

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 15 mai 1985.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 47 du 21 novembre 1986.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : *ROQUETTE FRERES, Société anonyme.*
— FR.

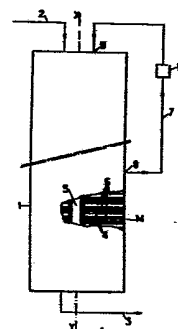
⑦2 Inventeur(s) : Jean-Bernard Leleu.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Plasseraud.

⑤4 Procédé et installation de préparation de dextrose cristallisé anhydre.

⑤7 Une masse constituée de sirop de dextrose et de cristaux de dextrose anhydre est amenée à parcourir de haut en bas et sous malaxage une zone de cristallisation 1 d'axe de préférence sensiblement vertical dans laquelle ladite masse est soumise à un gradient de température globalement décroissant de 0,2 à 2 °C/heure de haut en bas éventuellement modulé, ladite zone étant alimentée par la canalisation 2 en sirop de dextrose et par la canalisation 7 en masse soumise à cristallisation M prélevée en 8 et recyclée en 9.



Procédé et installation de préparation de dextrose
cristallisé anhydre

5 L'invention a pour objet un procédé et une installation de préparation de dextrose cristallisé anhydre.

Il est connu de préparer le dextrose anhydre de manière discontinue par évaporation-cristallisation d'un hydrolysât d'amidon. Les principes de ce procédé sont
10 décrits dans le brevet français N° 2.046.352.

Récemment, on a proposé dans le brevet français N° 2.483.427 un procédé permettant de préparer en continu, à partir d'un hydrolysât d'amidon, un produit anhydre à forte teneur en dextrose.

15 L'hydrolysât d'une matière sèche supérieure à 92 est agité, dans un premier temps, de préférence en présence de germes de cristallisation ; le dextrose écrasé ainsi obtenu est broyé, conditionné sur lit fluidisé et refroidi.

20 Ces procédés ne donnent pas totalement satisfaction, le premier en raison d'un coût énergétique trop élevé, le second en raison d'un appareillage sophistiqué et d'une mise en oeuvre très délicate.

Or, pour faire face aux contraintes notamment économiques toujours plus sévères, la Société Demanderesse a
25 cherché à mettre au point un procédé et une installation répondant mieux que ceux qui existent déjà aux divers desiderata de la pratique, en particulier précisément tant du point de vue du prix de revient du dextrose anhydre
30 obtenu que du point de vue de la simplicité de l'appareillage utilisé et de la manoeuvre de celui-ci.

Et elle a trouvé que ce but pouvait être atteint grâce à un procédé continu de préparation du dextrose anhydre cristallisé, caractérisé par le fait qu'une masse
35 constituée de sirop de dextrose et de cristaux de dextrose anhydre est amenée à parcourir de haut en bas et sous

malaxage une zone de cristallisation d'axe de préférence sensiblement vertical dans laquelle ladite masse est soumise à un gradient de température globalement décroissant de 0,2 à 2°C/heure de haut en bas éventuellement modulé, dans lequel procédé on alimente la zone de cristallisation au voisinage de son extrémité supérieure,

- d'une part, en sirop de dextrose de préférence sensiblement exempt de cristaux et de nucléi et ayant une richesse en dextrose supérieure à 92 %, de préférence de 96 à 100 %, un taux de matières sèches supérieur à 80 %, de préférence de 85 à 88 % et une température supérieure à 60°C, de préférence de 80 à 90°C 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 des extrémités de celle-ci d'au moins un quart de la longueur totale, la quantité recyclée de masse soumise à la cristallisation représentant en volume de 0 à 50 % de la quantité de sirop de dextrose introduite dans la zone, au niveau de l'extrémité inférieure de laquelle on recueille en continu une masse cristallisée riche en cristaux de dextrose anhydre qui sont récupérés, ladite zone de cristallisation étant, de préférence, précédée par une zone d'amorçage de la cristallisation d'axe de préférence sensiblement vertical et disposé de préférence sensiblement dans le prolongement de l'axe de la zone de cristallisation, cette zone d'amorçage, à l'intérieur de laquelle la température est sensiblement constante en tous points et inférieure de 2 à 5°C à la température de saturation, étant alors alimentée au voisinage de son extrémité supérieure en le sirop de dextrose précédemment acheminé au voisinage de l'extrémité supérieure de la zone de cristallisation, le contenu de la zone d'amorçage étant maintenu sous agitation avec recyclage éventuel dudit contenu depuis un niveau situé au voisinage de son extrémité inférieure à un niveau situé au voisinage de son extrémité

supérieure, l'amorçage de la cristallisation y étant de préférence favorisé en acheminant au voisinage de son extrémité supérieure la fraction recyclée de masse soumise à la cristallisation prélevée à un niveau situé dans le tiers supérieur de la zone de cristallisation et précédemment recyclée au voisinage de l'extrémité supérieure de celle-ci.

Pour mettre en oeuvre le susdit procédé, on a recours, conformément à l'invention,

10 - soit à une installation comprenant essentiellement une enceinte de cristallisation d'axe de préférence sensiblement vertical et équipée d'un système d'alimentation en sirop riche en dextrose au voisinage de son extrémité supérieure, d'un système de malaxage du contenu, d'un
15 système de régulation de la température propre à établir au sein de la masse soumise à cristallisation qui la remplit, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, d'un système de recyclage d'une fraction de la masse soumise à cristallisation depuis un niveau
20 intermédiaire distant des extrémités de l'enceinte d'au moins un quart de la longueur totale vers un point situé au voisinage de son extrémité supérieure ainsi que, au voisinage de son extrémité inférieure, d'un système d'extraction en continu d'un produit fortement enrichi en
25 cristaux de dextrose anhydre qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système adapté à récupérer lesdits cristaux à partir de ce produit,

- soit à une installation comprenant essentiellement deux enceintes d'axes de préférence sensiblement verticaux disposées de préférence l'une au-dessus de l'autre, les axes des deux enceintes étant de préférence sensiblement dans le prolongement l'un de l'autre,

- la première enceinte, ou enceinte d'amorçage de la cristallisation, étant équipée d'une part d'un système
35 d'alimentation en sirop riche en dextrose au voisinage de son extrémité supérieure, d'autre part d'un système d'agi-

tation du contenu de l'enceinte et d'un système de régulation de la température propre à établir à l'intérieur de l'enceinte une température constante en tous points et enfin d'un système d'extraction disposé au voisinage de son
5 extrémité inférieure, ce système étant propre à extraire le mélange de sirop et de cristaux formé à l'intérieur de l'enceinte et à acheminer ce mélange vers un point situé au voisinage de l'extrémité supérieure de

- la deuxième enceinte, ou de cristallisation proprement dite, équipée d'un système de malaxage du contenu
10 et d'un système de régulation de la température propre à établir au sein de la masse soumise à cristallisation qui la remplit, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, ladite deuxième enceinte étant
15 par ailleurs équipée, au voisinage de son extrémité inférieure, d'un système d'extraction en continu d'un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose anhydre qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système adapté à récupérer les cristaux de dextrose anhydre à partir de
20 ce produit, ladite installation étant en outre équipée

- d'un premier système de recyclage du contenu de la première enceinte depuis un point situé au voisinage de son extrémité inférieure vers un point situé au niveau de
25 son extrémité supérieure et/ou

- d'un deuxième système de recyclage vers un point situé au voisinage de l'extrémité supérieure de la première enceinte d'une partie du contenu de la deuxième enceinte prélevé à un niveau situé dans le tiers supérieur de
30 cette deuxième enceinte.

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
35 à l'aide du complément de description qui suit et du dessin annexé qui sont relatifs à des modes de réalisation

avantageux.

Les figures 1 et 2 de ce dessin montrent schématiquement deux variantes d'une installation conforme à l'invention.

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

On utilise comme matière première un sirop riche en dextrose, de préférence exempt de cristaux et de nucléi
10 et provenant par exemple d'un hydrolysât d'amidon ; ce sirop présente une teneur en matières sèches supérieure à 80%, de préférence de 85 à 88 % en poids, le dextrose entrant pour au moins 92 % et, de préférence, pour une proportion de 96 à 100 % en poids sur matières sèches dans sa
15 constitution.

Ce sirop est acheminé vers une zone de cristallisation d'axe de préférence sensiblement vertical, qu'il parcourt en continu de haut en bas à partir d'un point
20 situé au voisinage de son extrémité supérieure et à l'intérieur de laquelle il est soumis, en présence de cristaux de dextrose anhydre 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,
25 au moment de son introduction dans la zone de cristallisation, à une valeur supérieure à 60°C, de préférence choisie dans l'intervalle de 80 à 90°C et, dans la pratique, voisine de 85°C.

Le gradient de température établi à l'intérieur de
30 la zone de cristallisation au sein de la masse soumise à la cristallisation correspond à une diminution de 0,2 à 2°C, de préférence de 0,5 à 0,75°C par heure de traitement et est tel qu'à la sortie de ladite zone, à un point situé au voisinage de l'extrémité inférieure de celle-ci, la
35 masse soumise à cristallisation qui comprend le sirop, les cristaux initialement présents et ceux formés par le phé-

nomène de cristallisation, se trouve amenée à une température supérieure à 55°C et de préférence à l'intérieur d'un intervalle de 58 à 65°C.

5 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 anhydre augmente, ladite masse formant à la sortie de la zone une masse riche en cristaux de dextrose anhydre.

10 L'obtention, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation de cette masse riche en cristaux 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
15 pourrait nécessiter des arrêts intermittents de l'installation est rendue possible, conformément à l'invention, grâce au prélèvement, à un niveau distant des extrémités de la zone de cristallisation d'au moins un quart de la longueur totale, d'une fraction de la masse soumise à
20 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 0 à 50 %, de préférence de 20 à 30 % du volume
25 du sirop de dextrose alimentant la zone de cristallisation.

Le débit d'alimentation en sirop de dextrose est choisi de façon telle que le temps de séjour moyen, d'une fraction donnée de la masse soumise à cristallisation à
30 l'intérieur de la zone de cristallisation est de 12 à 80 heures, de préférence de 30 à 50 heures ; la valeur adoptée dépend de la composition du sirop d'alimentation et des capacités d'échange thermique des moyens comportés par la zone à l'aide desquels est établi, à l'intérieur de
35 ladite zone au sein de la masse soumise à la cristallisation, le gradient de température décroissant.

La viscosité de la masse soumise à cristallisation qui augmente au fur et à mesure que croît la proportion de cristaux de dextrose anhydre, c'est-à-dire dans le sens descendant, fait que la zone de cristallisation est, de préférence, équipée de moyens de refoulement ou d'aspiration propres à faciliter le cheminement de la masse à l'intérieur de la zone.

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 le plus efficace possible.

De préférence, la susdite zone de cristallisation est précédée, en amont, par une zone d'amorçage de la cristallisation, d'axe de préférence sensiblement vertical.

Dans ce cas, c'est vers cette zone d'amorçage qu'est acheminé le sirop de dextrose de préférence sensiblement exempt de cristaux et de nucléi qui constitue la matière première et qui est alors amené à parcourir cette zone d'amorçage de haut en bas tout en étant soumis à une agitation continue ; à l'intérieur de cette zone, le sirop est maintenu à une température sensiblement constante, inférieure de 2 à 5°C à la température de saturation, ce grâce à quoi se produit l'amorçage de la cristallisation qui se traduit par la formation d'un mélange de sirop et de cristaux de dextrose anhydre.

L'agitation peut être avantageusement complétée par un recyclage du mélange de sirop et de cristaux de dextrose anhydre depuis un niveau situé au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone à un niveau situé au voisinage de son extrémité supérieure.

La durée de séjour moyen d'une fraction donnée de mélange à l'intérieur de cette première zone est de 8 à 24 heures.

Le mélange sortant de la zone d'amorçage est alors

amené à traverser toujours de haut en bas, sous malaxage, la susdite zone de cristallisation.

De préférence, les axes des deux zones sont disposés dans le prolongement l'un de l'autre.

5 La température du sirop est amenée ou maintenue, au moment de son introduction dans la deuxième zone de cristallisation, à une valeur sensiblement égale à celle du sirop sortant de la première zone.

10 Un gradient de température globalement décroissant de haut en bas de 0,5 à 1,5°C/heure, est imposé au mélange, c'est-à-dire à la masse soumise à la cristallisation ; au niveau de l'extrémité supérieure de la zone, la température est de 75 à 88°C et au niveau de son extrémité inférieure, cette température est supérieure à 55°C, de
15 préférence comprise entre 55 et 65°C.

Le mélange sortant de la deuxième zone se trouve sous la forme d'une masse cristallisée riche en cristaux de dextrose anhydre, à partir de laquelle on récupère ces derniers.

20 L'ensemble de la masse remplissant la deuxième zone de cristallisation, c'est-à-dire les première et seconde parties de celle-ci, parcourt cette zone à la façon d'un "piston", terme utilisé dans la technique.

25 L'amorçage de la cristallisation au niveau de la première zone est, de préférence, favorisé par le recyclage au niveau de l'extrémité supérieure de celle-ci de la fraction du mélange parcourant la deuxième zone qui, dans le cas où l'invention ne prévoit qu'une zone, est recyclée vers l'extrémité supérieure de cette zone unique ; cette
30 fraction recyclée représentant toujours de 0 à 50 % du sirop introduit dans la première zone ; elle est prélevée à un niveau situé dans le tiers supérieur de la seconde zone.

35 Comme dans le cas où il n'y a qu'une seule zone, on extrait en continu, au voisinage de l'extrémité inférieure de la deuxième zone de cristallisation, une masse

riche en cristaux de dextrose anhydre sans qu'il ne se produise de dérèglement des paramètres du processus de cristallisation, dérèglement qui aurait les conséquences indiquées plus haut.

5 Le temps de séjour moyen, d'une fraction donnée de la masse soumise à cristallisation à l'intérieur de la deuxième zone de cristallisation est de 12 à 80 heures, de préférence de 30 à 50 heures ; la valeur adoptée dépend de la composition du sirop d'alimentation et des capacités
10 d'échange thermique des moyens comportés par cette deuxième zone à l'aide desquels est établi, à l'intérieur d'une première partie de ladite zone au sein de la masse soumise à la cristallisation, le gradient de température décroissant dont il a été question plus haut.

15 En raison de la viscosité de la masse soumise à cristallisation qui augmente au fur et à mesure que croît la proportion de cristaux de dextrose anhydre, la zone de cristallisation est, de préférence, équipée des moyens propres à faciliter le cheminement de la masse à l'inté-
20 rieur de la zone.

De même, les moyens de malaxage et d'homogénéisation comportés par cette deuxième zone de cristallisation sont agencés comme dans le cas d'une zone unique, de telle sorte que les zones mortes soient évitées et que l'échange
25 thermique entre la masse soumise à cristallisation et les moyens de refroidissement soit le plus efficace possible.

Aussi bien dans le système à deux zones de cristallisation que dans celui comportant une zone unique, les cristaux recueillis à la sortie de la dernière zone de
30 cristallisation présentent un spectre granulométrique suffisamment limité et une granulométrie moyenne suffisamment élevée pour permettre une grande facilité de travail dans les étapes ultérieures d'essorage et de lavage des cristaux ; cependant, le spectre granulométrique est plus
35 étroit et la granulométrie moyenne plus élevée dans le système à deux zones.

Dans les deux cas, la granulométrie ne varie pas dans le temps, d'où les conséquences déjà indiquées au niveau de la séparation des cristaux qui comprend un essorage et éventuellement un lavage grâce auxquels on récupère la majeure partie de la phase liquide. Celle-ci forme des eaux-mères dont la concentration en dextrose est inférieure à celle du sirop riche en dextrose de départ -cette concentration atteint généralement de 90 à 100 %- et dans lesquelles on retrouve la presque totalité des impuretés contenues dans ledit sirop de départ.

Les eaux-mères recueillies peuvent être partiellement recyclées.

Ceci étant, pour mettre en oeuvre le procédé conforme à l'invention, on peut avoir recours à l'installation dont il va être question à présent.

Dans une première variante, cette installation comprend, comme montré figure 1, une enceinte unique ayant la forme d'un cylindre de révolution d'axe XY.

L'axe XY est de préférence sensiblement vertical.

L'enceinte est équipée

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

- 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 à récupérer la masse riche en cristaux de dextrose 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.

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 confondu avec l'axe XY de l'enceinte,

5 - 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.

L'enceinte comporte en outre des moyens globalement représentés en 7 et propres

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

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

La capacité d'échange thermique, le système de régulation de température, la vitesse de rotation des moyens de malaxage et la vitesse avec laquelle, sous l'influence
20 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 que s'établisse, au sein de l'ensemble de la masse soumise
25 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
30 la masse soumise à cristallisation, est de l'ordre de 2 à 5°C.

Dans une deuxième variante, montrée figure 2, cette installation comprend essentiellement deux enceintes 1a et 1b avantageusement disposées l'une (1a) au-dessus de
35 l'autre (1b) ; ces enceintes ont avantageusement la forme de cylindres de révolution d'axes X_1, Y_1 et X_2, Y_2 de

préférence sensiblement verticaux et de préférence situés dans le prolongement l'un de l'autre.

L'enceinte 1b correspond à l'enceinte unique de la première variante.

5 L'enceinte 1a est équipée

- d'un système d'alimentation en sirop riche en dextrose au niveau de son extrémité supérieure et représenté schématiquement par une canalisation 12,

- d'un système d'agitation 13 et

10 - d'un système de régulation de la température schématiquement représenté en 14 et propre à établir une température constante en tous points à l'intérieur de l'enceinte.

Avantageusement, l'enceinte 1a comporte un système
15 de recyclage schématiquement représenté par une canalisation 15 équipée d'une pompe 16, ladite canalisation étant raccordée, d'une part, à un niveau 15a situé au voisinage de l'extrémité inférieure de l'enceinte où elle prélève la masse recyclée et, d'autre part, à un niveau 15b situé au
20 voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte où est introduite la masse recyclée.

Le mélange constitué de sirop de dextrose et de cristaux de dextrose anhydre qui s'est formé à l'intérieur de l'enceinte 1a s'écoule de celle-ci en un point 17 situé
25 au voisinage de l'extrémité inférieure de cette enceinte ; à cet endroit l'enceinte peut comporter une canalisation 18 par laquelle le mélange est acheminé vers l'enceinte 1b; on peut également prévoir que l'orifice de sortie de l'enceinte 1a soit disposé en regard de l'orifice d'entrée
30 de l'enceinte 1b, les deux enceintes étant alors juxtaposées.

En règle générale, c'est toutefois la disposition représentée sur la figure 2 qui est adoptée, les deux enceintes étant disposées l'une sous l'autre de préférence
35 dans le prolongement l'une de l'autre, la canalisation 18 jouant simultanément le rôle de canalisation d'extraction

pour l'enceinte 1a et de canalisation d'alimentation en mélange de sirop de dextrose et de cristaux de dextrose anhydre pour l'enceinte 1b en un point 19 de celle-ci voisin de son extrémité supérieure.

5 L'enceinte 1b est équipée, comme l'enceinte unique 1 de la première variante, du système de malaxage et de régulation de la température déjà décrit et comportant

- un ensemble de bras de malaxage 21 portés à intervalles réguliers par un arbre rotatif A dont l'axe est
10 confondu avec l'axe X_2Y_2 de l'enceinte 1b,

- des nappes de refroidissement 22 disposées en alternance avec les bras malaxeurs 21 et portées par la paroi de l'enceinte 1b, ces nappes de refroidissement étant parcourues par un fluide de refroidissement.

15 Toujours comme l'enceinte unique de la première variante, l'enceinte 1b est équipée d'un système d'extraction en continu au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte et schématiquement représenté par une canalisation 20, ce système étant propre à récupérer la masse riche en cristaux de dextrose anhydre obtenue à la sortie de
20 l'enceinte 1b.

Le système de régulation de la température est agencé de telle sorte qu'il permette d'établir à l'intérieur de l'enceinte 1b, un gradient de température globalement décroissant vers le bas tel que celui déjà prévu
25 dans le cas de l'enceinte unique de la première variante.

De préférence, l'enceinte 1b comporte en outre des moyens globalement représentés par une canalisation 23 comportant une pompe 24 et propres

30 - à prélever à un niveau supérieur 25 de l'enceinte, distant de l'extrémité supérieure de celle-ci d'au plus d'un tiers de sa hauteur totale, une fraction de la masse M soumise à cristallisation et parcourant l'enceinte 1b de haut en bas et

35 - à recycler cette fraction à un niveau 26 situé au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte 1a.

La canalisation 23 peut comporter des moyens de fragmentation 27, par exemple un broyeur colloïdal, propres à désagréger d'éventuels agrégats de cristaux de dextrose anhydre contenus dans la fraction recyclée.

5 Ici encore, dans la pratique, le fluide de refroidissement est de l'eau et l'écart moyen de température en un point donné de l'enceinte entre cette eau et la masse soumise à cristallisation, est de l'ordre de 2 à 5°C.

EXEMPLE 1

10 On a recours à une installation conforme à la première variante selon l'invention comportant une enceinte cylindrique unique d'un volume utile de 3 m³.

On introduit dans cette enceinte, avec un débit de 75 l par heure, un sirop de dextrose ayant une teneur en
15 matières sèches de 86 % et comprenant 97,5 % en poids sur matières sèches de dextrose, les 2,5 % restants étant constitués notamment par des di- et polysaccharides.

La température du sirop à l'entrée de l'enceinte 1a est d'environ 82°C.

20 Simultanément on recycle, avec un débit de 15 l par heure, une fraction de la masse en cours de cristallisation prélevée à un niveau supérieur de l'enceinte distant de l'extrémité supérieur d'un tiers de la hauteur totale.

25 La durée de passage moyen à l'intérieur de l'enceinte d'une fraction donnée de la masse soumise à la cristallisation est d'environ 40 heures.

La masse riche en cristaux de dextrose anhydre extraite au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte
30 se trouve à une température voisine de 62°C, le gradient de température globalement décroissant de haut en bas correspondant donc à environ 0,5°C par heure.

La teneur en dextrose des eaux-mères récupérées après séparation des cristaux de dextrose anhydre est de
35 96,3 % sur matières sèches, le complément à 100 étant constitué par les di- et polysaccharides.

Le rendement de cristallisation qui est donné par la formule :

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

dans laquelle

- 5
- A est la richesse en dextrose du sirop d'alimentation,
 - H la richesse des eaux-mères, égale à 96,3 %, s'établit à 33 %.

10 On produit par jour 820 kg de dextrose anhydre, ce qui correspond à une productivité de 273 kg par jour et par m³ de l'enceinte.

Les cristaux recueillis après essorage et lavage présentent d'excellentes propriétés physiques et chimiques.

15 Ces cristaux sont d'une pureté de 99,5 % et leur répartition granulométrique est la suivante :

- cristaux de taille comprise entre 100 et 500 microns 47,8 %
- cristaux de taille comprise entre 100 et 200 microns 27,3 %
- 20 - cristaux de taille inférieure à 100 microns 51,4 %.

EXEMPLE 2

25 On a recours à une installation selon la deuxième variante conforme à l'invention comportant deux enceintes cylindriques 1a et 1b de volumes utiles respectifs de 1 et de 3 m³.

30 On introduit dans l'enceinte 1a, avec un débit de 80 l par heure, un sirop de dextrose ayant une teneur en matières sèches de 86 % et comprenant 97,5 % en poids sur matières sèches de dextrose, les 2,5 % restants étant constitués par des di- et polysaccharides.

La température du sirop à l'entrée de l'enceinte est d'environ 86°C.

35 Cette enceinte 1a est munie d'un agitateur hélicoïdal et maintenue à la température constante de 82°C.

La durée de passage moyen à l'intérieur de l'enceinte 1a d'une fraction donnée du mélange de sirop et de cristaux de dextrose est d'environ 12 heures.

Le mélange sortant de l'enceinte 1a est amené par la canalisation 18 en un point 19 de l'enceinte 1b situé au voisinage de l'extrémité supérieure de celle-ci.

A l'intérieur de l'enceinte 1b, ce mélange est soumis à un gradient de température globalement décroissant ; la température supérieure de ce gradient est de 81°C et la température inférieure de 61°C.

Ce gradient, globalement décroissant de haut en bas, correspond donc à environ à 0,5°C par heure.

Au niveau du point 25 distant de l'extrémité supérieure de l'enceinte 1b de 1/5 de la hauteur totale, on prélève une fraction de la masse soumise à cristallisation qui la parcourt et on recycle cette fraction à l'extrémité supérieure de l'enceinte 1a en 26.

La fraction recyclée correspond à 12,5 % de la quantité de sirop introduite par la canalisation 2.

La masse riche en cristaux de dextrose anhydre extraite au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte 1b par la canalisation 20 se trouve à une température voisine de 61°C et permet de séparer une quantité de cristaux correspondant en poids à 32 % du mélange.

La séparation des cristaux de dextrose anhydre est effectuée par essorage, puis les cristaux sont lavés.

La teneur en dextrose anhydre des eaux-mères ainsi récupérées est de 96,3 % sur matières sèches, le complément à 100 étant constitué par les di- et polysaccharides.

Le rendement de cristallisation qui est donné par la formule :

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

dans laquelle

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

- H la richesse des eaux-mères en dextrose est de 96,3 %,

s'établit à 32 %.

On produit par jour 846 kg de dextrose anhydre, ce
5 qui correspond à une productivité de 212 kg par jour et
par m³ de l'installation.

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

10 Les cristaux recueillis après essorage et lavage
présentent d'excellentes propriétés physiques et chimiques.

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

- 15
- cristaux de taille comprise
entre 200 et 500 microns 39,1 %
 - cristaux de taille comprise
entre 100 et 200 microns 49,7 %
 - cristaux de taille inférieure
20 à 200 microns 59 %.

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

REVENDECATIONS

1. Procédé de préparation en continu de dextrose cristallisé anhydre caractérisé par le fait qu'une masse constituée de sirop de dextrose et de cristaux de dextrose anhydre est amenée à parcourir de haut en bas et sous malaxage une zone de cristallisation d'axe de préférence sensiblement vertical dans laquelle ladite masse est soumise à un gradient de température globalement décroissant de 0,2 à 2°C/heure de haut en bas éventuellement modulé, dans lequel procédé on alimente la zone de cristallisation au voisinage de son extrémité supérieure,

- d'une part, en sirop de dextrose ayant une richesse en dextrose supérieure à 92 %, un taux de matières sèches supérieur à 80 % et une température supérieure à 60°C, 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 des extrémités de celle-ci d'au moins un quart de la longueur totale, la quantité recyclée de masse soumise à la cristallisation représentant en volume de 0 à 50 % de la quantité de sirop de dextrose introduite dans la zone, au niveau de l'extrémité inférieure de laquelle on recueille en continu une masse cristallisée riche en cristaux de dextrose anhydre qui sont récupérés.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la zone de cristallisation est précédée par une zone d'amorçage de la cristallisation d'axe de préférence sensiblement vertical et disposé de préférence sensiblement dans le prolongement de l'axe de la zone de cristallisation, cette zone d'amorçage, à l'intérieur de laquelle la température est sensiblement constante et inférieure de 2 à 5°C à la température de saturation, étant alimentée en sirop de dextrose et en masse soumise à la cristallisation recyclée et prélevée dans la zone de cristallisation à un niveau situé dans le tiers supérieur

de celle-ci, le contenu de la zone d'amorçage étant maintenu sous agitation et à température sensiblement identique en tous points avec, de préférence, recyclage éventuel dudit contenu depuis un niveau situé au voisinage de son
5 extrémité inférieure vers un niveau situé au voisinage de son extrémité supérieure.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que le sirop de dextrose constituant la matière première est sensiblement exempt de cristaux de dextrose et de nucléi.
10

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le sirop de dextrose constituant la matière première présente une richesse en dextrose de 96 à 100 %, un taux de matières sèches de 85 à
15 88% et une température de 80 à 90°C.

5. Procédé selon l'une des revendications 1, 3 et 4, caractérisé par le fait que le gradient de température à l'intérieur de la zone de cristallisation est de 0,5 à 0,75°C/heure de traitement.

6. Procédé selon l'une des revendications 2 à 4, caractérisé par le fait que le gradient de température à l'intérieur de la zone de cristallisation est de 0,5 à 1,5°C/heure de traitement.
20

7. Procédé selon l'une des revendications 2 à 4, caractérisé par le fait qu'à l'intérieur de la zone d'amorçage le sirop est maintenu à une température sensiblement constante, inférieure de 2 à 5°C à la température de saturation.
25

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé par le fait que la fraction recyclée représente de 0 à 50 %, de préférence de 20 à 30 % du volume du sirop de dextrose constituant la matière première.
30

9. Installation de préparation de dextrose cristallisé anhydre caractérisée par le fait qu'elle comprend essentiellement une enceinte de cristallisation d'axe de préférence sensiblement vertical et équipée d'un système
35

d'alimentation en sirop riche en dextrose au voisinage de son extrémité supérieure, d'un système de malaxage du contenu, d'un système de régulation de la température propre à établir au sein de la masse soumise à cristallisation
5 qui la remplit, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, d'un système de recyclage d'une fraction de la masse soumise à cristallisation depuis un niveau intermédiaire distant des extrémités de l'enceinte d'au moins un quart de la longueur totale vers un point
10 situé au voisinage de son extrémité supérieure ainsi que, au voisinage de son extrémité inférieure, d'un système d'extraction en continu d'un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose anhydre qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système adapté à récupérer lesdits
15 cristaux à partir de ce produit.

10. Installation de préparation de dextrose cristallisé anhydre caractérisée par le fait qu'elle comprend essentiellement deux enceintes d'axes de préférence sensiblement verticaux disposées de préférence l'une au-dessus
20 de l'autre, les axes des deux enceintes étant de préférence sensiblement dans le prolongement l'un de l'autre,

- la première enceinte, ou enceinte d'amorçage de la cristallisation, étant équipée d'une part d'un système d'alimentation en sirop riche en dextrose au voisinage de son extrémité supérieure, d'autre part d'un système d'agitation du contenu de l'enceinte et d'un système de régulation de la température propre à établir à l'intérieur de l'enceinte une température sensiblement constante en tous points et enfin d'un système d'extraction disposé au voisinage de son extrémité inférieure, ce système étant propre à extraire le mélange de sirop et de cristaux formé à l'intérieur de l'enceinte et à acheminer ce mélange vers un point situé au voisinage de l'extrémité supérieure de

- la deuxième enceinte, ou de cristallisation
35 proprement dite et équipée d'un système de malaxage du contenu et d'un système de régulation de la température

propre à établir au sein de la masse soumise à cristallisation qui la remplit, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, ladite deuxième enceinte étant par ailleurs équipée, au voisinage de son extrémité inférieure, d'un système d'extraction en continu d'un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose anhydre qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système adapté à récupérer les cristaux de dextrose anhydre à partir de ce produit,

10 ladite installation étant en outre équipée

- d'un premier système de recyclage du contenu de la première enceinte depuis un point situé au voisinage de son extrémité inférieure vers un point situé au niveau de son extrémité supérieure et/ou

15 - d'un deuxième système de recyclage vers un point situé au voisinage de l'extrémité supérieure de la première enceinte d'une partie du contenu de la deuxième enceinte prélevé à un niveau situé dans le tiers supérieur de cette deuxième enceinte.

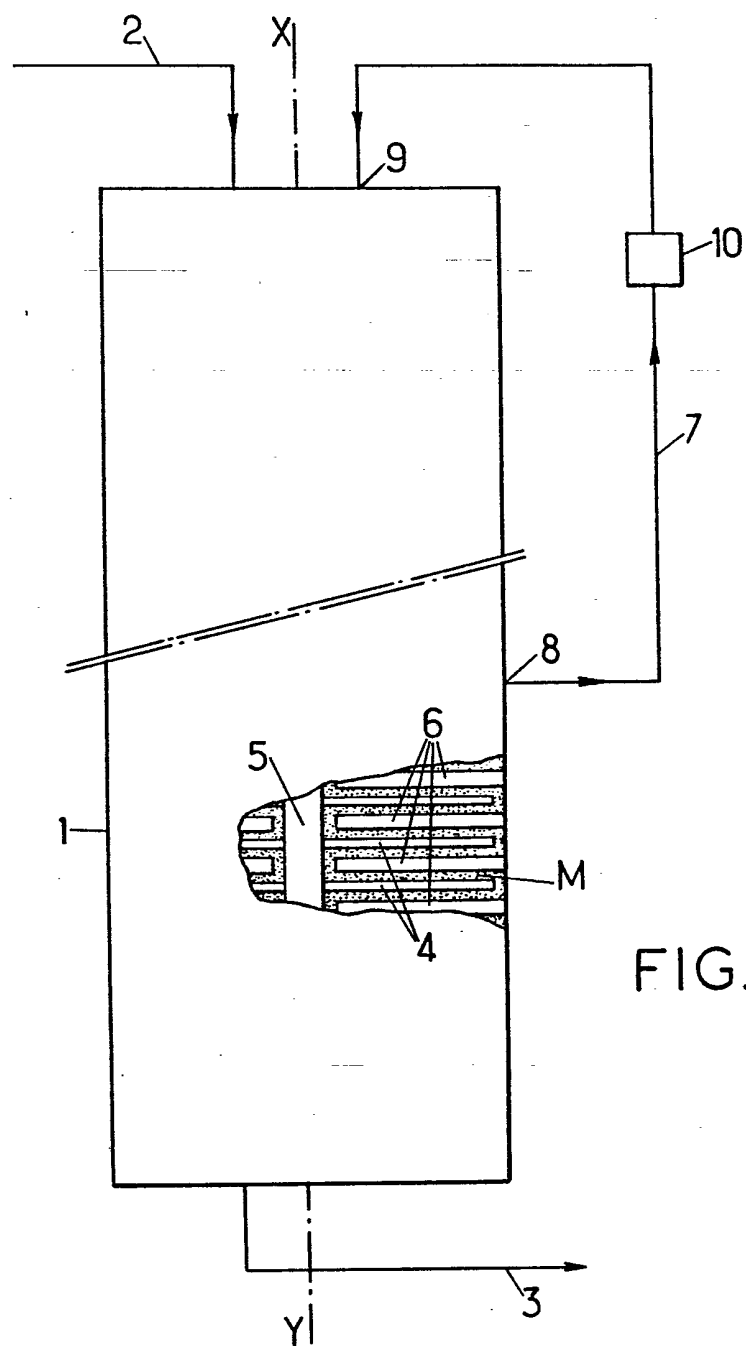


FIG.1.

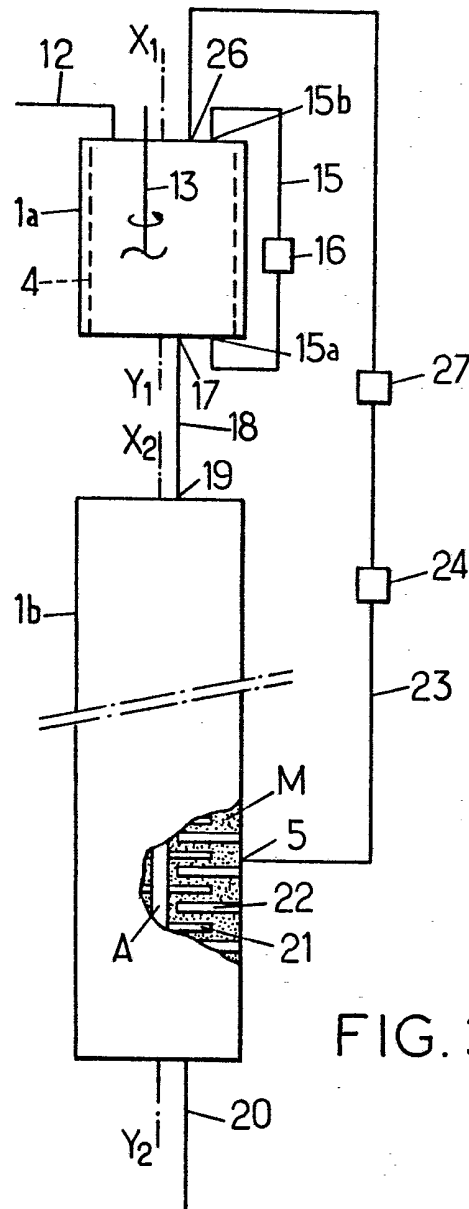


FIG. 2.