

12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: 81401637.4

51 Int. Cl.<sup>3</sup>: **C 13 K 5/00**

22 Date de dépôt: 19.10.81

30 Priorité: 10.11.80 FR 8023958

43 Date de publication de la demande:  
26.05.82 Bulletin 82/21

84 Etats contractants désignés:  
DE GB NL

71 Demandeur: FIVES-CAIL BABCOCK, Société anonyme  
7 rue Montalivet  
F-75383 Paris Cedex 08(FR)

71 Demandeur: PIERRE GUERIN SA. Société Anonyme  
B.P. 12  
F-79210 Mauze sur le Mignon(FR)

72 Inventeur: Credo, Paul  
176, rue Roger Salengro  
F-59260 Hellemmes Lille(FR)

72 Inventeur: Beuneu, Pierre  
A 63, rue du Docteur Schweitzer  
F-59100 Roubaix(FR)

74 Mandataire: Fontanié, Etienne  
FIVES-CAIL BABCOCK 7, rue Montalivet  
F-75383 Paris Cedex 08(FR)

54 Procédé de production de lactose cristallisé et installation pour la mise en oeuvre de ce procédé.

57 L'invention concerne la production de lactose cristallisé à partir de lactosérums.

Pour augmenter notablement le pourcentage de lactose récupéré sans augmentation sensible des frais d'investissement et de la consommation d'énergie, l'invention propose de réaliser une première cristallisation dans un appareil de cristallisation par évaporation à marche continue (10), de soumettre le produit sortant de cet appareil à un premier essorage dans une essoreuse à tamis à marche continue (12) pour séparer les gros cristaux de lactose de l'eau-mère, de refroidir (en 14) l'eau-mère contenant des petits cristaux de lactose pour provoquer leur grossissement et à soumettre le produit obtenu à un second essorage (en 16).

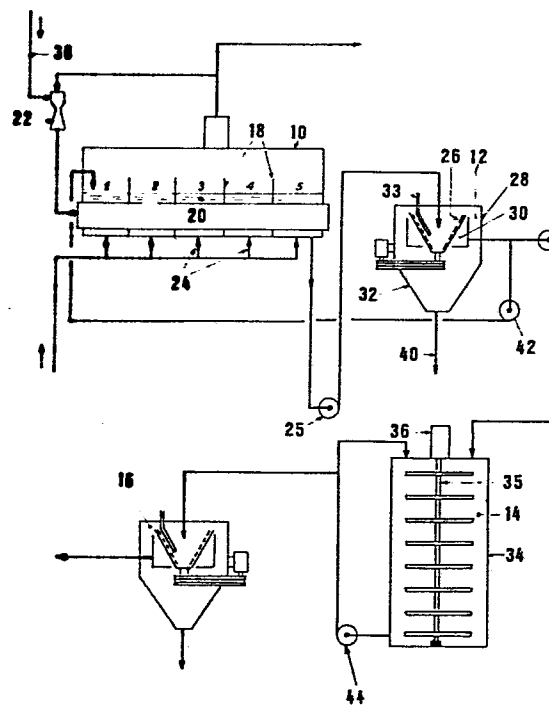


Fig. 1

Procédé de production de lactose cristallisé et installation pour la mise en oeuvre de ce procédé

La présente invention concerne la production de lactose  
5 cristallisé sous ses trois formes commerciales : lactose  
brut ou technique dont la pureté varie de 92 à 98 %, lactose  
édible ou alimentaire dont la pureté est supérieure à 98 %  
et lactose codex ou pharmaceutique dont la pureté est supé-  
rieure à 99, 85 %.

10

Le lactose commercial est obtenu à partir de lactosérums  
entiers, ou déprotéinés et/ou déminéralisés. Le lactosérum  
est concentré par évaporation, soumis à cristallisation,  
et les cristaux obtenus sont séparés et broyés et éventuel-  
15 lement soumis à un raffinage. Généralement, la cristallisa-  
tion est réalisée par refroidissement du lactosérum concen-  
tré et le pourcentage de lactose cristallisé par rapport au  
lactose total est faible. Pour améliorer le taux de récupé-  
ration du lactose, on a proposé d'effectuer la cristallisa-  
20 tion en deux étapes, le lactosérum concentré étant tout  
d'abord amené à l'état sursaturé dans une chaudière à cuire  
du type utilisé en sucrerie et ensemencé au moyen de germes  
cristallins et le contenu de la chaudière étant ensuite  
transféré dans un cristalliseur classique où il est refroidi  
25 pour compléter la cristallisation. Ce procédé a l'inconvé-  
nient d'être discontinu, long et coûteux, à cause de l'im-  
portante consommation de vapeur de la chaudière à cuire.

La présente invention permet d'augmenter notablement le  
30 pourcentage de lactose récupéré sans augmentation sensible  
des frais d'investissement et de la consommation d'énergie.

Le procédé objet de l'invention est caractérisé en ce que  
la première phase de cristallisation a lieu dans un appa-  
35 reil de cristallisation par évaporation à marche continue,  
que le mélange d'eau-mère et de cristaux produit par cet  
appareil est soumis à un essorage centrifuge dans une esso-  
reuse à tamis à marche continue pour séparer de l'eau-mère

les cristaux de lactose dont les dimensions sont supérieures à une dimension prédéterminée comprise entre 40 et 90 microns, que l'eau-mère contenant les petits cristaux dont les dimensions sont inférieures à cette dimension prédéterminée est refroidie dans une cuve à double enveloppe ou un malaxeur à marche continue pour provoquer le grossissement de ces petits cristaux et que le produit obtenu est soumis à un second essorage dans une machine centrifuge à marche continue pour séparer les cristaux de l'eau-mère.

10

La phase de cristallisation par évaporation est conduite à la température maximale compatible avec la thermosensibilité des produits et avec une concentration en matières sèches telle que la sursaturation soit toujours la plus élevée possible : ces deux conditions permettent d'avoir une vitesse de cristallisation très élevée, de l'ordre de dix fois celle obtenue dans un cristalliseur par refroidissement, et d'obtenir un bon rendement en lactose cristallisé. Lorsqu'on traite du lactosérum entier, sa température au cours de cette phase de cristallisation est de l'ordre de 50 à 55°C ; dans le cas où on traite du lactosérum déprotéiné et/ou déminéralisé la température est de l'ordre de 65 à 70°C. La concentration en matières sèches du produit soumis à cette phase de cristallisation est de l'ordre de 50-55 %.

25

Le temps de séjour du produit dans l'appareil de cristallisation par évaporation est choisi de manière à obtenir à la sortie de l'appareil une teneur en matières sèches aussi élevée que possible et compatible avec les conditions de transport et de traitement ultérieures : pompage, essorage, etc...

Par exemple, dans le cas où on traite du lactosérum déprotéiné et déminéralisé, le temps de séjour est compris entre 1 et 3 heures, le taux de matières sèches à la sortie de l'appareil est d'environ 80 % et le rendement en cristaux (poids de lactose cristallisé / poids total de lactose) est de 50 à 55 %.

Une partie de l'eau-mère provenant du premier essorage pourra être ramenée à l'entrée de l'appareil de cristallisation par évaporation, les petits cristaux de lactose qu'elle contient étant utilisés comme germes de cristallisation. Le débit d'eau-mère recyclée sera lié à la nature du produit traité et à la qualité des cristaux désirée. En variante, les germes cristallins introduits dans l'appareil de cristallisation peuvent être obtenus par broyage de cristaux de lactose.

10

Les cristaux séparés de l'eau-mère au cours du premier essorage sont avantageusement soumis à un lavage à l'eau ou à l'eau additionnée d'acide chlorhydrique pour augmenter leur pureté.

15

Pour la première phase de cristallisation on utilise, de préférence, un appareil constitué par une cuve horizontale divisée par des cloisons transversales en plusieurs compartiments qui sont traversés successivement par le mélange de lactosérum concentré et de cristaux se déplaçant d'une extrémité à l'autre de l'appareil, chaque compartiment comportant des moyens de chauffage et une entrée pour le produit à traiter. Les moyens de chauffage peuvent être constitués par des éléments creux (tubes ou plaques) chauffés par de la vapeur dont une fraction est constituée par de la vapeur produite dans l'appareil de cristallisation et recomprimée au moyen d'un thermocompresseur ou d'un moto-compresseur. Cette solution permet d'avoir une consommation énergétique voisine de celle obtenue avec les procédés classiques avec un rendement en lactose bien supérieur. La température de la vapeur de chauffe sera de l'ordre de 65 à 80°C.

Pour les premier et second essorages on utilise des essoreuses à marche continue à tamis tronconique. Ce type d'essoreuse permet d'obtenir des cristaux dont le taux d'humidité est beaucoup plus faible que celui des cristaux séparés au moyen des décanteurs centrifuges habituellement utilisés et de séparer nettement les cristaux dont les dimensions sont

supérieures et inférieures à une dimension prédéterminée. Cesessoreuses seront avantageusement munies d'un système de lavage des cristaux.

5 L'efficacité de cesessoreuses est grandement influencée par la granulométrie des cristaux qu'il faut pouvoir contrôler. C'est précisément ce que permet l'appareil de cristallisation à marche continue décrit ci-dessus. C'est donc en partie grâce à l'utilisation combinée de ces deux appa-  
10 reils que le procédé de l'invention permet d'obtenir un rendement en lactose supérieur à celui des procédés classiques.

Pour la production de lactose de très haute pureté, les  
15 cristaux de lactose obtenus par le procédé décrit ci-dessus seront raffinés et pour cela seront dissous dans de l'eau et la solution obtenue, éventuellement épurée, sera traitée suivant le même procédé.

20 En variante, on peut obtenir du lactose de très haute pureté (lactose codex) en mélangeant les cristaux de lactose provenant des premier et second essorages à de l'eau et en soumettant ce mélange à un dernier essorage puis à un lavage dans uneessoreuse centrifuge à marche continue, l'eau-mère  
25 séparée par essorage étant renvoyée en tête de l'installation, en amont de l'appareil de cristallisation par évaporation, et l'eau de lavage étant utilisée pour préparer ledit mélange.

30 Les cristaux obtenus, qui ont des dimensions comprises entre 50 et 250 microns, sont broyés à l'état de poudre micronisée (1 à 5 microns environ).

La description qui suit se réfère aux dessins l'accompagnant  
35 et sur lesquels :

La figure 1 est le schéma d'une installation pour la mise en oeuvre de l'invention ; et la figure 2 est un

schéma illustrant les dernières étapes d'une variante du procédé de l'invention pour la production de lactose codex.

5 L'installation représentée schématiquement sur la figure 1 est constituée essentiellement par un appareil de cristallisation par évaporation 10, une première essoreuse centrifuge 12, un malaxeur-refroidisseur 14 et une seconde essoreuse centrifuge 16. Tous ces appareils sont à marche  
10 continue, c'est-à-dire que l'alimentation et l'évacuation des produits se font en continu.

L'appareil 10 est constitué par une cuve cylindrique fermée disposée horizontalement et divisée en plusieurs comparti-  
15 ments 1 à 5 par des cloisons transversales 18. Ces cloisons sont moins hautes que la cuve de sorte que les différents compartiments communiquent entre eux à leur partie supérieure. Des ouvertures sont percées dans les cloisons 18 pour per-  
mettre le passage du produit traité d'un compartiment à  
20 l'autre.

Un ou plusieurs faisceaux de chauffage 20 formés de tubes horizontaux disposés parallèlement à l'axe de la cuve sont placés dans la partie inférieure de celle-ci. Ces tubes sont  
25 alimentés en vapeur par un thermo-compresseur 22 et assurent le chauffage des différents compartiments ; ils sont en permanence noyés dans le produit traité remplissant la partie inférieure de la cuve. Le thermo-compresseur 22 sert à recomprimer, au moyen de vapeur vive, une partie de la vapeur  
30 produite dans l'appareil 10 et prélevée dans la partie supérieure de la cuve. En variante, on pourrait utiliser un moto-compresseur. Des entrées 24 pour le produit à traiter sont prévues dans chaque compartiment et une sortie reliée à une pompe 25 est prévue dans le dernier compartiment 5.

35

Les essoreuses centrifuges 12 et 16 sont du type décrit dans le brevet français 79/06829. Elles comportent un panier tronconique 26, évasé vers le haut et monté à l'intérieur

d'une cuve 28. Le panier est monté sur un pivot vertical et est entraîné en rotation autour de son axe. Le produit à essorer est déversé au fond du panier. Un tamis repose sur la surface intérieure du panier et la phase liquide du produit à essorer ainsi que les particules solides dont les dimensions sont inférieures aux ouvertures du tamis sont recueillies dans une chambre 30 constituée par une virole dont l'extrémité supérieure se trouve près du bord supérieur du panier et par un fond fixé à la virole. Les particules solides dont les dimensions sont supérieures aux ouvertures du tamis sont déplacées vers le haut sur le tamis, par la force centrifuge, et sont finalement éjectées à l'extrémité supérieure du panier dans la cuve 28 d'où elles tombent dans une trémie 32 raccordée au bas de la cuve. Des rampes d'arrosage 33 placées à l'intérieur du panier permettent de laver les matières solides avant qu'elles soient expulsées du panier.

Le malaxeur-refroidisseur est du type décrit dans le brevet français n° 79/18325. Il est constitué par une cuve cylindrique 34, à section circulaire et disposée verticalement. Des orifices sont prévus à la partie inférieure et à la partie supérieure de la cuve pour l'admission et l'évacuation des produits. Un arbre vertical 35 est placé dans l'axe de la cuve et porte des organes assurant à la fois le brassage et le refroidissement des produits traités ; ces organes peuvent, par exemple, être constitués par des tubes enroulés en spirale et parcourus par un fluide réfrigérant. En variante, des nappes de tubes fixées à la paroi de la cuve et assurant le refroidissement des produits pourraient alterner avec des pales solidaires de l'arbre et assurant le brassage des produits. L'arbre est entraîné en rotation par un groupe moto-réducteur 36 monté sur la cuve.

En fonctionnement, le lactosérum préalablement concentré dans un évaporateur, non représenté sur le dessin, est introduit en continu dans les différents compartiments de l'appareil 10 où il est chauffé par la vapeur alimentant



- 7 -

- les tubes du faisceau 20. On introduit également dans le premier compartiment une solution concentrée contenant des cristaux de petites dimensions provenant de l'essoreuse 12. Sous l'action de la chaleur fournie par la vapeur de chauffage, une partie de l'eau s'évapore et le lactosérum est amené à l'état de sursaturation. La concentration du lactosérum dans les différents compartiments est maintenue à la valeur voulue par contrôle du débit d'alimentation en lactosérum ou en vapeur ce qui permet d'assurer un grossissement régulier des cristaux introduits dans le premier compartiment pendant tout leur séjour dans l'appareil. Le mélange de lactosérum concentré ou eau-mère et de cristaux est extrait en continu du dernier compartiment par la pompe 25. Un régulateur de niveau commande cette pompe pour maintenir le niveau des produits dans la cuve sensiblement à mi-hauteur. Les dimensions de l'appareil sont choisies, en fonction du débit à traiter, pour que le temps de séjour ait la valeur voulue.
- 20 Une partie de la vapeur produite dans l'appareil 10 est recomprimée au moyen du thermo-compresseur 22, qui est par ailleurs alimenté en vapeur vive par une tuyauterie 38, et est utilisée pour le chauffage du faisceau 20.
- 25 La pompe 26 alimente l'essoreuse 12. Dans celle-ci les cristaux de lactose dont les dimensions sont supérieures à celles des ouvertures du tamis, par exemple supérieures à 90 microns, sont séparés et évacués en 40 vers les étapes ultérieures du traitement : broyage-séchage ou raffinage.
- 30 Avant leur sortie du panier les cristaux sont lavés à l'eau ou à l'eau acidulée par de l'acide chlorhydrique à pH 2,5 à 3,5 au moyen des rampes 33. La plus grosse partie de l'eau-mère et les cristaux de petites dimensions qui ont traversé le tamis de l'essoreuse est envoyée dans le malaxeur-refroidisseur 14. L'autre partie est introduite au moyen d'une pompe 42 dans le premier compartiment de l'appareil 10 où les petits cristaux servent de germes ; le débit de la pompe 42 peut être contrôlé en fonction du débit d'alimen-

tation en lactosérum de l'appareil 10.

Dans le malaxeur-refroidisseur 14, le mélange d'eau-mère et de cristaux qui avait une température de 50 à 70°C à la  
5 sortie de l'appareil 10 est refroidi jusqu'à 10-15°C environ. Ce refroidissement provoque le grossissement des cristaux et, par conséquent, permet une récupération supplémentaire du lactose et facilite la séparation des cristaux dans l'essoreuse 16.

10

La pompe 44 assure à la fois l'alimentation de l'essoreuse 16 et le recyclage d'une fraction du mélange eau-mère-cristaux prélevé au bas du malaxeur-refroidisseur 14 ; ce recyclage permet de pallier à la décantation rapide des cristaux dans le malaxeur.  
15

Le tamis de l'essoreuse 16 doit être très fin pour permettre de récupérer la presque totalité des cristaux de lactose ; les dimensions des ouvertures du tamis seront par exemple  
20 comprises entre 40 et 60 microns. Ces cristaux sont dirigés vers les étapes ultérieures du traitement : broyage-séchage ou raffinage. En variante, ces cristaux pourraient être dissous dans de l'eau et la solution obtenue pourrait être introduite avec le lactosérum, dans l'appareil 10.

25

La figure 2 illustre un procédé pour la production de lactose à très haute pureté à partir des cristaux séparés dans les essoreuses centrifuges 12 et 16. Ces cristaux sont mélangés, dans un malaxeur 46, à une eau de lavage provenant  
30 d'une essoreuse centrifuge à marche continue 48 et ce mélange est ensuite traité dans cette essoreuse où les cristaux sont tout d'abord séparés de l'eau-mère puis lavés au moyen d'une rampe 50 alimentée en eau. L'essoreuse 48 est conçue pour permettre la séparation de l'eau-mère et de  
35 l'eau de lavage. Comme on l'a déjà dit, cette dernière est envoyée dans le malaxeur 46 et mélangée aux cristaux séparés dans les essoreuses 12 et 16. L'eau-mère est renvoyée, par une tuyauterie 52 à l'entrée de l'évaporateur placé en

amont de l'appareil de cristallisation 10.

Il est bien entendu que toutes les modifications qui peuvent  
être apportées à l'installation décrite par l'emploi de  
5 moyens techniques équivalents entrent dans le cadre de  
l'invention.

## Revendications

1. Procédé de production de lactose cristallisé à partir de lactosérum consistant à concentrer le lactosérum, à amener  
5 le lactosérum concentré à l'état sursaturé et à l'y maintenir par évaporation après addition de germes de cristallisation pour provoquer un début de cristallisation, puis à poursuivre la cristallisation en refroidissant le mélange d'eau-mère et de cristaux obtenu au cours de la première  
10 phase de cristallisation, et à séparer les cristaux de l'eau-mère par essorage centrifuge, caractérisé en ce que la première phase de cristallisation est effectuée dans un appareil de cristallisation par évaporation à marche continue (10), que le mélange d'eau-mère et de cristaux sortant de  
15 cet appareil est soumis à un premier essorage centrifuge dans une essoreuse à tamis à marche continue (12) pour séparer de l'eau-mère les cristaux de lactose dont les dimensions sont supérieures à une dimension comprise entre 40 et 90 microns, que l'eau-mère contenant les petits cristaux  
20 dont les dimensions sont inférieures à cette dimension prédéterminée est refroidie pour provoquer le grossissement de ces petits cristaux et que le produit obtenu est soumis à un second essorage centrifuge pour séparer les cristaux de l'eau-mère.

25

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'une partie de l'eau-mère provenant du premier essorage est ramenée à l'entrée de l'appareil de cristallisation (10), les petits cristaux de lactose qu'elle contient étant uti-  
30 lisés comme germes de cristallisation dans cet appareil.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, pour la production de lactose à partir de lactosérum entier, caractérisé en ce que le lactosérum concentré est porté à une température de  
35 50 à 55°C dans l'appareil de cristallisation (10).

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, pour la production de lactose à partir de lactosérum déprotéiné et/ou déminé-

ralisé, caractérisé en ce que le lactosérum concentré est porté à une température de 65 à 70°C dans l'appareil de cristallisation (10).

- 5 5. Procédé selon la revendication 1, 2, 3 ou 4, caractérisé en ce que le temps de séjour de la solution dans l'appareil de cristallisation (10) est compris entre une et trois heures.
- 10 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la concentration en matières sèches de la solution à l'entrée de l'appareil de cristallisation (10) est d'environ 50 % à 55 % et la concentration en matières sèches du produit sortant de l'appareil de cristallisation est d'environ 80 %.
- 15 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'appareil de cristallisation (10) est chauffé par de la vapeur dont la température est comprise entre 65°C et 80°C.
- 20 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'une partie de la vapeur de chauffage de l'appareil de cristallisation (10) est constituée par de la vapeur produite dans cet appareil et recomprimée.
- 25 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les cristaux séparés de l'eau-mère au cours du premier essorage sont soumis à un lavage à l'eau ou à l'eau additionnée d'acide.
- 30 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que les cristaux provenant des premier et second essorages centrifuges (12 et 16) sont mélangés à de l'eau et le mélange obtenu est soumis à un nouvel essorage puis à un lavage dans une essoreuse centrifuge à marche continue (48), l'eau-mère séparée par ce dernier essorage étant renvoyée en amont de l'appareil de cristal-

lisation par évaporation (10) et l'eau de lavage étant utilisée pour préparer ledit mélange.

11. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon  
5 l'une quelconque des revendications précédentes, caracté-  
risée en ce qu'elle comporte un appareil de cristallisation  
(10) à marche continue constitué par une cuve horizontale  
divisée par des cloisons transversales (18) en plusieurs  
compartiments (1 à 5) qui sont traversés successivement par  
10 le mélange de lactosérum concentré et de cristaux se dé-  
plaçant d'une extrémité à l'autre de l'appareil, chaque com-  
partiment comportant des moyens de chauffage (20) et une  
entrée 24 pour le produit à traiter.
- 15 12. Installation selon la revendication 11, caractérisée en  
ce que les moyens de chauffage (20) sont constitués par des  
éléments creux chauffés par de la vapeur fournie par un com-  
presseur (22) alimenté par de la vapeur prélevée dans la  
partie supérieure de la cuve de l'appareil (10).
- 20 13. Installation selon la revendication 11 ou 12, caracté-  
risée en ce que le premier essorage et éventuellement le  
second sont effectués dans une essoreuse (12) à tamis tron-  
conique équipée d'une rampe de lavage des cristaux (33)  
25 placée à l'intérieur du panier (26).
14. Installation selon la revendication 11, 12 ou 13, carac-  
térisée en ce que le refroidissement du mélange d'eau-mère  
et de cristaux est effectué dans un malaxeur-refroidisseur  
30 (14) comportant une cuve cylindrique (34), à axe vertical  
et un arbre rotatif (35) placé dans l'axe de la cuve et  
portant des organes qui assurent le brassage et/ou le refroi-  
dissement du produit traité.
- 35 15. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon la  
revendication 10, caractérisée en ce qu'elle comporte un  
malaxeur (46) où est effectué le mélange des cristaux et de  
l'eau et une essoreuse centrifuge (48) où ce mélange est

essoré et lavé, cette essoreuse centrifuge comportant une rampe de lavage (50) et des moyens pour recueillir séparément l'eau-mère et l'eau de lavage des cristaux.

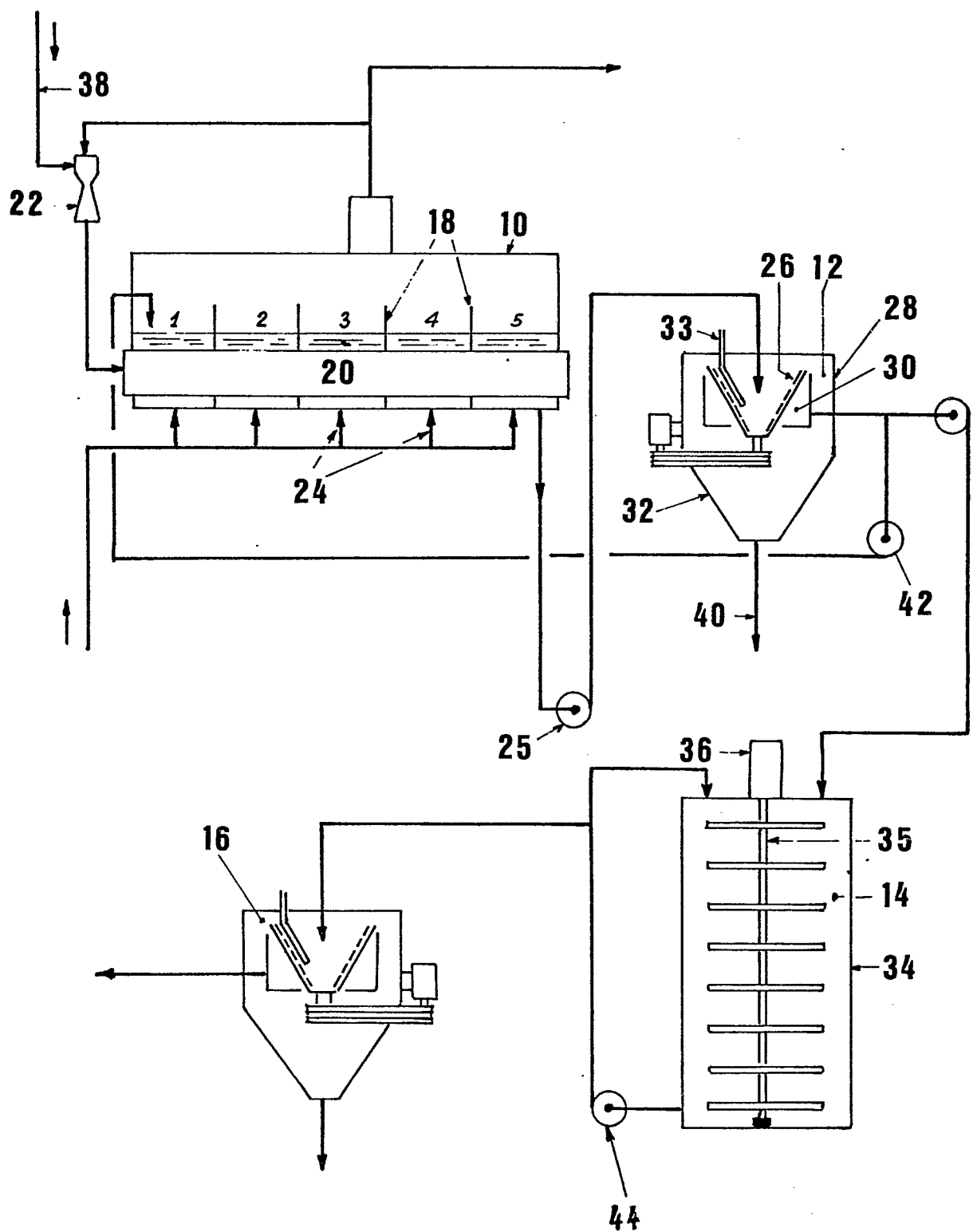


Fig. 1



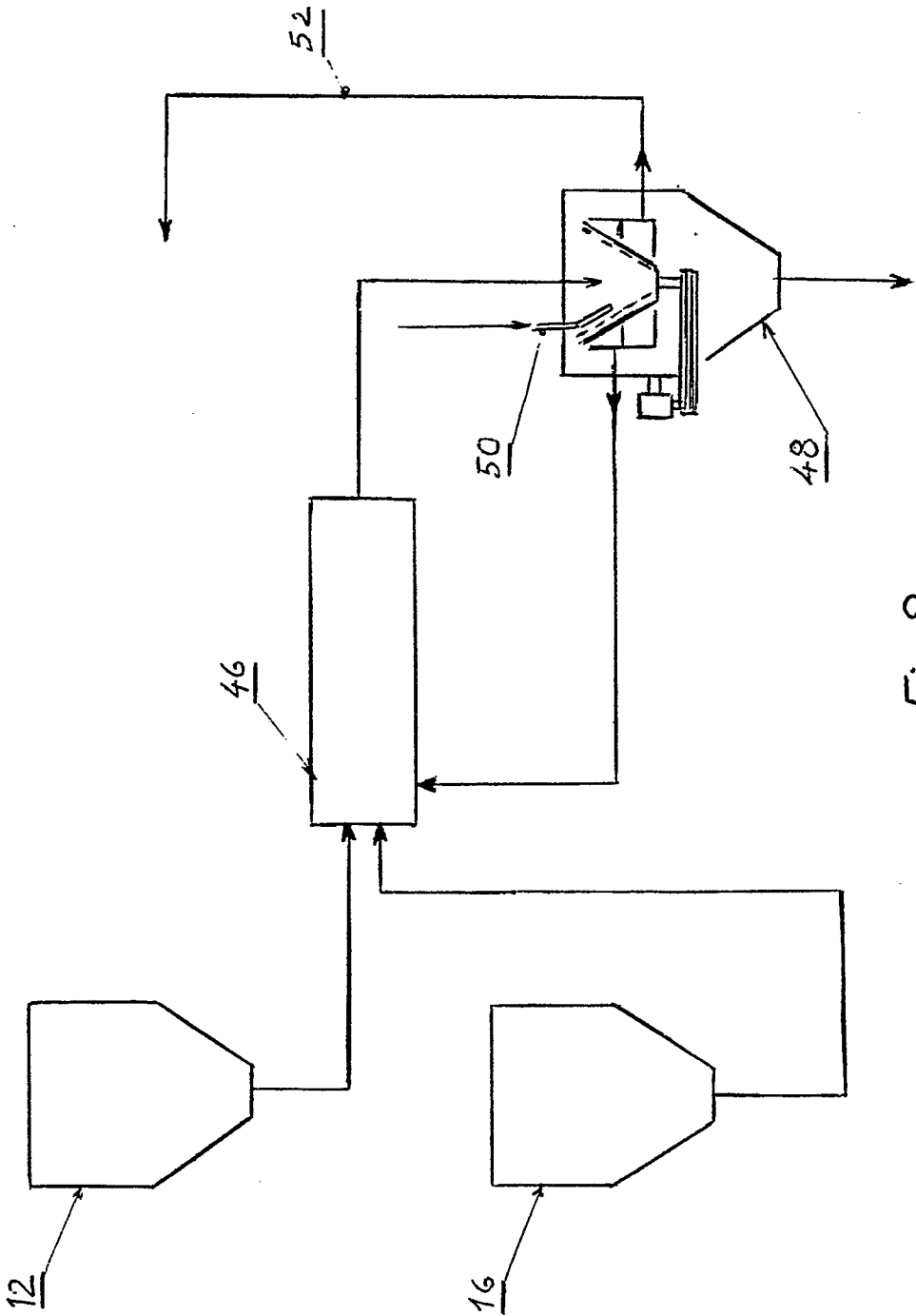


Fig. 2



Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0052541

Numéro de la demande

EP 81 40 163

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
A	DE - A - 1 642 536 (STRUTHERS SCIENTIFIC AND INTER CORP.)	1	C 13 K 5/00
A	FR - A - 1 581 088 (SOC. FIVES LILLE CAIL)	1	
A	FR - A - 1 519 209 (FOREMOST DAIRIES)	1	
A	US - A - 2 768 912 (DAVID D. PEEBLES et al.)	1	
A	US - A - 3 721 585 (L.H. FRANCIS et al.)	1	
D	DE - A - 2 930 282 (HAYER)		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)
	* en entier *	1	C 13 K 5/00 1/10 C 13 F 1/02 A 23 C 9/144 1/04 21/00
			CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES
			X: particulièrement pertinent à lui seul Y: particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D: cité dans la demande L: cité pour d'autres raisons
<input checked="" type="checkbox"/> Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			&: membre de la même famille, document correspondant
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye		25 février 1982	LENSEN