

Table des matières

Avant-propos	11
Chapitre 1. Quelques propriétés des cristaux	13
1.1. La structure	13
1.1.1. Introduction : énergie de cristallisation	13
1.1.2. Energie de fixation et énergie de couche	16
1.1.3. Energies superficielle et moléculaire	17
1.1.4. Energie de surface	17
1.1.5. Chaînes périodiques et nature des faces	18
1.2. La forme	19
1.2.1. Système cristallin et <i>habitus</i>	19
1.2.2. Indice de non-sphéricité (indice de forme)	21
1.2.3. Les coefficients de Nyvlt	23
1.2.4. Importance de la forme pour la porosité.	24
1.2.5. Vitesses orthogonales et évolution de la forme	24
1.2.6. Les adjuvants modificateurs de forme	25
1.3. Conclusions : caractéristiques d'un cristal.	27
1.3.1. Forme et surface volumique.	27
1.3.2. Composition chimique – Hygroscopicité	28
1.3.3. Stries en surface	28
1.3.4. Rugosité de surface.	29
1.3.5. Attrition au séchage – Vittrification au broyage	30
1.3.6. Concavité de surface	30
1.3.7. Couleur	31
1.3.8. Coulabilité	31
1.3.9. Pureté	31

1.3.10. Constantes d'élasticité	32
1.3.11. Dureté, déformation et rupture	34
1.3.12. Fragilité et ductilité des cristaux	36
1.3.13. Agglomération dans une suspension	36
1.4. Attrition	40
1.4.1. Dureté des cristaux	40
1.4.2. Résistance à la fracture.	40
1.4.3. Attrition dans un récipient agité	41
1.5. Mesure de la granulométrie d'une population cristalline	42
1.5.1. Tamisage	42
1.5.2. Le compteur de particules Coulter	42
1.5.3. Sédimentation	43
1.5.4. Analyse d'image	43
1.6. Caractéristiques de la population de cristaux	44
1.6.1. Expressions analytiques d'une granulométrie	44
1.6.2. Taille moyenne et solubilité	45
1.6.3. Coefficient de variation et attrition.	45
Chapitre 2. Naissance et croissance des cristaux	47
2.1. Naissance des cristaux	47
2.1.1. Nucléation primaire.	47
2.1.2. Croûtage des cristallisoirs	50
2.1.3. Nucléation secondaire	53
2.1.4. Zone métastable : sursaturation lentement établie	55
2.1.5. Mesure de l'ordre n de la nucléation.	56
2.1.6. Paramètres d'influence sur ΔT_{\max}	58
2.1.7. Etude pratique de la zone métastable (refroidissement)	59
2.1.8. Interprétation du temps de latence	61
2.1.9. Nucléation par vaporisation : aspect pratique	65
2.1.10. Nucléation dans un cristallisoir (calcul)	65
2.2. Théorie énergétique de la croissance des faces	66
2.2.1. La théorie de Hartmann et Bennema (1980)	66
2.2.2. La présence de solvant	67
2.2.3. Importance morphologique et clivage	67
2.2.4. Aspect énergétique et point de vue cinétique.	69
2.3. Théories cinétiques de la croissance	69
2.3.1. Généralités	69
2.3.2. Théorie de la couche de diffusion	70
2.3.3. Mécanismes d'intégration	71

2.3.4. Paramètres fondamentaux	73
2.3.5. Croissance d'une face K	74
2.3.6. Nucléation bidimensionnelle	75
2.3.7. Croissance en spirale	76
2.3.8. Naissance et étalement	78
2.3.9. Combinaison diffusion-intégration	79
2.3.10. Rétrodiffusion du solvant	80
2.3.11. Conclusions	81
2.3.12. Dessin de la forme d'un cristal	82
Chapitre 3. La cristallisation du sucre en sucrerie	85
3.1. Théorie de la cristallisation du sucre	85
3.1.1. Mécanismes du grossissement	85
3.1.2. Nucléation	86
3.1.3. Pureté et taux pondéral de sucre	87
3.2. Ordres de grandeur	88
3.2.1. Retard à l'ébullition	88
3.2.2. Diffusivité	88
3.2.3. Viscosités	89
3.2.4. Propriétés du sucre cristallisé	90
3.3. Cinétique de cristallisation	90
3.3.1. Combinaison couche d'intégration et couche de diffusion	93
3.4. Pratique de la cristallisation du sucre	93
3.4.1. Les trois techniques de cristallisation	93
3.4.2. Les étapes de la cristallisation industrielle du sucre	94
3.4.3. Préparation de la semence	95
3.4.4. Essorage des masses cuites	96
3.4.5. Raffinage du sucre	96
3.4.6. Données sur l'échange thermique	97
Chapitre 4. Les cristallisoirs : conception et dimensionnement	99
4.1. Introduction	99
4.1.1. Qualités d'un produit cristallisé	99
4.1.2. Cristallisoirs	99
4.1.3. Bilan de population général des cristallisoirs	100
4.1.4. Bilan de population avec attrition	101
4.1.5. Cristallisoir continu homogène avec attrition	102
4.1.6. Cuvée avec attrition	104

4.1.7. L'agitation	105
4.1.8. Echange thermique	105
4.2. Cristalliseur continu homogène (C.C.H.)	107
4.2.1. Définition du C.C.H.	107
4.2.2. Cristalliseur à tube de tirage et échangeur interne	107
4.2.3. Définition du tube de tirage	108
4.2.4. Zone de classification	112
4.2.5. Utilité de la classification	114
4.2.6. Théorie du C.C.H. sans attrition	115
4.2.7. Autres grandeurs	116
4.2.8. Les paramètres à maîtriser	120
4.2.9. Série de C.C.H. sans attrition	120
4.2.10. Relation opératoire d'un C.C.H. sans attrition	122
4.2.11. Montages possibles d'un C.C.H. (densité de population)	124
4.2.12. Modulation de la teneur en cristaux	128
4.3. Cristalliseur continu à circulation forcée (C.C.C.F.)	128
4.3.1. Description	128
4.3.2. Le temps de séjour des cristaux dans l'installation	130
4.3.3. Niveau de l'entrée dans un corps avec vaporisation	131
4.4. Cristalliseur à lit fluidisé	131
4.4.1. Présentation	131
4.4.2. Puissance de suspension et nucléation	132
4.4.3. Procédure de calcul	133
4.4.4. Etude du lit fluidisé en laboratoire	137
4.5. Colonnes d'élutriation	138
4.5.1. Généralités	138
4.5.2. Temps de séjour des cristaux dans la colonne	139
4.5.3. Calcul des différents débits liquides	140
4.6. Cristalliseur piston à parois raclées	143
4.6.1. Description	143
4.6.2. Eléments pour le calcul	144
4.7. Cristalliseur à la cuvée (« discontinu ») homogène	144
4.7.1. Conception des cristalliseurs à la cuvée	144
4.7.2. Méthodes de cristallisation à la cuvée (présentation)	145
4.7.3. Ensemencement	147
4.7.4. Sursaturation maîtrisée	149
4.8. Densité de population d'une cuvée	151
4.8.1. Nucléation constante sans grossissement	151
4.8.2. Grossissement sans nucléation	151
4.8.3. Nucléation avec grossissement	152

4.9. Choix d'une cristallisation	152
4.9.1. Refroidissement ou vaporisation	152
4.9.2. Marche continue ou opération à la cuvée	153
4.9.3. Agitation et échange thermique.	154
4.9.4. Cristaux fragiles.	154
4.9.5. Bouillie très épaisse.	154
4.9.6. Etalement de la granulométrie	155
4.9.7. Pureté des cristaux	155
4.9.8. Cascade de cristalliseurs en série.	155
4.9.9. Particules dans la bouillie	156
4.9.10. Dimensions possibles pour les cristaux	156
4.10. Les paramètres d'exploitation	156
4.10.1. Ordre de grandeur des paramètres	156
4.10.2. Temps de séjour – Sursaturation	157
4.10.3. Teneur de la bouillie en cristaux	158
4.10.4. Calcul du transfert thermique	159
4.10.5. Agitation, attrition.	159
4.10.6. Incrustations	160
4.10.7. Contrôle de la cristallisation	160
4.10.8. Pollution des surfaces.	161
4.10.9. Précipitation par réaction chimique.	163
4.11. Définition d'un micropilote de cristallisation	164
4.11.1. Utilisation du pilote	164
4.11.2. Définition des tubes de l'échangeur pilote – Vitesse dans les tubes	165
4.11.3. Vitesse dans les tubes du pilote	166
4.11.4. Frottement sur la paroi des tubes	167
4.11.5. Comment éviter les bouchages dans le pilote.	168
4.11.6. Conclusion	169
4.12. Cristallisation à température élevée	169
4.12.1. Généralités	169
4.12.2. Méthode de Verneuil	170
4.12.3. Méthode de Czochralski	170
4.12.4. Méthode du gradient thermique.	170
4.12.5. Réalisation de films	171
4.12.6. Cristaux de l'ordre du millimètre	171
4.13. Calcul des cristallisoirs continus.	171
4.13.1. Refroidissement	171
4.13.2. Vaporisation du solvant	172
4.13.3. Détermination des paramètres du transfert thermique	173

Annexe A. Intégration numérique, méthode de Runge-Kutta d'ordre 4	175
Annexe B. Résolution des équations du troisième et du quatrième degré – Recherche de groupements adimensionnels	177
Annexe C. Définition et ouverture des toiles de tamis	181
Bibliographie	183
Index	189