

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt: 84402321.8

(51) Int. Cl.⁴: **C 13 K 1/10**
B 01 D 9/00

(22) Date de dépôt: 14.11.84

(30) Priorité: 17.11.83 FR 8318318

(43) Date de publication de la demande:
03.07.85 Bulletin 85/27

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE GB IT LI NL

(71) Demandeur: Roquette Frères
F-62136 Lestrem(FR)

(72) Inventeur: Bodele, Gilbert
Chemin de Lombardie Borre
F-59190 Hazebrouck(FR)

(72) Inventeur: Dufлот, Pierrick
58, rue de Beaupré
F-29253 La Gorgue(FR)

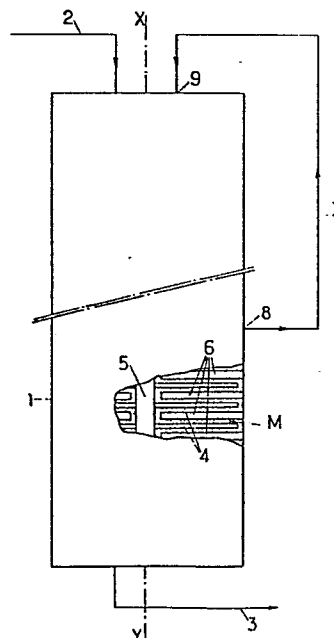
(72) Inventeur: Valentin, Bernard
40 bis, rue de Beaupré
F-59253 La Gorgue(FR)

(72) Inventeur: Huchette, Michel
63, rue du Maréchal Joffre
F-59660 Merville(FR)

(74) Mandataire: Koch, Gustave et al,
Cabinet PLASSERAUD 84, rue d'Amsterdam
F-75009 Paris(FR)

(54) Procédé et installation de production de dextrose cristallisé monohydrate.

(57) Procédé de production de dextrose cristallisé monohydrate dans lequel la masse M soumise à la cristallisation parcourt de haut en bas, en continu et sous malaxage, une enceinte 1 à l'intérieur de laquelle elle est soumise à un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, la masse cristallisée étant récupérée en continu en bas de l'enceinte, des moyens étant prévus pour prélever à un niveau intermédiaire 8 une fraction de la masse M et à la recycler à un niveau 9 situé au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte.



Procédé et installation de production de dextrose cristallisé monohydrate.

L'invention a pour objet un procédé et une installation de production de dextrose cristallisé monohydrate.

Il est connu de préparer le dextrose cristallisé monohydrate par refroidissement de sirops riches en dextrose en présence de cristaux de dextrose qui jouent le rôle de germes de cristallisation.

Les procédés connus prévoient la mise en oeuvre simultanée de plusieurs dispositifs du genre malaxeurs, disposés horizontalement ou verticalement ; ces dispositifs sont équipés de moyens d'agitation et de moyens de régulation de la température propres à établir un gradient de température décroissant dans la masse soumise à la cristallisation, qui comprend le sirop et les germes.

Les derniers développements de ces procédés sont reflétés notamment par le brevet U.S. N° 4.357.172 déposé le 16 décembre 1980 et cédé à la Société CPC INTERNATIONAL INC., qui prévoit une préparation en deux étapes ; ainsi une première étape, à marche continue, fournit, à la sortie d'un premier malaxeur, un mélange de sirop et de cristaux relativement peu enrichi en cristaux, désigné dans la technique par l'expression "masse cuite à phase pauvre" ; celle-ci est ensuite transférée, dans une deuxième étape, à au moins un second malaxeur à marche discontinue et fournissant un mélange fortement enrichi en cristaux qui est désigné par l'expression "masse cuite à phase riche" ; c'est à partir de cette dernière que sont finalement récupérés les cristaux de dextrose.

Ces procédés ne donnent pas entièrement satisfaction tant du point de vue de la productivité par unité de volume de l'appareillage que de celui du bilan énergétique.

Or, pour faire face aux contraintes notamment éco-

nomiques toujours plus sévères, la Société Demanderesse a cherché à mettre au point un procédé et une installation du genre en question qui répondent mieux que ceux qui existent déjà aux divers desiderata de la pratique, en particulier précisément du point de vue de la productivité de l'opération de cristallisation par unité de volume de l'appareillage utilisé et du bilan énergétique.

Et elle a trouvé que ce but pouvait être atteint grâce à un procédé du genre en question dans lequel la masse soumise à la cristallisation parcourt de haut en bas, en continu et sous malaxage une zone de cristallisation de direction verticale ou inclinée, dans laquelle est établi un gradient de température globalement décroissant vers le bas, ledit procédé étant caractérisé par le fait

- que l'on alimente la zone de cristallisation au voisinage de son extrémité supérieure, d'une part, en sirop de glucose ayant une richesse en glucose supérieure à 60 % et un taux de matières sèches supérieure à 55 % et, d'autre part, en masse soumise à la cristallisation qui est prélevée et recyclée à partir d'un niveau intermédiaire de la zone de cristallisation, distant de ses extrémités d'au moins un sixième de la longueur totale de ladite zone, la quantité de masse soumise à la cristallisation et recyclée représentant en volume de 10 à 40 % de la quantité de sirop de glucose introduite dans la zone, et

- que l'on extrait, en continu, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose monohydrate à partir duquel on récupère lesdits cristaux.

Pour mettre en oeuvre le susdit procédé, on a recours, conformément à l'invention, à une installation constituée essentiellement d'une enceinte de cristallisation d'axe vertical ou incliné et équipée

- d'un système d'alimentation en sirop de glucose au voisinage de son extrémité supérieure,

- d'un système de malaxage et d'un système de ré-

gulation de température propres à établir à l'intérieur de l'enceinte et au sein de la masse soumise à la cristallisation contenue dans l'enceinte, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, et

5 - d'un système d'extraction continue au voisinage de son extrémité inférieure, d'un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose monohydrate qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système propre à récupérer les cristaux à partir de ce produit, ladite installation étant caractérisée par le fait qu'elle comprend des
10 moyens propres à prélever à un niveau intermédiaire de l'enceinte, distant des extrémités de celle-ci d'au moins un sixième de sa longueur totale, une quantité de masse soumise à la cristallisation qui correspond, en volume, à
15 10 à 40 % de la quantité de sirop de glucose introduit au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte, lesdits moyens propres à prélever la masse soumise à la cristallisation étant de plus propres à la recycler dans l'enceinte à un niveau voisin de l'extrémité supérieure de celle-ci.

20 L'invention vise également d'autres dispositions qui s'utilisent de préférence en même temps et dont il sera plus explicitement question ci-après.

Et elle pourra, de toute façon, être bien comprise à l'aide du complément de description qui suit et du dessin annexé qui sont relatifs à des modes de réalisation
25 avantageux.

La figure unique du dessin montre schématiquement une installation conforme à l'invention.

Se proposant, par conséquent, de produire du dextrose cristallisé monohydrate conformément à l'invention,
30 on s'y prend comme suit ou de façon équivalente.

On utilise comme matière première des sirops de glucose provenant d'une hydrolyse acide et/ou enzymatique de l'amidon, présentant une teneur en matières sèches
35 d'environ 55 à 85 % en poids, le glucose entrant pour au moins 60 % et, de préférence, pour une proportion supé-

rieure à 90 % en poids, dans la constitution sur matières sèches du sirop.

Ce sirop concentré est acheminé vers une zone de cristallisation verticale ou inclinée, qu'il parcourt en continu de haut en bas à partir d'un point situé au voisinage de son extrémité supérieure et à l'intérieur de laquelle il est soumis, en présence de cristaux de dextrose jouant le rôle de germes de cristallisation, à un malaxage et à un gradient de température globalement décroissant de haut en bas.

La température du sirop est amenée ou maintenue, au moment de son introduction dans la zone de cristallisation, à une valeur choisie dans l'intervalle de 30 à 70°C, de préférence de 35 à 55°C et, dans la pratique, voisine de 40 à 50°C.

Le gradient de température établi à l'intérieur de la zone de cristallisation au sein de la masse soumise à la cristallisation correspond à une diminution de 0,5 à 5°C, de préférence de 2 à 4°C par mètre linéaire de la zone de cristallisation et est tel qu'à la sortie de ladite zone, à un point situé au voisinage de l'extrémité inférieure de celle-ci, la masse soumise à cristallisation qui comprend le sirop, les cristaux initialement présents et ceux formés par le phénomène de cristallisation, se trouve amenée à une température située à l'intérieur d'un intervalle de 15 à 40°C, de préférence de 20 à 30°C.

Au fur et à mesure que la masse soumise à la cristallisation se rapproche de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, sa richesse en cristaux de dextrose monohydrate augmente, ladite masse formant à la sortie de la zone une "masse cuite à phase riche".

L'obtention, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation d'une masse cuite à phase riche qui puisse être extraite en continu sans dérèglement des paramètres du processus de cristallisation, dérèglement qui se répercuterait au niveau de l'étape suivante de

séparation de la phase liquide et des cristaux et qui pourrait nécessiter des arrêts intermittents de l'installation, en d'autres termes la mise à la disposition de l'utilisateur d'un procédé permettant d'arriver à une productivité par unité de volume de l'appareillage utilisé
5 jamais atteinte, est rendu possible, conformément à l'invention, grâce au prélèvement, à un niveau intermédiaire de la zone de cristallisation, distant des extrémités de celle-ci d'au moins un sixième de sa longueur totale,
10 d'une fraction de la masse soumise à cristallisation qui est recyclée et réintroduite dans la zone de cristallisation à un niveau voisin de son extrémité supérieure.

La fraction prélevée et recyclée représente, en volume, de 10 à 40 %, de préférence de 25 à 35 % du volume
15 de sirop de glucose alimentant la zone de cristallisation.

Le débit d'alimentation en sirop de glucose est choisi de façon telle que le temps de séjour moyen, statistique ou théorique, d'une fraction donnée de la masse soumise à cristallisation à l'intérieur de la zone de
20 cristallisation est de 10 à 40 heures, de préférence de 20 à 30 heures ; la valeur adoptée dépend des capacités d'échange thermique des moyens comportés par la zone et à l'aide desquels est établi, à l'intérieur de ladite zone au sein de la masse soumise à la cristallisation, le gra-
25 dient de température décroissant.

Le niveau intermédiaire auquel est réalisé le prélèvement de la fraction soumise à cristallisation qui est destinée au recyclage, est de préférence distant des extrémités de la zone de cristallisation d'au moins un quart
30 de la longueur totale de celle-ci et, dans la pratique, de l'ordre d'au moins deux cinquièmes de la longueur totale de ladite zone.

La viscosité de la masse soumise à cristallisation qui augmente au fur et à mesure que croît la proportion de cristaux de dextrose monohydrate, c'est-à-dire
35 dans le sens descendant, fait que la zone de cristallisa-

tion est, de préférence, équipée de moyens de refoulement ou d'aspiration propres à assurer le cheminement de la masse à l'intérieur de la zone, la gravité seule pouvant être insuffisante.

5 Par ailleurs, les moyens de malaxage et d'homogénéisation comportés par la zone de cristallisation doivent être agencés de telle sorte que les zones mortes soient évitées et que l'échange thermique entre la masse soumise à cristallisation et les moyens de refroidissement soit
10 globalement de type turbulent.

Le produit extrait de la zone de cristallisation et qui constitue, comme déjà indiqué, une masse cuite à phase riche, comprend des cristaux de dextrose monohydrate d'un spectre granulométrique caractérisé par une faible
15 proportion de fins et de gros cristaux et donc par une forte proportion de cristaux de taille intermédiaire, ce spectre ne variant pas dans le temps, ce grâce à quoi l'étape de traitement suivante, qui consiste à séparer ces cristaux de la phase liquide dans laquelle ils baignent,
20 ne connaît pas de perturbation.

Cette séparation comprend un turbinage et éventuellement un clairçage grâce auxquels on récupère la majeure partie de la phase liquide ; celle-ci forme des hydrols dont la concentration en dextrose est inférieure à
25 celle du sirop de glucose de départ --cette concentration atteint généralement de 75 à 85 %-- et dans lesquels on retrouve la presque totalité des di-, tri- et polysaccharides contenus dans le sirop de glucose de départ.

Les hydrols recueillis peuvent être recyclés.

30 Ceci étant, pour mettre en oeuvre le procédé conforme à l'invention, on peut avoir recours à une enceinte unique 1 ayant la forme d'un cylindre de révolution d'axe XY.

35 L'axe XY est disposé avantageusement suivant la verticale mais peut également être incliné.

L'enceinte est équipée

- d'un système d'alimentation en sirop de glucose au niveau de l'extrémité supérieure de l'enceinte et représenté schématiquement par une canalisation 2,

5 - d'un système de malaxage et de régulation de la température dont il va être question et

- d'un système d'extraction en continu au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte et schématiquement représenté par une canalisation 3, ce système étant propre
10 à récupérer la masse cuite à phase riche obtenue à la sortie de la zone de cristallisation ; ce système d'extraction peut comporter des moyens d'aspiration non représentés qui coopèrent à faire parcourir l'enceinte à la masse soumise à la cristallisation.

15 Le système de malaxage et de régulation de la température dont il est question ci-dessus peut avantageusement comporter

- un ensemble de bras de malaxage 4 portés à intervalles réguliers par un arbre rotatif 5 dont l'axe est
20 confondu avec l'axe XY de l'enceinte,

- des nappes de refroidissement 6 disposées en alternance avec les bras malaxeurs 4 et portées par la paroi de l'enceinte 1, ces nappes de refroidissement étant parcourues par un fluide de refroidissement.

25 Conformément à l'invention, l'enceinte comporte en outre des moyens globalement représentés en 7 et propres

- à prélever à un niveau intermédiaire 8 de l'enceinte, distant des extrémités de l'enceinte d'au moins un sixième de la longueur totale de l'enceinte, une fraction
30 de la masse M soumise à cristallisation et parcourant l'enceinte de haut en bas et

- à recycler cette fraction à un niveau 9 situé au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte.

La capacité d'échange thermique du système de régulation de température, la vitesse de rotation des moyens
35 de malaxage et la vitesse avec laquelle, sous l'influence

des moyens d'aspiration non représentés, la masse soumise à cristallisation parcourt l'enceinte, c'est-à-dire la durée moyenne de séjour d'une fraction donnée de cette masse à l'intérieur de l'enceinte, sont choisies de façon telle
5 que s'établisse, au sein de l'ensemble de la masse soumise à cristallisation, le gradient de température prévu conformément à l'invention.

On signale que, dans la pratique, le fluide de refroidissement est de l'eau et que l'écart moyen de température en un point donné de l'enceinte entre cette eau et
10 la masse soumise à cristallisation, est de l'ordre de 6 à 12°C.

EXEMPLE 1

On a recours à une installation conforme à l'invention comportant une enceinte cylindrique unique d'un
15 volume utile de 48 m³ pour une hauteur de 8 mètres.

On introduit dans cette enceinte, avec un débit de 1,8 m³ par heure, un sirop de glucose ayant une teneur en matières sèches de 74 % et comprenant 94 % en poids sur
20 matière sèche de glucose, les 6 % restants étant constitués par des polysaccharides.

La température du sirop à l'entrée de l'enceinte est d'environ 50°C.

Simultanément on recycle, avec un débit de 0,5 m³
25 par heure, une fraction de la masse en cours de cristallisation prélevée à un niveau sensiblement médian de l'enceinte.

La durée de passage moyen à l'intérieur de l'enceinte d'une fraction donnée de la masse soumise à la
30 cristallisation est d'environ 25 heures.

La masse cuite à phase riche extraite au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte se trouve à une température voisine de 25°C, le gradient de température globalement décroissant de haut en bas correspondant donc à
35 environ 3,2°C par mètre.

La teneur en glucose des hydrols récupérés après

séparation des cristaux de dextrose monohydrate est de 84% sur matières sèches, le complément à 100 étant constitué par les polysaccharides.

Le rendement de cristallisation qui est donné par
5 la formule :

$$r = \frac{A - H}{100 - H}$$

dans laquelle

- A est la richesse en glucose du sirop d'alimentation,

10 - H la richesse de l'hydrol,
s'établit à 62,5 %.

On produit par jour 26,6 tonnes de dextrose monohydrate, ce qui correspond à une productivité de 0,55 tonne par jour et par m³ de l'enceinte.

15 Ce résultat doit être rapproché de celui que l'on obtient lors de la cristallisation du même sirop de glucose dans un réacteur horizontal dont la productivité s'établit à 0,3 tonne par m³ de l'enceinte et par jour.

20 De plus, il ne se produit aucune perturbation nécessitant l'arrêt de l'installation qui fonctionne en continu.

Les cristaux recueillis après turbinage et clairage présentent d'excellentes propriétés physiques et chimiques.

25 Ces cristaux sont d'une pureté de 99,5 %, leur indice c'écoulement est bon et leur répartition granulométrique est la suivante :

30	- cristaux de taille supérieure à 100 microns	38 %
	- cristaux de taille comprise entre 60 et 80 microns	16 %
	- cristaux de taille comprise entre 80 et 100 microns	18 %.

EXEMPLE 2

35 On utilise l'appareillage et les conditions opératoires de l'exemple 1.

Toutefois, à un moment donné, après un certain nombre d'heures de fonctionnement, on prélève la fraction recyclée non plus à un niveau intermédiaire mais à un point de l'enceinte situé dans le dernier sixième de la
5 hauteur totale.

On assiste alors rapidement à une évolution des paramètres de la cristallisation qui se manifeste au bout de quelques jours par une mauvaise séparation au niveau des turbines et qui finit par nécessiter l'arrêt de l'ins-
10 tallation et l'évacuation de la masse qu'elle contient avant redémarrage dans les conditions conformes à l'invention.

Comme il va de soi et comme il résulte d'ailleurs déjà de ce qui précède, l'invention ne se limite nullement
15 à ceux de ses modes d'application et de réalisation qui ont été plus particulièrement envisagés ; elle embrasse, au contraire, toutes les variantes.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de production de dextrose cristallisé monohydrate dans lequel la masse soumise à la cristallisation parcourt de haut en bas, en continu et sous malaxage
5 une zone de cristallisation de direction verticale ou inclinée, dans laquelle est établi un gradient de température globalement décroissant vers le bas, caractérisé par le fait

- que l'on alimente la zone de cristallisation au
10 voisinage de son extrémité supérieure, d'une part, en sirop de glucose ayant une richesse en glucose supérieure à 60 % et un taux de matières sèches supérieure à 55 % et, d'autre part, en masse soumise à la cristallisation qui est prélevée et recyclée à partir d'un niveau intermédiaire
15 diaire de la zone de cristallisation, distant de ses extrémités d'au moins un sixième de la longueur totale de ladite zone, la quantité de masse soumise à la cristallisation et recyclée représentant en volume de 10 à 40 % de la quantité de sirop de glucose introduite dans la zone,
20 et

- que l'on extrait, en continu, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose monohydrate à partir duquel on récupère lesdits cristaux.

25 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la fraction de masse soumise à la cristallisation qui est prélevée et recyclée représente en volume de 25 à 35 % du volume de sirop de glucose alimentant la zone de cristallisation.

30 3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que le niveau intermédiaire auquel est réalisé le prélèvement de la fraction soumise à cristallisation qui est destinée au recyclage, est de préférence distant des extrémités de la zone de cristallisation
35 d'au moins un quart de la longueur totale de celle-ci et, dans la pratique, de l'ordre d'au moins deux cinquièmes de

la longueur totale de ladite zone.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait

5 - que la température du sirop est amenée ou maintenue, au moment de son introduction dans la zone de cristallisation, à une valeur choisie dans l'intervalle de 30 à 70°C, de préférence de 35 à 55°C et, dans la pratique, voisine de 40 à 50°C,

10 - que le gradient de température établi à l'intérieur de la zone de cristallisation au sein de la masse soumise à la cristallisation correspond à une diminution de 0,5 à 5°C, de préférence de 2 à 4°C par mètre linéaire de la zone de cristallisation, et

15 - qu'à la sortie de ladite zone, à un point situé au voisinage de l'extrémité inférieure de celle-ci, la masse soumise à cristallisation qui comprend le sirop, les cristaux initialement présents et ceux formés par le phénomène de cristallisation, se trouve amenée à une température située à l'intérieur d'un intervalle de 15 à 40°C, 20 de préférence de 20 à 30°C.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que le temps de séjour moyen, statistique ou théorique, d'une fraction donnée de la masse soumise à cristallisation à l'intérieur de la zone de 25 cristallisation est de 10 à 40 heures, de préférence de 20 à 30 heures.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que le sirop de glucose servant de 30 matière première présente une teneur en matières sèches d'environ 55 à 85 % en poids, le glucose entrant pour au moins 60 % et, de préférence, pour une proportion supérieure à 90 % en poids, dans la constitution sur matières sèches du sirop.

7. Installation de production de dextrose cristallisé par mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 6, constituée essentiellement d'une en-

ceinte de cristallisation d'axe vertical ou incliné et équipée

- d'un système d'alimentation en sirop de glucose au voisinage de son extrémité supérieure,

5 - d'un système de malaxage et d'un système de régulation de température propres à établir à l'intérieur de l'enceinte et au sein de la masse soumise à la cristallisation contenue dans l'enceinte, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, et

10 - d'un système d'extraction continue au voisinage de son extrémité inférieure, d'un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose monohydrate qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système propre à récupérer les cristaux à partir de ce produit,

15 caractérisée par le fait qu'elle comprend des moyens propres à prélever à un niveau intermédiaire de l'enceinte, distant des extrémités de celle-ci d'au moins un sixième de sa longueur totale, une quantité de masse soumise à la cristallisation qui correspond, en volume, à 10 à 40 % de
20 la quantité de sirop de glucose introduit au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte, lesdits moyens propres à prélever la masse soumise à la cristallisation étant de plus propres à la recycler dans l'enceinte à un niveau voisin de l'extrémité supérieure de celle-ci.

1/1

