pour les appareils les plus récents.

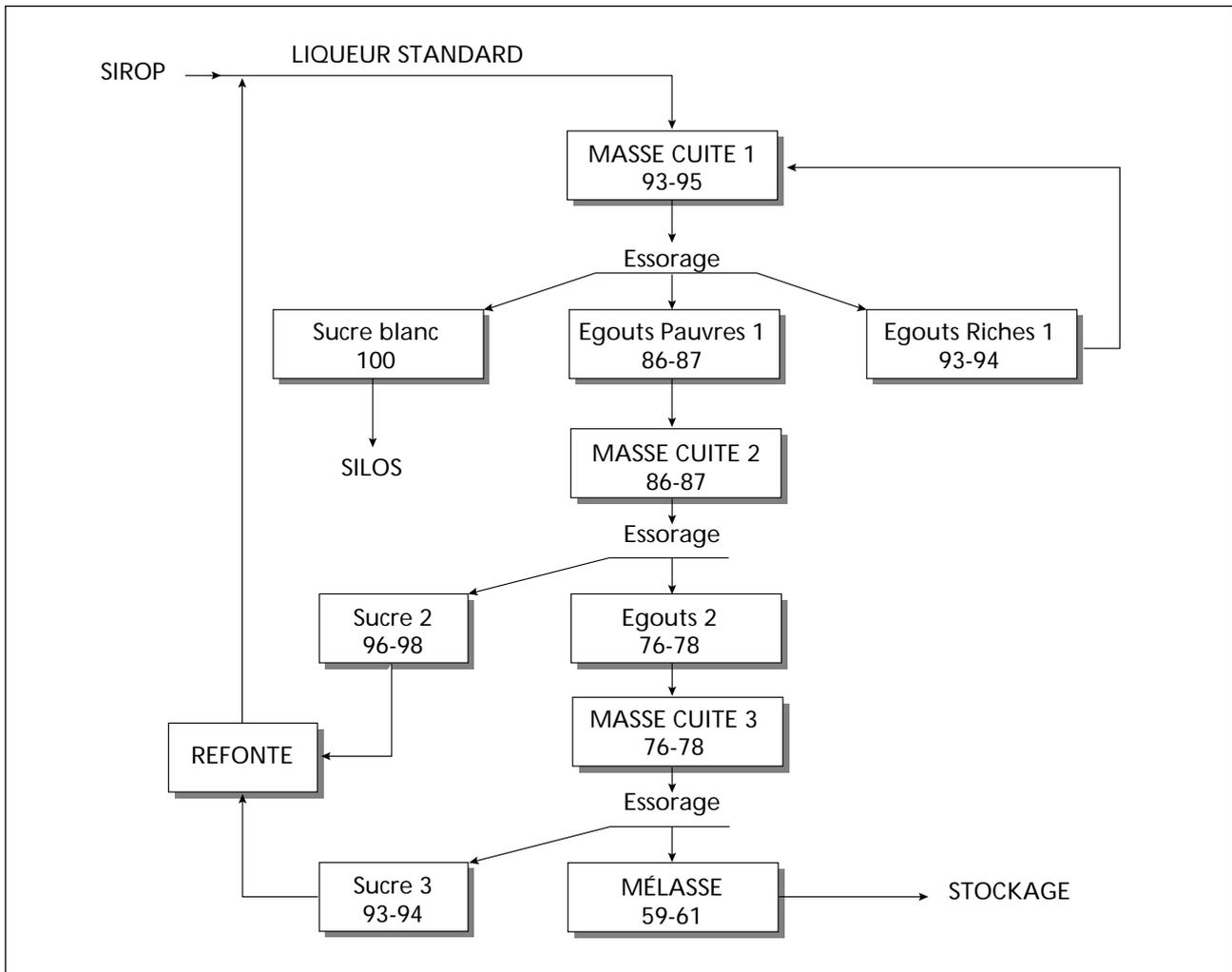


Figure 11 : Cascade des puretés en 3 jets.

Pour éviter les colorations, le chauffage est assuré par un faisceau recevant une vapeur de prélèvement du 3ème ou 4ème effet de l'évaporation, la cuite est raccordée au vide et munie d'un système d'agitation puissant.

L'appareil est équipé de tout un ensemble de capteurs, vannes et régulateurs permettant, de plus en plus au lieu d'une conduite manuelle, une conduite automatique. Cet environnement instrumental est donné par la figure 13.

Outre les différentes vannes automatisées assurant l'alimentation de la cuite en vapeur, sirops, vide, l'appareil dispose de capteurs de température, vide, Brix et sursaturation, pression et niveau.

### 3.2.2.2 Le cycle d'une cuite (ou cuisson)

Quatre phases principales sont à distinguer au cours de la cristallisation dans un appareil à cuire :

la concentration du pied de cuite, le grainage, la montée et le serrage.

Toutes ces opérations sont réalisées sous un vide de l'ordre de 57 - 58 cm de mercure et chauffé par une vapeur du 3ème ou 4ème effet. La température au cours de l'opération sera toujours inférieure à 80° C justement pour éviter les recolorations.

#### La concentration du pied de cuite

Dans cette phase, une quantité suffisante de sirop est amenée dans l'appareil de façon à couvrir le faisceau. Le sirop sera alors concentré (le faisceau étant sous vapeur) pour être amené à sursaturation d'environ 1,15.

Cette quantité de sirop ainsi préparé est appelée "le pied de cuite". L'agitation mécanique est en service.

#### Le grainage

Le point de sursaturation choisi étant atteint (contrôlé par le capteur mis en place à cet effet ; le

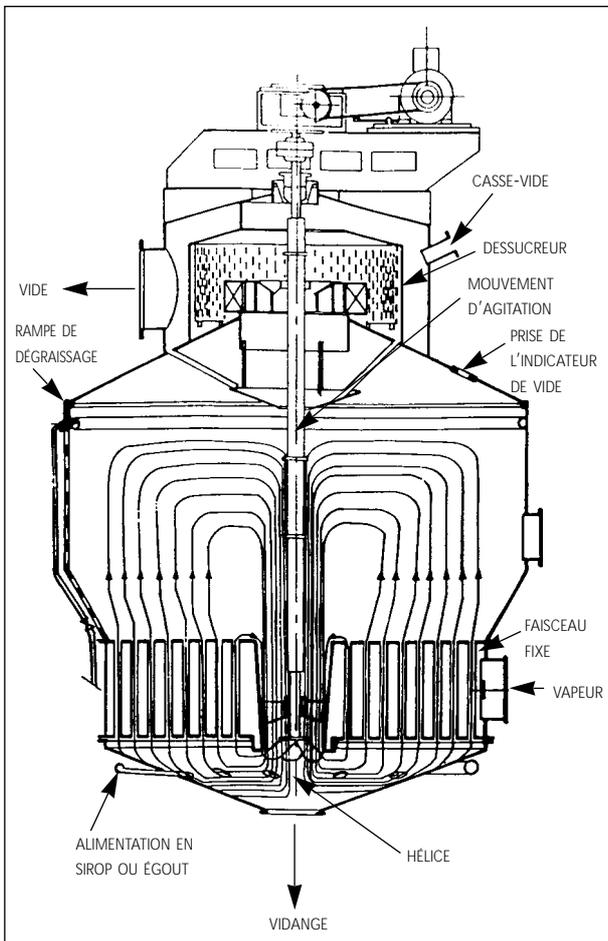


Figure 12 : Appareil à cuire.

plus souvent un gamma-densimètre), on procède à l'ensemencement de la cuite, ce qui consiste à introduire un nombre de germes correspondant au nombre final de cristaux souhaités.

La masse des germes ( $m$ ) est reliée en théorie à la masse des cristaux en fin de cuisson par la relation :

$$m = P \left( \frac{OM \text{ germes}}{OM \text{ Cristaux}} \right)^3$$

où  $P$  est le poids final des cristaux.

et  $OM$  l'ouverture moyenne des germes et des cristaux.

La quantité de germes introduite sera fonction de l'ouverture moyenne souhaitée des cristaux à obtenir. Par exemple, en partant de germes de  $10 \mu\text{m}$ , il nous faudra 8 fois plus de germes pour obtenir un certain poids de cristaux d'ouverture moyenne de  $250 \mu\text{m}$  que pour obtenir un même poids de cristaux d'ouverture moyenne de  $500 \mu\text{m}$ .

L'ensemencement doit être suivi d'une période de stabilisation où les germes s'organisent en cristaux. Au cours de cette courte période, il y a risque de

sursaturation et danger de maillage ou d'agglomération des cristaux (Figure 14). Les débits de vapeur et d'alimentation doivent être sensiblement réduits et l'agitation mécanique importante.

### La montée de la cuite

Pendant cette période, la vitesse d'évaporation et l'alimentation en sirop doivent être équilibrées de façon à maintenir une sursaturation dans la zone dite "stable" de cristallisation. Trop d'alimentation conduirait à la refonte partielle de cristaux, (désaturation de l'eau-mère) trop de vapeur ou pas assez d'alimentation conduirait à des sursaturations locales ce qui se traduirait par l'apparition de grains fins ou poussières (germination spontanée).

En général, dans cette phase, on règle la concentration de l'eau-mère, en régulant l'alimentation de la liqueur. La vapeur est le plus souvent maintenue à pression constante, avec variations éventuelles par paliers.

Deux évolutions se superposent :

- Un transfert de sucre de l'eau mère vers le cristal
- Un transfert de chaleur (évaporation) qui ajuste le brix de l'eau mère au fur et à mesure que celle-ci s'appauvrit en sucre.

Ces deux transferts se font avec des vitesses qui varient au cours du temps :

- Le transfert de sucre est proportionné à la vitesse de cristallisation et à la surface des cristaux.

En début de cuite, cette surface est très faible : on dépose donc peu de sucre par unité de temps. En fin de cuite, la surface est élevée et on pourrait déposer beaucoup de sucre par unité de temps.

• Par contre, le coefficient de transfert de chaleur à travers le faisceau ne cesse de décroître en cours de montée de cuite, par suite de l'augmentation de viscosité de la masse cuite et également de l'augmentation de la charge hydrostatique. On dispose en fin de cuite d'une telle surface de cristallisation qu'il n'est pas possible de maintenir une sursaturation d'eau-mère élevée ; d'autant plus que la théorie a montré que la cristallisation dégage de la chaleur et donc, abaisse localement cette sursaturation.

Par ailleurs, la masse de cristaux augmentant en cours de montée, il est exclu, pour des raisons de patosité, de travailler à un trop fort pourcentage de cristaux.

En résumé, au cours de la montée, trois facteurs limitants doivent être gérés convenablement :



ter des sursaturations et par conséquent la formation de mâcles ou conglomérats.

**Le serrage**

L'objectif de cette phase sera, par coupure de l'alimentation et poursuite de l'évaporation, de continuer la cristallisation en épuisant l'eau-mère au maximum tout en évitant de prendre des "poussières". Le serrage terminé, la cuite sera coulée dans un malaxeur avant essorage.

**3.2.2.3 La gestion d'une cuite**

Au cours de la cristallisation, les différents paramètres de la conduite doivent être correctement déterminés et gérés pour assurer l'objectif de la qualité :

- *La durée de cuisson* : La durée de la cuisson (phase de montée) sera fonction de l'ouverture moyenne souhaitée des cristaux et de la qualité.

Une bonne agitation améliore cette qualité et la vitesse de diffusion du sucre dans l'eau mère.

- *La température de cuisson* : Celle-ci est fonction du vide. Afin d'éviter des recolorations impor-

tantes, il faut cuire à des températures modérées n'excédant pas 80°C.

Une cuisson à trop basse température évite les recolorations mais diminue la vitesse de cristallisation, ce qui allonge la durée de cuisson.

- *Les grandeurs de conduite* : Pour conduire la cuite, on peut utiliser soit :

- la température : c'est à dire l'élévation de la température d'ébullition due à la concentration
- la patosité : résistance au déplacement d'un palpeur dans la masse cuite
- la résistance électrique, entre une électrode placée dans la masse cuite et la calandre de la cuite (si le milieu s'y prête)
- la densité de la masse cuite : mesurée le plus souvent par un gamma-densimètre

- *La vapeur* : La vapeur condensée par unité de temps détermine l'allure de la cuite c'est à dire le débit d'alimentation en sirop, lui-même étant régulé par la grandeur caractéristique choisie.

La figure 15 présente l'enregistrement de l'évolution des paramètres de conduite au cours de la cuisson.

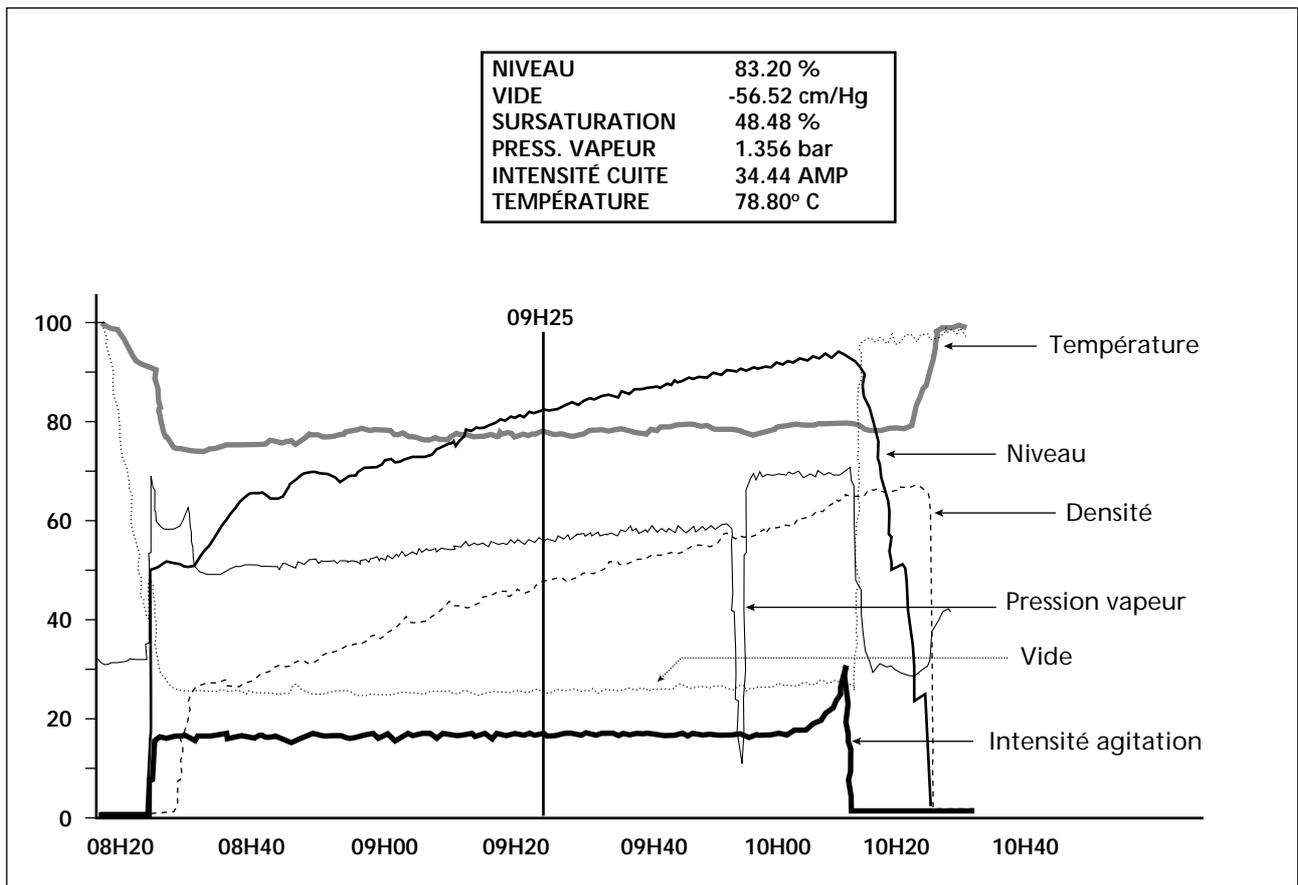


Figure 15 : Evolution des paramètres de conduite au cours de la cuisson.

### 3.2.2.4 La séparation des cristaux

La masse cuite coulée dans un malaxeur sera maintenue sous agitation et à température avant d'être essorée.

Au cours de l'essorage, le sucre sera "claircé" c'est-à-dire lavé à l'eau chaude, afin d'être débarrassé des impuretés superficielles. Il est ensuite séché et stocké dans des silos conditionnés en température et humidité.

## 3.3 LA QUALITÉ DU SUCRE PRODUIT

La qualité d'un sucre blanc, destiné à la commercialisation, est évaluée d'après un système de notation établi par la CEE, système dans lequel on accorde un certain nombre de points aux résultats de trois mesures concernant les cendres, la coloration en solution et l'aspect (ou blancheur). La somme des points de ces trois notations évalue la qualité du sucre en "points européens". On distingue principalement deux catégories :

- Catégorie 1 : jusqu'à 8 points
- Catégorie 2 : de 8 à 22 points

avec des limites maximales dans chaque mesure comme donné dans le *tableau 1* ci-dessous :

### 3.3.1 Evaluation des points européens

La teneur en cendres est déterminée par conductimétrie sur une solution à 28 g de sucre pour 100 g de solution (° Brix). On attribue un point pour 3,13 microSiemens par cm.

La coloration en solution est déterminée par spectrophotométrie à 420 nm sur une solution à 50°Brix préalablement filtrée sur une membrane de porosité 0,45 microns.

On attribue un point pour 7,5 unités de la coloration exprimé en unités ICUMSA. Le type de couleur (ou aspect) est déterminé par comparaison avec une gamme de sucre numérotée ("type de couleur") de

l'Institut Allemand de Brunswick. On attribue un point par 1/2 unité du type de référence correspondant à l'échantillon analysé.

A cette notation, s'ajoutent souvent certaines mesures complémentaires exigées par les utilisateurs.

Les analyses les plus couramment pratiquées sont :

- La granulométrie (usages : refontes à froid, champagne)
- La turbidité et floc (usages : limonades, sirops alcoolisés ou non)
- Le test de moussage (usages : boissons sucrées)
- La bactériologie (usages : conserves, sirops, etc...)

### 3.3.2 Influence de divers paramètres sur la qualité du sucre blanc

La qualité du sucre blanc n'est pas exclusivement l'affaire du seul atelier de cristallisation. Toutes les étapes de l'extraction du sucre ont leur influence et peuvent être précurseurs d'une mauvaise qualité si elles ne sont pas conduites correctement.

#### 3.3.3.1 Influence de la pureté du sirop

L'évolution des cendres exprimées en points européens est une fonction pratiquement linéaire de la pureté du sirop cristallisé. D'où l'intérêt de cuire à des puretés les plus élevés possibles.

Rappelons que les cendres contenues dans les sucres blancs sont constitués en majeure partie par les sels de sodium et surtout de potassium, sels prédominant dans les produits issus de la betterave.

Une fraction importante de ces cendres est fixée en surface du cristal et peut être éliminée par un clairçage judicieux.

Une cuisson à température élevée augmente la teneur en cendres du sucre.

Catégorie	Total des points	Limites Maximales		
		Teneur en cendres	Aspect	Coloration en solution
1	inférieur à 8	6	4	3
2	entre 8 et 22	15	9	6

**Tableau 1** : La notation CEE des sucres.

### 3.3.3.2 Influence de la coloration du sirop

L'influence de la coloration sur la qualité du sucre blanc est également une fonction linéaire de la coloration du sirop.

Des études ont montré que parmi les trois types de colorants rencontrés en sucrerie – caramels, mélanoidines et PDAH (Produits de Dégradation Alcaline des Hexoses) – ce sont les colorants type caramels qui sont les plus tenaces et nuisibles à la qualité du cristal. Afin d'éviter leur formation, il paraît opportun de cuire à une température la plus basse possible.

On peut dire qu'une cuisson à 90°C double la coloration d'un sucre par rapport à une cuisson à 70°C.

### 3.3.3.3 Influence de l'agitation

Le *tableau 2* donne les résultats de l'influence d'une agitation mécanique en cours de cuisson sur la qualité du sucre obtenu. L'amélioration de la qualité est surtout due à la grande diminution de congglomérats.

Il faut signaler toutefois qu'une agitation doit être modérée afin de ne pas générer de poussières. La vitesse linéaire en bout des pâles de l'agitateur ne doit pas dépasser 6 m/s.

### 3.3.3.4 Influence de la sursaturation

Ainsi que nous l'avons déjà signalé, une sursaturation élevée, surtout au moment du grainage, favorise l'apparition de congglomérats.

Ainsi, pour une cuite grainée à sursaturation modérée de 1,15, les grains sont bien formés et individualisés.

	Sans agitation	Avec agitation	% d'amélioration
% cristaux agglomérés	50	14	72
Cendres Points CEE	7,5	5,3	30
Coloration Points CEE	4	3,4	15

**Tableau 2** : Influence de l'agitation sur la qualité des sucres blancs.

Lorsque la sursaturation atteint environ 1,3, le pourcentage des cristaux associés en congglomérats peut être très élevé.

## 4 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.

## Bibliographie

On pourra également consulter :

- 1 - D. AHARI, E. BURZAWA *La qualité des sucres blancs*, Conférence GTS 1977
- 2 - J. CLERIOT, *La Sucrierie vue au microscope*, IAA Juillet Août 1993
- 3 - J. GENOTELLE, *Expression de la viscosité des solutions sucrées*, IAA Juillet 1978
- 4 - R. GONTIER, *Rappels théoriques sur la cristallisation*, Conf. GET 1994
- 5 - F. HEITZ, *Aspects théoriques de la cristallisation en sucrierie*, IAA Juillet Août 1971 N°7 - 8
- 6 - F. HEITZ, *Quelques propriétés des solutions de saccharose*, CITS 15ème Assemblée Générale 1975
- 7 - L. J. KUIJVENHUVEN, *Conglomerate formation*

*in sugar crystallization*, Int. Sugar JNL 1983 Vol. 83

- 8 - V. MAURANDI *Théorie et pratique de la cuisson du sucre*, Sucrierie Belge Vol. 94 Mars 1975
- 9 - G. MANTOVANI, G. VACCARI, *Sucrose Crystallization*. M. MATHLOUTHI and P. REISER, *Sucrose properties and applications*, Blackie Academic and Professional 1994 – Chapman and Hall 1994.
- 10 - *Manuel de sucrierie*, Raf. Tirlemontoise E1 1984
- 11 - C. NOEL, *Cinétique de la cristallisation en milieu impur*, Sucrierie Française Nov. 1990
- 12 - K. WAGNEROWSKI, *Rationalisation du processus d'épuisement des mélasses*, Conférences GTS 1983