

# Amélioration de la cristallisation industrielle grâce à l'automatisation

Jens MAHRHOLZ<sup>1</sup>, Andreas LEHNBERGER<sup>1</sup> et Michael KÖNIG<sup>2</sup>,

<sup>1</sup> BMA Braunschweigische Maschinenbauanstalt AG, Braunschweig, Allemagne

<sup>2</sup> BMA Automation GmbH, Braunschweig, Allemagne

L'automatisation moderne du processus a apporté de grands progrès dans l'atelier sucre par rapport à l'époque où les sucreries étaient exploitées manuellement ou semi-manuellement. Des exemples tirés de la pratique montrent les effets de l'automatisation dans les sucreries, tels qu'ils sont constatés grâce à l'amélioration de la teneur en cristaux, de leur qualité et de la capacité de production des appareils à cuire.

Avec la cristallisation industrielle, l'accent est mis sur l'amélioration constante de la conduite du processus dans le but d'accroître encore plus le rendement. Le nouveau concept présenté montre comment la conduite améliorée du processus peut réussir avec des capteurs complémentaires, tout en tenant particulièrement compte de la limite de métastabilité.

**Mots-clés :** cristallisation, automatisation, amélioration du rendement, détermination de la limite de métastabilité

## ABSTRACT

Compared with earlier times in beet sugar factories with manual or semi-manual operation, modern process automation is responsible for great improvements in sugar house processing. The practical experience gained in sugar factories shows the impact of automation e.g. on the improvement of crystal content and crystal quality as well as efficiency of the vacuum pans.

Generally, in industrial crystallization, the focus is on steadily improving the process control, with the aim to achieve additional yield increases. A new concept is presented, demonstrating how an improved process control can be implemented with the aid of supplementary sensors, while particularly observing the metastable limit.

Keywords: Crystallization, automation, yield increase, determination of the metastable limit

## 1. INTRODUCTION

L'un des principaux critères de l'exploitation de l'atelier sucre est la qualité des différentes sortes de sucre produites. Le défi consiste notamment à assurer une croissance contrôlée des cristaux et donc à empêcher la nucléation et l'agglomération des cristaux. Les deux processus entraînent une distribution granulométrique, ainsi qu'une pureté et une couleur de la masse cristalline incontrôlables. Par ailleurs, il en résulte des problèmes en aval lors de la centrifugation, ainsi que dans le silo à sucre à cause d'une part accrue de poussières de sucre.

La manière d'assurer une croissance contrôlée des cristaux du saccharose n'est pas nouvelle et a déjà été décrite par de nombreux auteurs. Van der Poel et al. (1998) fournit par exemple des informations approfondies. Pourtant, les processus de cristallisation sont réalisés dans beaucoup de sucreries de betteraves non européennes de manière encore manuelle ou semi-manuelle, indépendamment des connaissances théoriques existantes, avec tous les inconvénients qui en résultent pour la qualité du sucre.

Il s'agit dans cet article de décrire avec un exemple l'automatisation d'un processus de cristallisation par évaporation en utilisant les

méthodes et les concepts actuels. En outre, un concept moderne d'optimisation du rendement des appareils à cuire est présenté en tenant notamment compte de la limite de métastabilité.

## 2. LA CRISTALLISATION PAR ÉVAPORATION IDÉALE

L'automatisation du processus de cristallisation du sucre permet aujourd'hui de maintenir la sursaturation pendant la cristallisation par évaporation dans la zone métastable du diagramme de phase. La semence ajoutée au point de grainage s'accroît ensuite sans formation supplémentaire de grains fins. Toute une série de mesures doit être prise pour maintenir le processus de cristallisation dans la zone métastable.

L'expérience issue des sucreries montre que la sursaturation au point de grainage est critique pour le processus de cristallisation. La très faible teneur en cristaux d'environ 0,001 % après l'ensemencement avec du slurry est responsable de la très petite surface de masse cristalline. Si des sursaturations importantes surviennent pendant ou après l'ensemencement, cela entraîne une pluie intempestive de germes secondaires. La qualité contrôlée du produit n'est alors plus garantie.

Une « phase de stabilisation » est donc prévue après le point de grainage au cours de la cristallisation par évaporation idéale (figure 1). Grâce à la basse pression de la vapeur de chauffe limitée dans le temps, une faible sursaturation est obtenue avec un moindre taux d'évaporation et donc un taux de cristallisation réduit. Les particules du slurry grandissent ensuite sans nucléation secondaire jusqu'à une taille suffisante pour maintenir la sursaturation dans la zone métastable pendant la phase de montée grâce à la surface suffisante de la masse cristalline.

Au cours de la cristallisation par évaporation idéale présentée, la teneur en matière sèche et le niveau de remplissage de la masse cuite augmentent simultanément de façon linéaire pendant la phase de montée jusqu'à obtenir une teneur élevée en cristaux avec un grand rendement espace-temps. La pression de la vapeur issue du produit et celle de la vapeur de chauffe restent alors constantes dans l'idéal. Lors de la phase de serrage qui s'ensuit, la pression de la vapeur de chauffe est encore accrue pour obtenir une teneur en cristaux typique de 50 à 55 % à la fin de la cuisson.

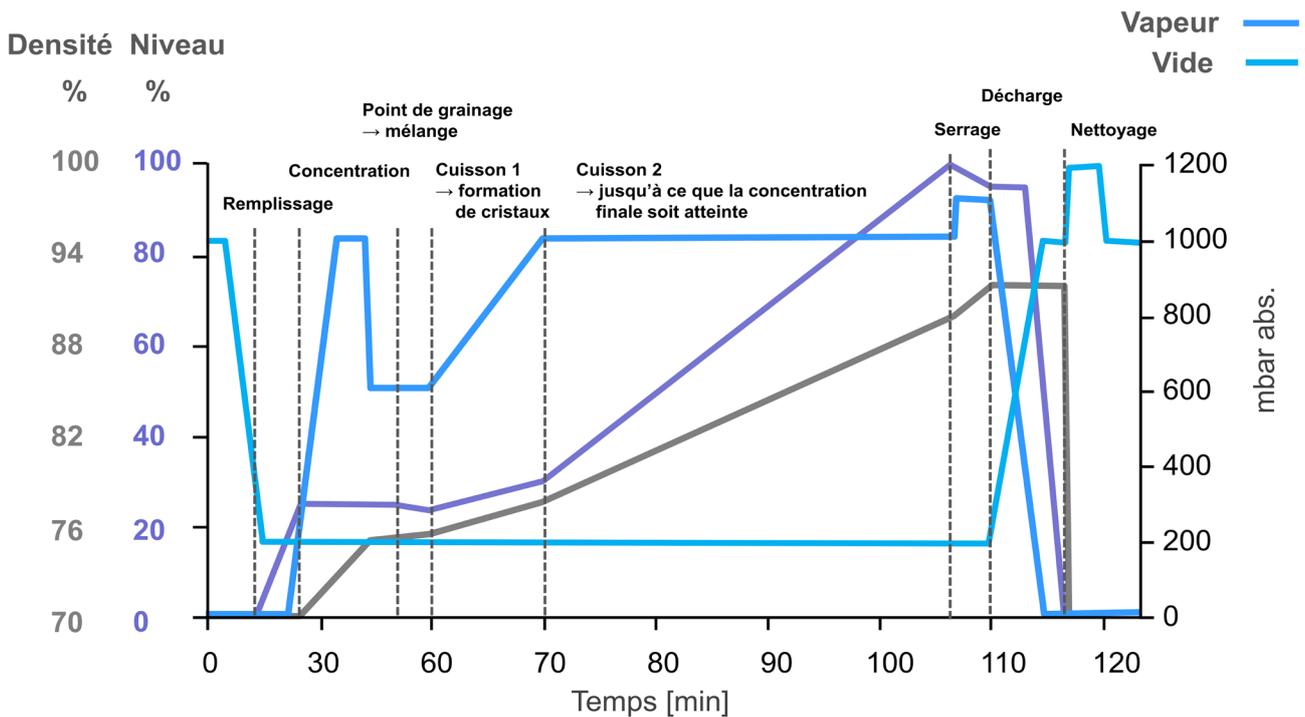


Fig. 1 : Courbes du processus de cristallisation par évaporation idéale.

### 3. UN EXEMPLE D'AUTOMATISATION D'UNE CRISTALLISATION PAR ÉVAPORATION

Dans une sucrerie de betteraves russe, une station de sucre blanc a été équipée en 2014 avec une automatisation BMA du processus de cuisson. Cela a permis d'augmenter progressivement la teneur en cristaux qui était en comparaison avec la campagne de 2013 env. 5 % plus élevée au final (figure 2). Le coefficient de variation de la distribution granulométrique (CV) s'est également amélioré : de 44 % à 33 %. Par la suite, la quantité d'eau de clairçage des centrifugeuses, ainsi que la freinte au turbinage ont pu être réduites.

Avec l'automatisation de la cristallisation par évaporation du sucre blanc, on a aussi économisé de la vapeur de chauffe, puisqu'il était possible de travailler sans ajouter d'eau lors du processus de cristallisation. L'apport d'eau était jusqu'à présent nécessaire pour dissoudre les grains fins formés. Globalement, l'automatisation a ainsi permis d'améliorer le rendement espace-temps de deux cuissons par jour.

La régulation du processus de cristallisation garantit la qualité optimale et reproductible de la masse cristalline, tout en conservant un débit élevé et en soulageant les opérateurs de ligne.

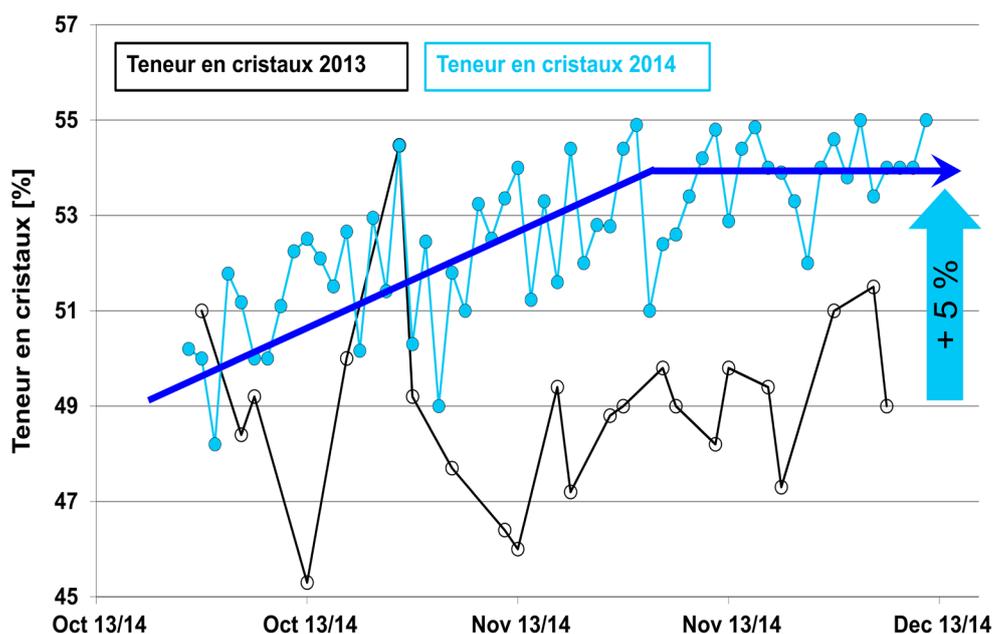


Fig. 2 : Teneur en cristaux des appareils à cuire pour le sucre blanc dans une sucrerie de betteraves russe sans (campagne de 2013) et avec une cristallisation automatisée (campagne de 2014).

#### 4. LE CONCEPT BMA DE RÉGULATION MODERNE DES PROCESSUS DE CRISTALLISATION

Dans la cristallisation industrielle, l'accent est mis sur l'amélioration continue de la conduite du processus dans le but d'accroître encore plus le rendement, tout en ayant une qualité constante voire même meilleure de la masse cristalline.

Le concept BMA de régulation moderne des processus de cristallisation est basé sur l'exécution de ces processus optimisés de manière empirique dans l'industrie sucrière avec des sursaturations réduites. Ils contiennent des facteurs de sécurité qui doivent exclure une nucléation secondaire. De très grandes variations de la limite de métastabilité sont indiquées dans les références. Rozsa et al. (2013) cite une zone allant de 1,20 à 1,40. En pratique, les processus de cristallisation sont par contre réalisés d'après Rozsa (2011) dans la zone de sursaturation en dessous de 1,10 – 1,12 (« high purity syrups ») ou de 1,12 – 1,15 (« low purity syrups »).

La zone métastable dépend de nombreux paramètres également variables dans le temps dont l'influence est en outre plus ou moins forte. Il faut citer ici :

- Type et concentration des non-sucres
- Présence, nombre et taille des cristaux (cristaux de semence, incrustations)
- Inhomogénéités (température, concentration)
- Structure et conception de l'appareil à cuire
- Matériaux de construction utilisés (énergie de surface)
- Taux de création de la sursaturation (évaporation, refroidissement)
- Taux et importance de l'apport d'énergie mécanique

La limite de métastabilité n'est donc pas une constante du système. Elle varie selon les conditions actuelles d'une sucrerie et n'est pas prévisible. Il faut donc plutôt travailler avec des sursaturations trop faibles qu'avec des sursaturations trop élevées.

Toutefois la possibilité de déterminer la limite individuelle de métastabilité d'un processus dans l'appareil à cuire permettrait de régler celui-ci avec une sursaturation plus élevée et d'avoir ainsi la chance d'obtenir un rendement espace-temps supérieur.

L'impossibilité de mesurer la sursaturation en ligne complique encore les choses. C'est une fonction complexe multivariable qui dépend des quatre paramètres suivants :

- a) Teneur en matière sèche de l'eau mère
- b) Teneur en sucre de l'eau mère
- c) Température d'ébullition
- d) Paramètre Wiklund

Alors que les grandeurs a) et c) sont mesurables, les grandeurs b) et surtout d) demandent beaucoup de temps pour être déterminées en laboratoire ; il n'est donc pas possible d'avoir des informations en temps réel et la situation du processus peut être uniquement évaluée rétrospectivement.

Pour résoudre cela, une étude bibliographique a identifié les approches connues pour contrôler les processus de cristallisation. En référence à Nagy et al. (2013), la figure 3 a été établie avec trois groupes principaux :

- Approches sans modèle
- Approches à base de modèles
- Approches hybrides

Tandis que les approches à base de modèles et les nouvelles approches hybrides ont seulement été implémentées de manière limitée dans l'industrie, les approches sans modèle y sont privilégiées. Elles reposent sur l'utilisation directe des signaux de mesure basés sur la technologie d'analyse des procédés (PAT, Process Analytical Technology) en tant que « feedback control » du processus de cristallisation.



Fig. 3 : Aperçu des approches pour contrôler la cristallisation.

Les approches sans modèle se divisent en quatre sous-groupes qui doivent être examinés ensuite plus précisément.

**a) Les stratégies typiques de « feedback control »** (par ex. PID, cascade) sont conçues de manière à suivre les simples directives d'exploitation heuristiques, par ex. « linear cooling rate, constant evaporation rate, constant antisolvent addition rate » (Rawlings et al., 2002).

**b) Contrôle de la sursaturation (SSC, supersaturation control) ou aussi contrôle par retour de la concentration (CFC, concentration feedback control)**

Le SSC essaie de contrôler le processus de cristallisation en suivant la courbe d'exploitation souhaitée (trajectoire) dans le diagramme de phase. Cette courbe d'exploitation doit être déterminée de manière empirique, l'absence de nucléation étant privilégiée. L'état actuel du processus est déterminé en mesurant la concentration et la température afin de suivre la concentration souhaitée (sursaturation) dans le diagramme de phase. La plupart des applications utilise une sursaturation constante (absolue ou relative) pour la valeur de consigne. L'approche SSC contrôle le processus de cristallisation dans le diagramme de phase et est ainsi plus directe que le contrôle du processus qui suit par exemple les cycles thermiques définis dans le temps ou les teneurs en matière sèche de la masse cuite. Cependant les propriétés de la masse cristalline ne sont pas directement contrôlées. Les grains fins ou les agglomérations dus à des défauts ne peuvent par exemple pas être détectés et représentent un problème pour la suite du processus (Nagy et al. 2013).

**c) Contrôle direct de la nucléation (DNC, direct nucleation control)**

L'approche DNC se caractérise par le fait qu'elle mesure et contrôle directement le nombre de cristaux ou la distribution granulométrique. L'augmentation et la diminution du nombre de cristaux sont

directement détectées au moyen du DNC. La sursaturation de l'eau mère est augmentée ou réduite pour maintenir le nombre de cristaux mesuré à la valeur de consigne, il peut même arriver que l'eau mère soit sous-saturée. Le DNC est marqué par des cycles contrôlés de croissance et de dissolution des cristaux (GDC, Growth and Dissolution Cycles) qui sont obtenus par refroidissement / réchauffement, par l'apport cyclique d'anti-solvant/de solvant ou une combinaison des deux. Le DNC peut être utilisé pour obtenir une nucléation in situ consistante, pour éliminer les agglomérations et les grains fins et pour optimiser la distribution granulométrique (cristaux plus réguliers et plus gros) (Nagy et al. 2013).

**d) Combinaison du contrôle direct de la nucléation (DNC, direct nucleation control) et du contrôle de la sursaturation (SSC, supersaturation control)**

Dans l'industrie sucrière, les approches presque exclusivement traditionnelles et sans modèle de type a) (« best practice concept » ou « master boiling concept ») sont utilisées pour contrôler les processus de cristallisation par évaporation et par refroidissement.

Depuis peu, des approches se référant au type b) sont employées dans quelques sucreries de betteraves et de canne (cf. Rozsa 2013). Il faut spécifier à cette occasion la courbe de solubilité et la limite de métastabilité. Cela permet de définir dans le diagramme de phase une trajectoire le long de laquelle le processus est mené pour obtenir une cristallisation sans nucléation. De plus, il est décisif de connaître pour cela la proportion actuelle de non-sucres et d'eau. En connaissant la pureté et le flux massique de la liqueur, ainsi que la température d'ébullition et le taux d'évaporation de l'eau, il est possible de calculer la proportion actuelle de non-sucres et d'eau et donc la sursaturation actuelle. Un réfractomètre de processus est utilisé en tant que PAT.

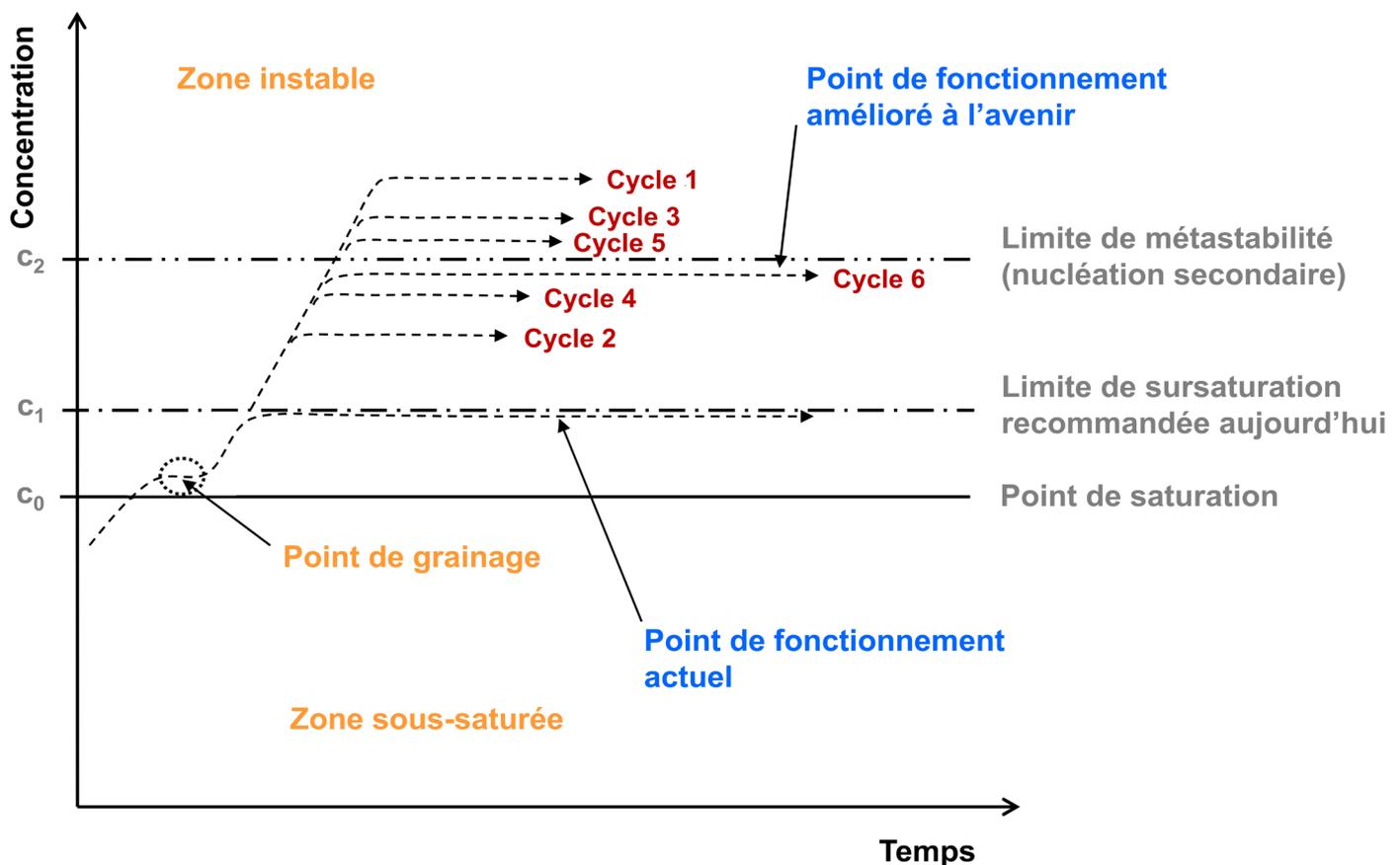


Fig. 4 : Procédé multibatch itératif pour déterminer la limite de métastabilité lors de la cristallisation par évaporation.

Le nouveau concept BMA pour réguler les processus de cuisson est basé sur une approche sans modèle de type d). Cela a l'avantage qu'il n'est a priori pas nécessaire de connaître en principe les propriétés de l'eau mère, comme par exemple la courbe de solubilité, la limite de métastabilité ou la pureté de la liqueur.

Au moyen du DNC, la limite individuelle de métastabilité est déterminée pour le processus de cristallisation correspondant dans l'appareil à cuire concerné. Cela peut par exemple se faire conformément à la figure 4. Un procédé multibatch itératif y est représenté pour la cristallisation par évaporation. On oscille autour de la limite de métastabilité encore inconnue lors d'une succession de processus discontinus avec différents degrés de sursaturation. La limite peut être constatée de manière itérative, puisque la nucléation secondaire est parfois déclenchée ou non. On arrive ainsi à un point de fonctionnement optimal, comme prévu supérieur à celui observé dans la conduite traditionnelle du processus de l'industrie sucrière.

Un capteur spécifique est employé comme PAT pour détecter la nucléation pendant tout le processus de manière très rapide et sensible. La pluie de germes secondaires déclenchée dans quelques cycles de cuisson peut donc être détectée très tôt et être dissoute en apportant rapidement de l'eau. Ces germes ne sont ainsi pas intégrés dans la masse cristalline du produit et ne représentent aucun risque pour la centrifugation. Le processus discontinu devrait se prolonger de seulement 30 minutes environ par l'apport d'eau. Pour un processus d'itération composé de 4 à 6 cycles de cuisson, cela demande seulement 2 à 3 heures de plus ; on peut aussi supposer que ce processus d'itération est répété uniquement toutes les 2 à 4 semaines. Le procédé DNC fournit ainsi un point de fonctionnement optimisé et sans nucléation, tout en demandant des moyens supplémentaires moindres pour le processus de cristallisation correspondant dans l'appareil à cuire concerné. Le nouveau point de fonctionnement déterminé ainsi sert de grandeur de référence jusqu'au prochain processus d'itération en suivant le procédé SSC.

## 5. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

L'automatisation de la cristallisation par évaporation, notamment au début du processus de cristallisation, est essentielle pour obtenir un rendement élevé en cristaux, du sucre de bonne qualité et une

consommation d'énergie réduite. L'automatisation BMA de la cuisson selon le processus idéal de cristallisation par évaporation garantit de manière fiable et reproductible la prévention d'une nucléation secondaire non souhaitée, elle fournit des rendements espace-temps plus élevés et permet la conduite reproductible du processus.

Avec le nouveau concept BMA de détermination en ligne de la limite de métastabilité pour le processus de cristallisation correspondant dans l'appareil à cuire concerné, on obtient un point de fonctionnement individuel, optimisé et sans nucléation. Le concept DNC/SSC assure ainsi des rendements espace-temps et une rentabilité plus élevés en comparaison avec les régulations traditionnellement effectuées lors des processus de cristallisation dans l'industrie sucrière.

Les recherches réalisées jusqu'à présent en laboratoire et dans les sucreries montrent la très bonne traçabilité et le très bon comportement de réponse du nouveau capteur, notamment au cours des processus de nucléation. Le nouveau concept doit être prochainement implémenté dans l'automatisation améliorée du processus de cuisson de BMA. ■

## RÉFÉRENCES

- Nagy, Z.K., Fevotte, G., Kramer, H., Simon, L.L., 2013. Recent advances in the monitoring, modelling and control of crystallization systems. *Chemical Engineering Research and Design*. 91, 1903-1922.
- Rawlings, J.B., Sink, C.W., Miller, S.M., 2002. Control of crystallization processes. In: Myerson, A.S. (Ed.), *Handbook of Industrial Crystallization*. Second ed. Butterworth-Heinemann, Boston.
- Rozsa, L., 2011. On-line monitoring and control of supersaturation and other masscuite parameters in vacuum pans: A control engineering approach. *International Sugar Journal*, vol. 113, no. 1356, 853-862.
- Rozsa, L., Arriaza, G.M., Romero, M.T., 2013. Advanced control of crystallisation based on the direct use of on-line data on supersaturation: Theory and practice. *Sugar Industry Technologists Paper #1056*, 171-187.
- Van der Poel, P.W., Schiweck, H., Schwartz, T., 1998. *Sugar Technology: Beet and Cane Sugar Manufacture*. Bartens, Berlin.