

---

## Compte rendu des essais d'amélioration de la clarification des jus sucrés pour la mesure par polarimétrie

---

### 1. Rappel

Les conditions climatiques de la campagne betteravière 2018-19 (avec une sécheresse importante de juin à novembre soit environ 2/3 de la période de végétation de la betterave) et de la campagne 2019-20 dans une moindre mesure, ont entraîné la production de jus sucrés très denses (optiquement parlant) dans les centres de réception.

Ces jus ont posé des problèmes de mesure sur les polarimètres, avec des alarmes de type « défauts lumière » sur les polarimètres de la Société REI, et également sur les polarimètres de la société Schmidt & Haensch.

Dans une usine, des valeurs de richesse aberrantes - anormalement basses - ont été détectées sur un nombre important d'échantillons analysés, entraînant la mise en place d'actions correctives :

- mise en place d'un dispositif automatisé de détection des valeurs aberrantes,
- tentative d'amélioration de la préparation de l'échantillon destiné à la mesure polarimétrique avec la mise en place d'un double filtre.

Dans ces conditions, l'ARTB a mené des essais pour tester et comparer l'efficacité des différentes méthodes et produits de préparation d'échantillons de densité optique élevée et d'échantillons de betteraves malades, afin de réduire le nombre de « défauts lumière » et de réduire le nombre de valeurs aberrantes restituées par les polarimètres.

Les essais ont été réalisés dans le laboratoire ARTB de Laon équipé d'un polarimètre REI POLASER® SRN, du 15/10/2019 au 29/01/2020.

### 2. Résultats des essais préliminaires

#### Quantité de Sulfite

Le sulfite de sodium (formule moléculaire brute :  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , no CAS : 7757-83-7) est utilisé comme agent de blanchiment et également comme conservateur (jusqu'à 2 000 mg/ kg autorisés pour les abricot et figes séchées : règlement (CE) No 1333/2008, jusqu'à 400 mg/l pour les vins liquoreux : règlement (CE) No 606/2009).

Les essais réalisés par le SNFS ont conduit à une concentration de 7,6 g pour 50,0 l, soit 152 mg/l : c'est cette dose qui a été retenue pour les essais ARTB.

#### Quantité d'additif optimum

Des essais préliminaires ont été réalisés afin de déterminer si les quantités d'additifs introduits avaient une influence sur la vitesse de filtration, la transparence des jus et l'obtention de 50 ml de filtrat.

Les résultats optimums<sup>1</sup> ont été obtenus avec les doses suivantes :

**Célite** : 1 à 1,5 cuillère à café rase.

**Bentonite<sup>2</sup> et Montmorillonite** : 0,5 cuillère à café rase.

**Sulfate de fer** : difficultés à obtenir les 50 ml, quel que soit la dose.



Image 1 : Observation de la quantité de filtrat et de la vitesse de filtration.

### Influence des additifs seuls sur le zéro « eau » du polarimètre

L'objectif était de vérifier que les produits utilisés n'ont pas d'influence sur la mesure de la richesse saccharimétrique. Pour cela, l'influence sur le zéro du polarimètre a été vérifié.

Des mesures ont été effectuées en utilisant la chaîne de digestion, après :

- 1- rinçage à l'eau distillée du dispositif permettant d'éliminer les premiers millilitres de filtrat,
- 2- rinçage à l'eau distillée de chaque cône métallique et de chaque godet de la partie filtration avant chaque utilisation, puis essuyage avec du papier absorbant type « Sopalin ».

Les opérations au niveau de la balance proportionneuse étaient par ailleurs les mêmes que pour une mesure normale, c'est-à-dire une feuille de papier pesée est déposée dans le bécher au premier poste d'agitation (mais sans aucune râpure présente) : la dose de clarifiant étant délivré par la balance proportionneuse avec un poids de 40 grammes.

Le tableau ci-dessous donne les résultats de mesure au polarimètre en fin de chaîne de digestion, après l'opération de filtration.

référence	BENTONITE poudre			BENTONITE granulés			BENTONITE poudre			CELITE			MONTMORILLONITE			Sulfate de Fer			Sulfite					
	ABSOCLEY			ABSOCLEY			VWR			homeywell 512			ALDRICH			ALFA-AESAR			Sigma Aldrich					
nbr filtres	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3			
date	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3			
6/11/19	-0,01	-0,02	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,02	-0,01	0,00	-0,01	0,00	0,00
	0,00	-0,03	-0,07	0,01	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01	0,02	0,08	0,06	0,00	0,02	-0,01	0,00	0,01	0,00	-0,01	-0,02	-0,03	-0,01	-0,02	-0,01
	-0,09	-0,01	-0,01	0,00	0,06	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,01	-0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,01	-0,02	-0,06	-0,02	-0,02	-0,02
	-0,01	-0,03	-0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,05	-0,07	-0,09	-0,01	-0,01	-0,03
	0,00	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,02	-0,02	-0,07	-0,02	-0,02	-0,05
moy	-0,022			0,007			0,003			0,011			-0,003			0,001			-0,033			-0,017		
et	0,026			0,016			0,006			0,025			0,009			0,003			0,027			0,012		
IC95St	0,014			0,009			0,003			0,014			0,005			0,001			0,015			0,007		

Tableau 1 : Résultats des tests préliminaires d'additifs seuls sur le zéro « eau » du polarimètre

On peut constater un **écart au zéro non significatif pour la bentonite, célite ou montmorillonite**. On note un écart au zéro peu significatif concernant la référence et le sulfite.

Le sulfate de fer présente un écart légèrement plus important et une variabilité également plus importante.

<sup>1</sup> Il n'a pas été observé de différence sur ces paramètres qu'il y ait ou non présence de sulfite dans le clarifiant.

<sup>2</sup> Il est rappelé que la Bentonite est une argile, elle est beaucoup moins volatile que la Celite qui est une terre d'infusoire, et de ce fait elle présente moins de risque sanitaire

NB : de façon remarquable, on note un écart au zéro très faible : 0.022°S, mais significatif concernant la référence.

Un essai similaire a ensuite été reproduit avec un clarifiant contenant déjà du sulfite à raison de 0.152 grammes par litre.

référence	BENTONITE poudre			BENTONITE granulés			BENTONITE poudre			CELITE			MONTMORILLONITE			Sulfate de Fer					
	ABSOCLAY			ABSOCLAY			VWR			512			ALDRICH			ALFA-AESAR					
nbr filtres	1			1			1			1			1			1					
date	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
13/11/19	-0,01	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,02	-0,05	-0,03
	0,00	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,01	0,00	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,03	-0,03	-0,07
	-0,01	-0,02	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,01	0,00	-0,01	0,00	0,00	0,00	-0,01	0,00	0,00	-0,01	-0,05	-0,06
	-0,01	-0,03	-0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,03	-0,03	-0,05
	-0,01	-0,03	-0,06	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	-0,06	-0,06	-0,06

moy	-0,016	moy	0,000	moy	0,000	moy	-0,003	moy	0,000	moy	-0,001	moy	-0,043
et	0,015	et	0,000	et	0,000	et	0,005	et	0,000	et	0,003	et	0,018
IC95St	0,008	IC95St	-	IC95St	-	IC95St	0,003	IC95St	-	IC95St	0,001	IC95St	0,010

Tableau 2 : Sulfate d'aluminium + papier filtre + Sulfite Sigma Aldrich

Dans cette configuration, on peut constater un **écart au zéro non significatif pour la bentonite, célite ou montmorillonite.**

Le sulfate de fer présente un écart un peu plus important, et surtout une variabilité des résultats plus importante.

NB : de façon remarquable, on note également un écart au zéro très faible : 0.016°S, mais significatif concernant la référence.

Il conviendrait de pousser les investigations sur ce point pour plus de précisions de la mesure par polarimétrie, et notamment de définir un test de réception des papiers pesés basés sur la non-influence de la mesure de richesse.

### 3. Résultats des essais principaux

Il est rappelé que les essais principaux ont été réalisés à partir d'échantillons de râpure de betteraves malades dont les jus de digestions sont optiquement troubles, et à partir d'échantillons de râpure de betteraves ayant subi un stress hydrique et dont les jus de digestions sont optiquement denses.

Une quantité suffisante de râpure a été préparée pour, sur un même échantillon, réaliser une mesure suivant chacune des modalités prévues.

### 3.1 Evolution du nombre de défauts lumière avec les betteraves malades (jus troubles)

Les essais ont été réalisés avec des échantillons de betteraves malades (9 à 15°S en moyenne) afin d'obtenir un maximum de « défauts lumière », et donc un contraste maximum entre les différentes modalités.

Les tableaux qui suivent donnent les pourcentages de « défauts lumières » obtenus entre les différentes modalités d'additifs ajoutés dans le clarifiant au premier poste de la chaîne Gallois.

Pour la partie haute, le clarifiant utilisé a été le clarifiant réglementaire : solution titrant 4,6 grammes de sulfate d'aluminium

octodécahydraté -  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$  - n° CAS 7784-31-8 - dissous dans 1000 centimètres cubes d'eau déminéralisée.

Pour la partie basse le clarifiant utilisé a été le clarifiant réglementaire additionné de sulfite à raison de 0.152 grammes par litre, sauf pour la référence qui utilisait le clarifiant réglementaire.

*NB : Pour pouvoir effectuer les mesures comparatives, 2 balances proportionneuses ont été utilisées, l'une avec le clarifiant réglementaire et l'autre avec le clarifiant réglementaire additionné de Sulfite.*

Référence		<b>91%</b>
BENTONITE poudre	ABSOCCLAY	<b>9%</b>
BENTONITE granulés	ABSOCCLAY	<b>10%</b>
BENTONITE poudre	VWR	<b>11%</b>
CELITE	homeywell 5	<b>43%</b>
Sulfate de Fer	ALFA AESAR	<b>71%</b>
MONTMORILLONITE	ALDRICH	<b>82%</b>
Sulfite	Sigma Aldrich	<b>82%</b>
congélation	-18°C/ 24h ml	<b>91%</b>

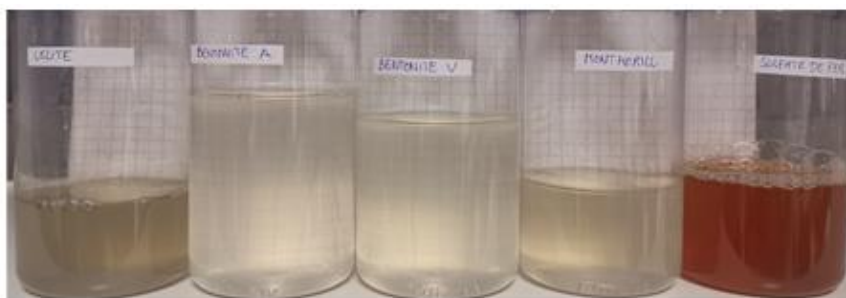


Tableau 3, image 2 : Taux de « défauts lumière » des jus troubles (betterave malade) : sulfate d'aluminium seul

Référence		<b>100%</b>
BENTONITE poudre	ABSOCCLAY	<b>13%</b>
BENTONITE poudre	VWR	<b>17%</b>
CELITE	homeywell 5	<b>46%</b>
MONTMORILLONITE	ALDRICH	<b>56%</b>
Sulfate de Fer	ALFA AESAR	<b>91%</b>

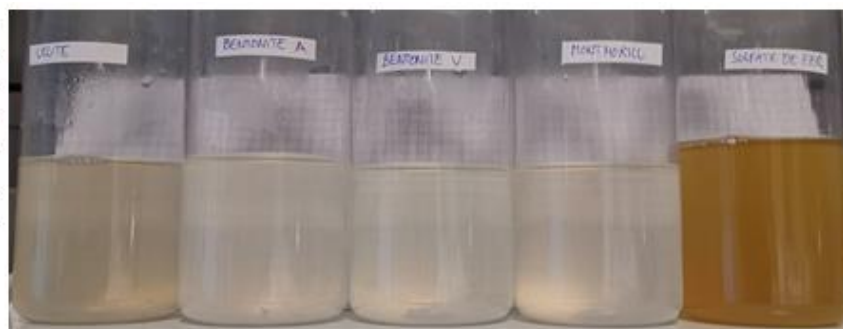


Tableau 4, image 3 : Taux de « défauts lumière » des jus troubles (betterave malade) : sulfate d'aluminium + sulfite Sigma Aldrich

Les résultats démontrent que le nombre de « défauts lumière » chute de façon très importante avec les produits de type bentonite (fournisseur CMMP ou fournisseur

VWR). Ce produit permet en effet de faire baisser le pourcentage de « défauts lumières » d'un facteur 2.5 à 4 par rapport à la célite : seul

Mars 2020

produit utilisé jusqu'à présent en centre de réception des sucreries distilleries.

Avec la râpuration provenant de betteraves malades qui produisent des jus troubles, l'ajout de sulfite ne permet qu'une amélioration très faible du % de « défauts lumière ».

Les photos des flacons des produits correspondant aux modalités illustrent ces résultats. Le filtrat le plus translucide apparaît avec l'ajout de bentonite.

### 3.2 Evolution du nombre de défauts lumière avec les betteraves ayant subi un stress hydrique

Les essais ont été réalisés avec des échantillons de betteraves ayant subi un stress hydrique (jus optiquement sombres).

Le nombre d'échantillons a été limité dans la mesure où le phénomène a été beaucoup moins présent en 2019-20, et seulement en tout début de campagne. De ce fait, les modalités concernant les additifs ont été réduites à la bentonite qui est rapidement ressortie comme la plus efficace, et le sulfite testé par les fabricants de sucre lors de la campagne 2018-19.

*NB : Pour pouvoir effectuer les mesures comparatives, 2 balances proportionneuses ont été utilisées, l'une avec le clarifiant réglementaire et l'autre avec le clarifiant réglementaire additionné de sulfite.*

Le tableau qui suit donne les pourcentages de « défauts lumières » obtenus selon les différentes modalités d'additifs qui ont été ajoutés dans le clarifiant.

référence		83%
BENTONITE poudre	Verbiese	0%
BENTONITE poudre + Bisulfite	Verbiese + Sigma Aldrich	0%
Sulfite	Sigma Aldrich	42%



Jus sombre de référence    Jus sombre + Bisulfite    Jus sombre + Bentonite

Tableau 5, image 4 : Taux de « défauts lumière » des jus sombres (betterave malade) : comparaison bentonite/ sulfite

Avec les produits de type bentonite, les résultats sont spectaculaires, il n'y a plus aucun « défaut lumière » constaté.

L'ajout de Sulfite permet également une amélioration : soit un taux de « défaut

lumière » divisé par 2 par rapport à la situation de référence.

Les photos des flacons des produits correspondant aux modalités illustrent ces résultats. Le filtrat le plus clair et translucide apparaît avec l'ajout de bentonite.

### 3.3 Vérification sur betteraves saines

Le tableau suivant récapitule les écarts par rapport à la référence des différentes techniques utilisées en réception (congélation à une température inférieure à 18°C, ajout de Celite, mise en place de 2 filtres), et des

nouveaux produits de clarification (bentonite et sulfite) testés en 2019-20 sur la mesure de richesse de betteraves saines dont la richesse était d'environ 18 °S en moyenne.

Écarts à la référence	CONGELATION -20°C	CELITE	2 FILTRES	BENTONITE	SULFITE
<b>Moyenne</b>	<b>0,04</b>	<b>0,00</b>	<b>-0,01</b>	<b>0,03</b>	<b>0,03</b>
Valeur min	-0,21	-0,21	-0,06	-0,11	-0,14
Valeur max	0,22	0,12	0,05	0,18	0,12
Ecart type	0,11	0,08	0,03	0,08	0,07
Nombre	30	30	30	30	30
<b>Intervalle de confiance [95% Student]</b>	<b>0,04</b>	<b>0,03</b>	<b>0,01</b>	<b>0,03</b>	<b>0,03</b>

Tableau 6 – Tableau récapitulatif des résultats de tests

A noter que les écarts par rapport à la référence sont très faibles et ne sont pas statistiquement significatifs.

## 4. Conclusion

Les travaux concernant la clarification des jus sucrés pour la mesure par polarimétrie réalisés par l'ARTB ont montré des possibilités d'**améliorations importantes de la qualité optique des jus de betteraves optiquement denses** provenant de betteraves ayant subi un stress hydrique (ce qui est amené à se reproduire de plus en plus fréquemment avec le changement du climat), et également d'**amélioration très importantes des jus troubles** provenant de **betteraves malades** (ce qui est plus fréquent en fin de campagne betteravière).

Des **améliorations très importantes et supérieures à toutes les solutions connues jusqu'alors**, traduite par la baisse importante, voire la suppression des « défaut lumière » qui empêchent une mesure correcte, ont été obtenues avec les **produits de type bentonite**.

D'autre part, les essais ont également mis en évidence que le papier-pesée pouvait avoir une influence sur le résultat de la mesure de richesse. Il convient donc de définir un test de réception du papier pesée, test basé sur la non-influence sur la mesure de richesse.