

## **Etat des lieux de la polarisation proche infrarouge sur les différents produits de l'industrie sucrière réunionnaise**

S. Hoareau, W. Hoareau, A. Petit et L. Corcodel

*CERF – Département Process Sucrier, BP 315- 97494 Sainte-Clotilde Cedex  
Ile de La Réunion, France (cerf@cerf.re)*

### **RESUME**

La polarimétrie est une technique utilisée dans le monde entier. Elle permet de déterminer rapidement le taux de saccharose. Cette méthode nécessite traditionnellement une suppression de la turbidité de l'échantillon par clarification à l'acétate de plomb et une mesure à une longueur d'onde dans le visible à 589,44 nm.

Suite à des pressions environnementales sur la dangerosité du plomb, des méthodes alternatives ont été développées à travers le monde depuis quelques années.

Certaines de ces méthodes utilisent toujours des clarifiants chimiques comme le chlorure d'aluminium avec une lecture polarimétrique dans le visible. D'autres font appel à des techniques physiques de filtration avec un adjuvant et une lecture polarimétrique dans le proche Infra Rouge (NIR) à 882,6 nm.

Contrairement aux méthodes chimiques, la filtration avec un adjuvant est une méthode physique non polluante et moins dangereuse pour la santé.

La méthode de polarisation au proche Infra Rouge (NIR) est utilisée à La Réunion depuis 2004.

Les résultats des recherches réunionnaises présentées dans ce document comparent le pol au plomb ( $Pol_{Pb}$ ) au pol sans plomb ( $Pol_{NIR}$ ) sur des produits du process sucrier tels que : jus, bagasse, écume et mélasse issus des sucreries du Gol et de Bois-Rouge.

Les résultats mettent en évidence des différences entre les deux méthodes. Les écarts les plus importants sont observés sur les produits de faible pureté comme la mélasse.

**Mots clés** : polarisation proche Infra Rouge, polarisation sans plomb, adjuvant de filtration.

### **INTRODUCTION**

Malgré sa dangerosité pour la santé et l'environnement, l'acétate de plomb est très utilisé en industrie sucrière.

Depuis la fin des années quatre-vingts, des travaux ont été entrepris pour développer d'autres méthodes de polarisation qui permettraient la suppression de ce produit chimique toxique.

Cinq méthodes ont été étudiées : la polarimétrie laser à néon d'hélium, la polarimétrie Infra Rouge, la polarimétrie à haute résolution angulaire, la technique de réflectance et la technique chimique au chlorure d'aluminium et d'oxyde de calcium.

La technique de polarimétrie au proche Infra Rouge est considérée comme la plus prometteuse sur le sucre brut.

Altenburg et Chou (1991) ont décrit une nouvelle méthode de clarification avec une filtration par gravité. Ils utilisent un filtre Whatman 91 et un adjuvant de type Celite de Manville. Leurs résultats indiquaient que le  $Pol_{NIR}$  du sucre était légèrement supérieur au  $Pol_{Pb}$  (+0,005°S).

Paton et al. (1993) ont réalisé une première comparaison entre le  $Pol_{Pb}$  et le  $Pol_{NIR}$  en utilisant comme adjuvant de filtration de la Cérite 505. Ils ont constaté que le  $Pol_{NIR}$  du sucre

brut était inférieur au  $Pol_{Plomb}$  avec des différences de 0,03 à 0,13°Z. Malgré cet écart, la méthode de polarisation NIR sur le sucre a été acceptée par ICUMSA (Player et al, 2000).

De 1993 à 1997, des essais de comparaison des deux méthodes de polarisation (au plomb et au NIR) ont été réalisées par King et Scroope (1998) sur des jus. Ils utilisaient comme adjuvant de la Celite 577. Leurs résultats montraient que le  $Pol_{NIR}$  était inférieur au  $Pol_{Plomb}$  avec des différences de 0,00 à 0,23 g%g.

Une étude sud africaine a été menée sur du jus mélangé par Van Staden et Mdalalose (2000). Ils utilisaient de la Celite 577 et ont trouvé que le  $Pol_{NIR}$  est également plus bas que le  $Pol_{Plomb}$  avec une différence moyenne de 0,01%.

Les résultats des recherches de Snoad et Thomas (2007) sur du jus montrent que le  $Pol_{NIR}$  avec de la Celite 577 est inférieur au  $Pol_{Plomb}$  avec des différences de 0,223 g%g en 2005 et 0,191 g%g en 2006.

De nombreuses recherches ont été entreprises pour mesurer le  $Pol_{NIR}$  dans le jus de canne mais peu de références (Sens, 2002) sont disponibles pour d'autres produits du process sucrier.

L'objectif de cette étude est de comparer la technique conventionnelle au plomb à la méthode NIR dans le but de valider une procédure de mesure de polarisation fiable, non polluante et adaptée à tous les produits de la fabrication du sucre de canne.

Les valeurs réelles du saccharose (chromatographique) sont présentées dans ce document et sont comparées aux deux méthodes de polarisation : au plomb et au NIR.

## **1 MATERIEL ET METHODES**

### **1.1. Echantillons**

Des expérimentations ont été menées par le Cerf et les laboratoires des usines sur des produits des usines du Gol (extraction par pression) et de Bois-Rouge (extraction par diffusion).

Des échantillons hebdomadaires de jus mélangé et de mélasse ont été analysés durant les campagnes 2001, 2002 et 2006.

Des échantillons ponctuels d'écumes et de bagasses ont été analysés pendant la campagne 2007.

Lors de la campagne 2006, divers tests ont également été menés sur des échantillons de jus de presse issus des différentes stations de livraison ainsi que sur des échantillons de sirop, d'égout et de masse cuite.

### **1.2. Détermination de la polarisation**

#### **1.2.1. Méthode de polarisation au plomb**

Les polarisations des jus et des mélasses ont été réalisées selon le Tableau 1 extrait des méthodes du livret de l'ARTAS : Association Réunionnaise pour le développement de la Technologie Agricole et Sucrière (1992).

**Tableau 1 : Clarification à l'acétate de plomb des produits sucriers**

<b>Produits</b>	<b>Dilution (poids/poids)</b>	<b>Dose d'acétate (g/250mL)</b>
<i>Jus de presse</i>	aucune	2,5
<i>Jus mélangé</i>	aucune	2,5
<i>Jus filtré</i>	aucune	2,5
<i>Sirop</i>	1/6	2,5
<i>Egout A</i>	1/6	5,0
<i>Masse cuite C</i>	390g de 1/6 dans 500mL soit 13/100 (p/V)	10,0
<i>Mélasse</i>	390g de 1/6 dans 500mL soit 13/100 (p/V)	13,0

La méthode ICUMSA (GS5/7-1, 1994) a été appliquée pour mesurer la polarisation et le Brix dans la bagasse.

Toutes les solutions ont été filtrées sur des filtres Fioroni référencés 1591 et équivalents au Whatman 91.

L'analyse du brix réfractométrique a été réalisée en filtrant 150 mL d'échantillon avec 2 grammes de terre siliceuse purifiée et calcinée (kieselguhr).

### **1.2.2. Méthode de polarisation au NIR**

Cinq adjuvants de filtration ont été testés : une Celite Hyflo Supercel, une Celite 545, une Celite 512, une terre de diatomée calcinée de marque Clarcel CBL et une terre de diatomée grise de la société REI.

Les filtres utilisés étaient de marque Fioroni référencés 1591. Deux méthodes de filtration ont été testées : par gravité avec un entonnoir et par pression sur le système de filtration « Autofilt » de Schmidt-Haensch. Cet appareil est équipé d'un compresseur Jun Air délivrant une pression de 5 bars.

Lors de l'utilisation de l'Autofilt, il est nécessaire de préparer 3 béchers de 200mL d'échantillons. L'adjuvant de filtration doit être pesé à part selon le Tableau 2 et mélangé par la suite à l'échantillon.

Chaque préparation est filtrée. Les premiers 200 mL de filtrat servent à rincer l'appareil. Les deux autres sont mesurés.

Le même filtrat est utilisé pour déterminer la polarisation et le brix.

### **1.2.3. Equipements**

Pour la mesure au plomb, le polartronic NIR W2 de Schmidt-Haensch est utilisé à 589,44 nm avec un tube de 100 ou de 200 mm. A cette longueur d'onde, la précision du polarimètre est de  $\pm 0,02^\circ Z$ .

Pour la mesure au proche Infra Rouge, le polartronic NIR W2 de Schmidt-Haensch est utilisé à 882,6 nm avec un tube de 100 ou de 200 mm. A cette longueur d'onde la précision est de  $\pm 0,03^\circ Z$ .

Le Brix est déterminé sur un DUR SW de Schmidt-Haensch ayant une précision de 0,01%.

Avant chaque lecture, le filtrat est laissé 20 minutes dans un bain thermostaté à 20°C.

### 1.3. Analyse du saccharose par chromatographie

#### 1.3.1. Analyses par Chromatographie Liquide à Haute Performance avec détecteur réfractométrique (HPLC)

Les analyses de saccharose réalisées sur tous les produits, exceptés la bagasse et l'écume, ont été mesurées par HPLC selon la méthode ICUMSA GS7/4/8-23 (2002).

La chaîne HPLC de marque Waters est configurée de la manière suivante :

- module de séparation Alliance 2690,
- colonne Sugar Pak 1,
- détecteur réfractométrique W2410,
- éluant : calcium titriplex dihydraté à 0,0001 mol/L,
- débit pompe : 0,5 mL/min,
- température four : 60°C,
- dilution : au 10<sup>ème</sup> pour les jus et 100<sup>ème</sup> pour les mélasses,
- volume d'injection : 20 µL pour mélasse et 60 µL pour les jus.

La répétabilité du saccharose est de 0,03 g%g pour les jus et de 0,05 g%g pour les mélasses.

#### 1.3.2. Analyses par Chromatographie à Haute Performance à Echange Anionique avec Détecteur Ampérométrique Pulsé (HPAEC –PAD)

Les analyses de saccharose dans les bagasses et les écumes ont été réalisées sur une HPAEC Dionex ICS-3000 et selon la méthode ICUMSA GS7/8/4-24 (1998). La configuration de l'HPAEC est la suivante :

- colonne CarboPac PA1,
- détecteur PAD,
- éluant : hydroxyde de sodium à 150 mMol,
- débit pompe : 1 mL/min,
- température four : 30°C,
- dilution : au 1000<sup>ème</sup>,
- volume d'injection : 25 µL.

Les répétabilités du saccharose dans la bagasse et les écumes n'ont pas encore été réalisées.

### 1.4. Traitement statistique

Le traitement statistique des résultats a été fait par un test de Student d'après le logiciel Statbox Pro 6,5.

Par le calcul d'une p-valeur dont le seuil a été fixé à 5%, ce test permet de voir s'il y a une différence significative entre les deux méthodes de polarisation.

- dans le cas où la p-valeur est inférieure à 5%, la différence est significative,
- dans le cas où la p-valeur est supérieure à 5%, la différence n'est pas significative.

## 2 RESULTATS ET DISCUSSION

La technique de polarisation au NIR est basée sur une méthode physique de filtration qui permet d'éliminer les particules en suspension de l'échantillon. Un filtre et un adjuvant adaptés doivent être utilisés pour l'obtention d'une mesure de polarisation fiable.

### 2.1. Adjuvants de filtration

Différents types d'adjuvants ont été testés sur les jus et les mélasses.

Pour les jus, de nombreux adjuvants permettent d'obtenir une lecture fiable au polarimètre. Nous avons choisi de travailler sur la terre de diatomée calcinée Clarcel CBL.

Il est plus difficile d'avoir une lecture polarimétrique fiable pour les mélasses. Nos essais ont montré que la valeur de polarisation était stable uniquement avec de la terre de diatomée grise.

### 2.2. Mode de filtration : sous pression ou gravité

Dans un premier temps, une simple filtration par gravité a été appliquée à chaque échantillon. Le temps de la filtration était acceptable pour l'écume et la bagasse et beaucoup trop long pour les autres produits.

Pour obtenir une filtration rapide, nous utilisons le système sous pression (Autofilt) de Schmidt-Haensch.

### 2.3. Méthode de polarisation NIR sur les produits de fabrication du sucre de canne.

Depuis 1990, de nombreux essais ont été menés au laboratoire du Cerf pour définir les protocoles analytiques des produits du process sucrier. La synthèse des résultats est présentée dans le tableau 2.

**Tableau 2 : Protocoles analytiques des échantillons du process sucrier pour la polarisation NIR**

Produit		Filtration	Adjuvant		Polarimètre
Type	Dilution (m/m)		Type	Quantité	Longueur du tube (mm)
Jus de presse	Pas de dilution	Pression	Clarcel CBL	8g / 200mL	200
Jus mélangé	Pas de dilution	Pression	Clarcel CBL	15g / 200mL	200
Sirop	1/6	Pression	Clarcel CBL	10g / 200mL	200
Masse Cuite A	1/6	Pression	Clarcel CBL	15g / 200mL	200
Masse Cuite B	1/6	Pression	Terre grise de diatomée	15g / 200mL	100
Egout A	1/6	Pression	Terre grise de diatomée	15g / 200mL	200
Egout B	1/12	Pression	Terre grise de diatomée	15g / 200mL	100
Mélasse	1/12	Pression	Terre grise de diatomée	20g / 200mL	100
Bagasse	250g+2500g eau	Gravité	Clarcel CBL	5g / 200mL	200
Ecume	72g+500mL eau	Gravité	Clarcel CBL	5g / 200mL	200

Les différents résultats obtenus avec la méthode NIR ont une très bonne répétabilité (0,04).

Le saccharose, n'est pas la seule molécule chimique ayant la propriété de dévier le plan de la lumière polarisée. D'autres molécules participent à la mesure de la polarisation. Certaines sont lévogyres (fructose,...) et d'autres sont dextrogyres (glucose, dextranes,...). Elles sont

diversement affectées par la présence du plomb (Gaskin et Mesley 1958) alors que dans le produit simplement filtré avec un adjuvant, elles sont toutes intégralement présentes dans le filtrat.

Il est donc probable que les résultats de polarisation puissent être différents entre ces deux procédures.

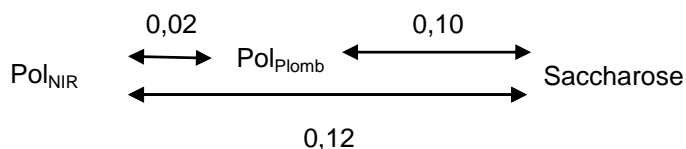
## 2.4. Comparaison entre le $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$ et le $\text{Pol}_{\text{NIR}}$ dans les jus

### 2.4.1. Les jus de presse

Les analyses ont été réalisées en campagne 2006 sur 58 échantillons issus des différentes stations de réceptions.

Les résultats obtenus ont montrés que le  $\text{Pol}_{\text{NIR}}$  était légèrement inférieur à celui du  $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$  avec une différence moyenne de 0,02g%g.

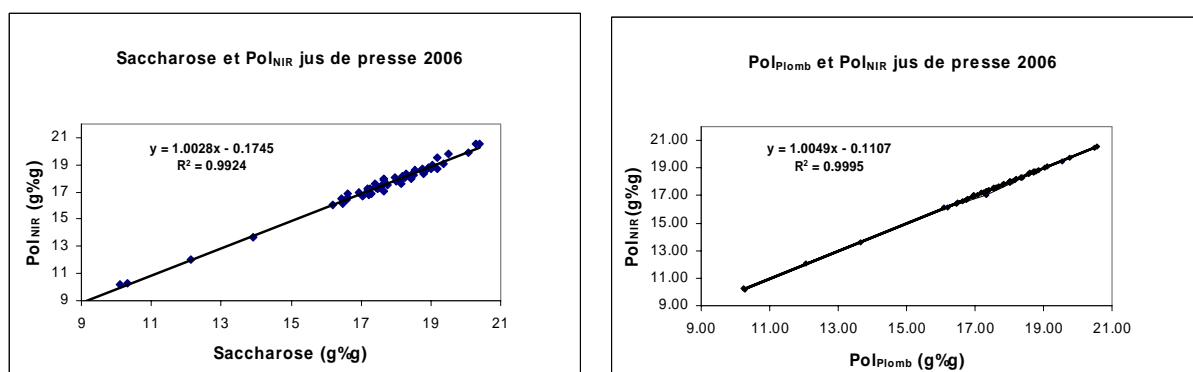
Le saccharose quant à lui était supérieur au plomb de 0,10 g%g (Figure 1).



**Figure 1 : Différences entre  $\text{Pol}_{\text{NIR}}$ ,  $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$  et saccharose dans les jus de presse en g%g**

Le résultat du traitement statistique par le test de Student donne une p-valeur de 0,14. De ce fait il n'y a pas de différence significative entre les deux méthodes de polarisation.

Néanmoins, il existe une excellente corrélation entre les valeurs de polarisation au plomb et les polarisations NIR ( $R^2=0,9995$ ,  $\text{Pol}_{\text{NIR}} = 1,0049 \times \text{Pol}_{\text{Plomb}} - 0,1107$ ) (Figure 2).



**Figure 2 :  $\text{Pol}_{\text{NIR}}$ ,  $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$  et saccharose dans les jus de presse en 2006**

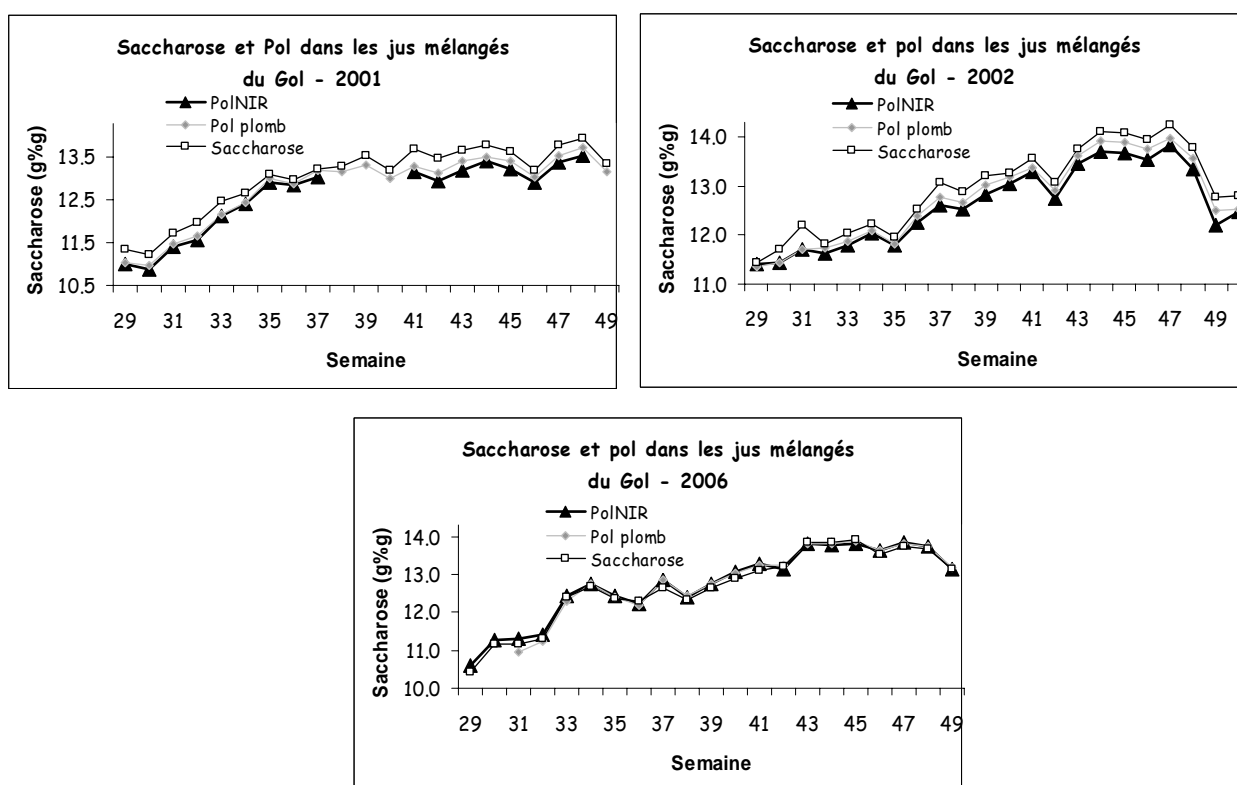
### 2.4.2. Les jus mélangés

Lors des campagnes 2001, 2002 et 2006, 57 échantillons de jus mélangés hebdomadaires du Gol ont été analysés (Figure 3).

Le Pol<sub>NIR</sub>, le Pol<sub>plomb</sub> et le saccharose ont les mêmes tendances que pour les jus de presse, avec un écart un peu plus important (Tableau 3). Nous pouvons voir que les résultats sont identiques pour les campagnes 2001 et 2002 et différents en 2006 année de grosse sécheresse,

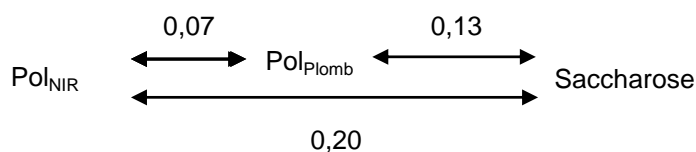
**Tableau 3 : Différences entre le Pol<sub>NIR</sub>, Pol<sub>plomb</sub> et saccharose à l'usine du Gol**

	Pol <sub>NIR</sub> - Pol <sub>plomb</sub>		Saccharose - Pol <sub>NIR</sub>		Saccharose - Pol <sub>plomb</sub>	
	Moyenne	Ecart-Type	Moyenne	Ecart-Type	Moyenne	Ecart-Type
<b>2001</b>	-0,12	0,06	0,35	0,11	0,23	0,09
<b>2002</b>	-0,12	0,08	0,32	0,12	0,20	0,09
<b>2006</b>	0,03	0,09	-0,06	0,10	-0,03	0,11
<b>TOTAL</b>	-0,07	0,10	0,20	0,22	0,14	0,09



**Figure 3 : Saccharose et pol dans les jus mélangés hebdomadaires du Gol**

Tous ces résultats peuvent être récapitulés sur la figure 4.



**Figure 4 : Différences entre Pol<sub>NIR</sub>, Pol<sub>plomb</sub> et saccharose g/g**

Le résultat du traitement statistique par le test de Student montre une différence significative entre les deux méthodes de polarisation sur le jus mélangé du Gol ( $p$ -valeur = 0,00). Cependant, les deux méthodes de polarisation donnent des résultats proches.

### 2.5. Comparaison entre le Pol<sub>Plomb</sub> et le Pol<sub>NIR</sub> dans les mélasses

La mélasse est un co-produit de la fabrication du sucre chargé d'impuretés. L'effet de l'acétate de plomb sur les réducteurs entraîne une imprécision sur la mesure de sa polarisation.

Le Pol<sub>NIR</sub> des mélasses a une répétabilité de 0,04.

Lors des campagnes 2001 et 2002, 86 échantillons hebdomadaires de mélasses provenant des usines du Gol et de Bois-Rouge ont été analysés.

Comme le montre la Figure 5, les trois méthodes donnent des valeurs différentes. Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux 4 et 5.

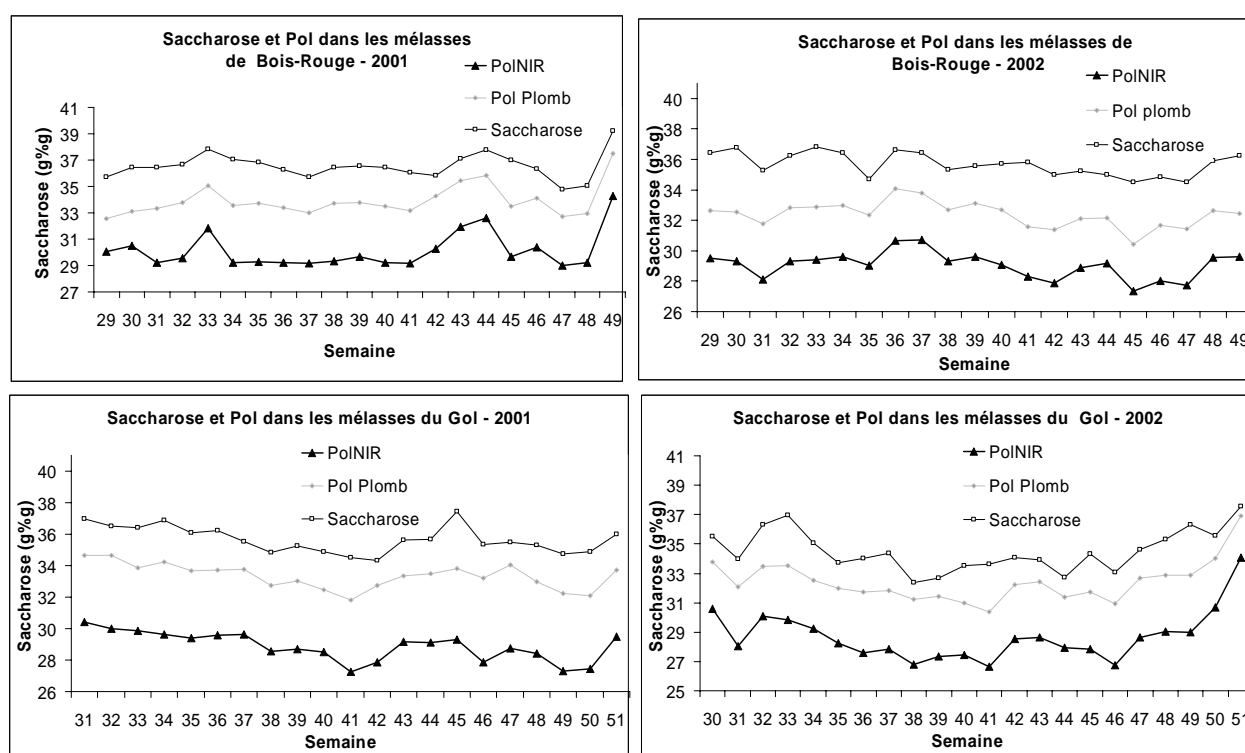


Figure 5 : Saccharose et pol des mélasses hebdomadaires du Gol et de Bois-Rouge en 2001 et 2002.

Tableau 4 : Comparaison Pol<sub>NIR</sub>, Pol<sub>Plomb</sub> et saccharose dans les mélasses de l'usine de Bois Rouge

Bois Rouge	Pol NIR – Pol plomb		Saccharose – Pol NIR		Saccharose – Pol plomb	
	Moyenne	Ecart-Type	Moyenne	Ecart-Type	Moyenne	Ecart-Type
2001	-3,70	0,61	6,39	0,86	2,68	0,61
2002	-3,32	0,24	6,63	0,59	3,31	0,59
<b>TOTAL</b>	<b>-3,51</b>	<b>0,42</b>	<b>6,51</b>	<b>0,72</b>	<b>2,99</b>	<b>0,60</b>

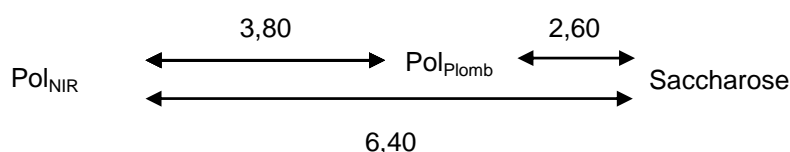


**Tableau 5 : Comparaison Pol<sub>NIR</sub>, Pol<sub>Plomb</sub> et saccharose dans les mélasses de l'usine du Gol**

Le Gol	Pol NIR – Pol plomb		Saccharose – Pol NIR		Saccharose – Pol plomb	
	Moyenne	Ecart-Type	Moyenne	Ecart-Type	Moyenne	Ecart-Type
2001	-4,46	0,39	6,79	0,53	2,32	0,47
2002	-3,73	0,38	5,85	0,88	2,12	0,75
TOTAL	<b>-4,10</b>	<b>0,38</b>	<b>6,32</b>	<b>0,70</b>	<b>2,22</b>	<b>0,61</b>

Les résultats moyens des deux usines sont synthétisés sur la Figure 6.

La différence entre le saccharose et le Pol<sub>NIR</sub> est supérieure à la différence entre le saccharose et le Pol<sub>Plomb</sub>.



**Figure 6 : Comparaison entre le Pol<sub>NIR</sub>, le Pol<sub>Plomb</sub> et le saccharose dans les mélasses de Bois-Rouge et du Gol en g%g**

L'acétate de plomb interagit avec les sucres réducteurs comme le fructose. L'incidence n'est pas significative lorsque la concentration en saccharose de l'échantillon est largement supérieure à celle du fructose. C'est le cas des jus par exemple.

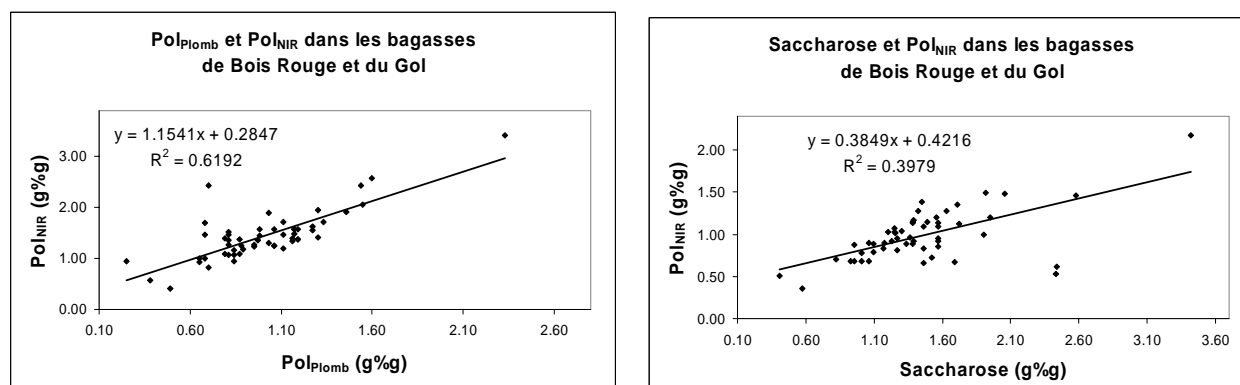
Dans la méthode NIR, la totalité du fructose va polariser négativement. La teneur en fructose des mélasses étant en moyenne 4 fois plus importante que celle des jus, on constate une valeur de polarisation NIR nettement inférieure à celle au plomb (Figure 6).

Aucune des deux méthodes de polarisation ne donne une valeur représentant réellement le taux de saccharose. Si le Pol<sub>NIR</sub> apparaît encore plus éloigné (6,4 points d'écart), le Pol<sub>Plomb</sub> est déjà assez éloigné de la réalité et ne devrait avoir pour les utilisateurs qu'un intérêt relatif (suivi de routine du process).

Le test de Student réalisé sur les mélasses donne une p-valeur de 0,00. Il y a une différence significative entre les deux méthodes de polarisation.

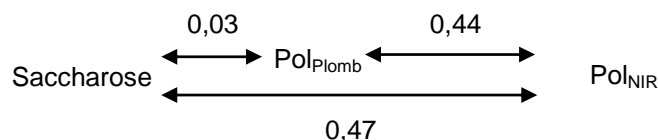
## 2.6. Comparaison entre le Pol<sub>Plomb</sub> et le Pol<sub>NIR</sub> dans la bagasse

Durant la campagne 2007, des analyses de saccharose et de polarisation ont été réalisées sur 53 échantillons ponctuels de bagasses issus des usines de Bois-Rouge et du Gol (Figure 7).



**Figure 7 : Pol<sub>Plomb</sub>, Pol<sub>NIR</sub> et saccharose dans la bagasse**

Les résultats sont synthétisés sur la figure 8 et montrent un très faible écart entre le  $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$  et le saccharose. Il ne semble pas y avoir d'effet du plomb sur les molécules polarisantes. C'est peut être lié à un effet de dilution important de la solution analysée. Ceci est confirmé par le ratio fructose sur saccharose qui est de 0,02 pour la bagasse et de 0,14 pour la mélasse. De ce fait, l'interaction du plomb sur la valeur de polarisation n'est pas visible. Cependant, cet effet de dilution entraîne une valeur de  $\text{pol}_{\text{NIR}}$  sensiblement supérieure au saccharose (+0,47g%g). Des molécules polarisantes non identifiées semblent présentes..

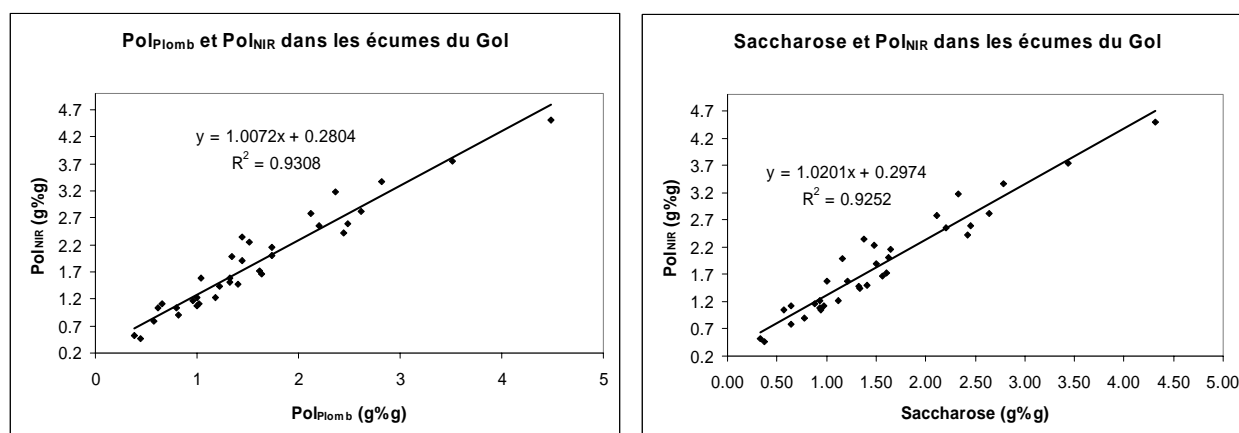


**Figure 8 : Comparaisons entre  $\text{Pol}_{\text{NIR}}$ ,  $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$  et saccharose dans la bagasse en g%g**

Le test de Student réalisé sur la bagasse montre une p-valeur de 0,00 Il y a une différence significative entre les deux méthodes de polarisation.

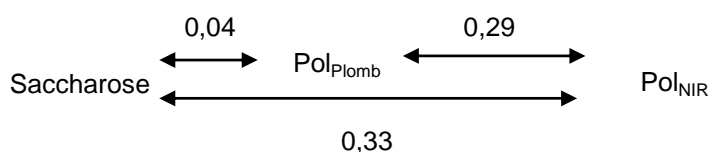
### 2.7. Comparaison entre le $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$ et le $\text{Pol}_{\text{NIR}}$ dans les écumes

Des échantillons ponctuels d'écumes ont été analysés lors de la campagne 2007 (Figure 9).



**Figure 9 :  $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$ ,  $\text{Pol}_{\text{NIR}}$  et saccharose dans les écumes du Gol**

Les résultats ont la même tendance que ceux trouvés pour la bagasse : le  $\text{Pol}_{\text{NIR}}$  supérieur au  $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$  (Figure 10).



**Figure 10 : Comparaisons entre  $\text{Pol}_{\text{NIR}}$ ,  $\text{Pol}_{\text{Plomb}}$  et saccharose dans les écumes en g%g**

Comme observé pour la bagasse, l'écart entre le Pol<sub>NIR</sub> et le Pol<sub>Plomb</sub> est très important. Par contre, les valeurs du Pol<sub>Plomb</sub> sont proches de celles du saccharose.

De même que pour la bagasse, le ratio fructose / saccharose est toujours plus faible que celui de la mélasse (0,03). La dilution importante des constituants entraîne une valeur de pol<sub>NIR</sub> sensiblement supérieure au saccharose (+0,29g%g). Des analyses complémentaires devront être menées afin de confirmer cette tendance et d'identifier ces molécules polarisantes.

Le test de Student montre une p-valeur de 0,00. Il y a une différence significative entre les deux méthodes de polarisation.

Les corrélations sont bonnes entre le Pol<sub>Plomb</sub> et le Pol<sub>NIR</sub> ( $r^2 = 0,935$ ) et entre le Pol<sub>NIR</sub> et le Saccharose ( $r^2 = 0,9$ ) (Figure 9).

### 2.8. Comparaison entre le Pol<sub>Plomb</sub> et le Pol<sub>NIR</sub> dans les autres produits d'usine

La méthode de polarisation NIR peut être appliquée aux autres produits du process sucrier. Les différences entre les deux méthodes obtenues sur plusieurs produits d'usine sont résumées dans le Tableau 6.

Le nombre d'échantillon de sirop, de jus filtrés et d'égout A analysé avec les deux méthodes est faible. Il sera complété par d'autres essais programmés pour la campagne 2008.

**Tableau 6 : Moyenne et écart-type de la différence entre le Pol<sub>NIR</sub> et Pol<sub>Plomb</sub>**

<i>Différences entre Pol<sub>NIR</sub> – Pol<sub>Plomb</sub></i>			
<i>Produits</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-Type</i>	<i>Nombre d'échantillon</i>
<i>Jus de presse</i>	-0,02	0,04	58
<i>Jus mélangé</i>	-0,07	0,10	57
<i>Jus filtré*</i>	0,15	0,35	12
<i>Sirop*</i>	0,39	0,51	10
<i>Egout A*</i>	-0,19	0,18	6
<i>Masse cuite C</i>	-1,67	1,23	26
<i>Mélasse</i>	-3,80	0,59	86
<i>Pol % bagasse</i>	0,44	0,31	53
<i>Pol % écume</i>	0,29	0,25	34

(\* données sucreries)

La méthode de référence de polarisation au plomb donne des valeurs différentes de la valeur réelle du saccharose pour l'ensemble des produits du process sucrier.

Tout comme la méthode de référence, la méthode NIR est une représentation imparfaite du saccharose réel. Cette technique présente un écart par rapport à la méthode au plomb. Cependant, elle est facile à appliquer et beaucoup moins nocive pour la santé et l'environnement.

Elle peut être employée comme nouveau référentiel. Les écarts observés sur les produits entrant dans le calcul des bilans pourraient être corrigés les premières années à partir d'une table de correspondance des valeurs obtenues par la méthode classique (plomb).

### 2.9. Comparaisons du Brix

Pour la méthode au NIR, le même filtrat est utilisé pour la détermination du pol et du brix.

Les résultats de la comparaison des brix en fonction des deux méthodes analytiques sont présentés dans le tableau 7. Nous observons une variation faible de la valeur moyenne entre les deux méthodes de mesure du Brix.

La variation de la pureté par les deux techniques de clarification dépend uniquement de la valeur de polarisation de l'échantillon.

**Tableau 7 : Comparaison des Brix**

	<b>Brix<sub>NIR</sub> - Brix<sub>Plomb</sub></b>	
	<b>Moyenne</b>	<b>Ecart-Type</b>
<b>Jus de presse</b>	0.00	0.04
<b>Jus mélangé</b>	0.06	0.07
<b>Mélasses</b>	-0.6	0.5
<b>Bagasse</b>	0.00	0.01
<b>Ecume</b>	0.00	0.01

## CONCLUSION

La polarisation au proche Infra Rouge (NIR) est une méthode alternative non polluante permettant de mesurer sur le même filtrat le Brix et le Pol des produits du process sucrier.

La différence entre les deux méthodes de polarisation n'est pas significative pour les jus de presse. Elle est significative pour les jus mélangés, les écumes, la bagasse et la mélasse.

Tout comme le Pol<sub>Plomb</sub>, la valeur du Pol<sub>NIR</sub> est différente de celle du Saccharose.

La méthode de polarisation décrite dans cette présentation est appliquée dans l'industrie sucrière réunionnaise depuis 2005. Elle est employée au CERF depuis 2004 dans le Service Process Sucrier et depuis 2006 dans le programme de sélection variétale. Cette méthode de polarisation sans acétate de plomb a été présentée à ICUMSA en 2006. Elle est apparue sous la référence méthode provisoire en 2007 (Method Draft No9).

Cette technique peut être utilisée pour le paiement de la canne. Depuis quelques années, des essais sont réalisés par le Centre Technique Interprofessionnel de la Canne et du Sucre de La Réunion (CTICS), avec un projet d'application pour la campagne 2008.

## REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier les usines sucrières du Gol et de Bois-Rouge.

## BIBLIOGRAPHIE

Altenburg, W., Chou, C.C. (1991). An alternative method of raw sugar polarization, Zuckerind.116, Nr. 12, New York, 1041-1046pp.

Gaskin, J.G.N., Mesley, R.J. (1958). The affect of basic lead acetate solution upon the optical rotation (polarization) of solutions of sucrose, levulose and dextrose and of various mixtures of these solutions, Internationnal Sugar Journal. **60**, 65-71pp.

ICUMSA (1994). Method GS5/7-1, The Determination of Pol (Polarisation), Brix and Fibre in Cane and Bagasse by the Wet Disintegrator Method, 8pp.

ICUMSA (1998). Method GS7/8/7-24, The determination of Glucose, Fructose and Sucrose in Cane Juices, Syrups and Molasses, and of Sucrose in Beet Molasses by Hight Performance Ion Chromatography, 5pp.

ICUMSA (2002). Method GS7/4/8-23, The Determination of Sucrose, Glucose and Fructose by HPLC in Cane Molasses and Sucrose in Beet Molasses, 4pp.

ICUMSA (2007). Method Draft No9, Method for Determination of the Polarisation and Brix without wet lead clarification for all factory products, 1pp.

King, S.L., Scroope, P.D. (1998). Automated pol in juice analysis at harwood mill, Proc. Aust. Soc. Sugar Cane Technol, Pays de Galles, 520-523pp.

Livret ARTAS (1992). Contrôle chimique en sucrerie de canne à l'usage des laboratoires de contrôle des sucreries réunionnaises, Cerf, île de La Réunion, 53pp.

Paton, N.H., Player, M.R., Urquhart, R.M., Duong, M. (1993). The use of Near Infrared Polarimetry to determine the polarization of raw sugar, Zuckerind.**118**, Nr.9, 705-709pp.

Player, M.R., Rowe, G.S., Urquhart, R.M., McCunnie, K.A., McCarthy, D. (2000). Polarization of raw sugar without basic lead acetate, International collaborative test. Zuckerind.125, Nr.10, 777-782pp.

SENS, V. (2002). Les laboratoires sucriers se mettent au sans plomb, Actes du Congrès de la STASM 10, 02-05 octobre 2002, Piton Saint Leu, Ile de La Réunion, 12pp.

Snoad, J.D., Thomas, N.S. (2007). A study of celite filtration and near infrared polarimetry for juice analysis. Proc. Aust. Soc. Sugar Cane Technol., Vol.**29**, 472-480pp.

Van Staden, L.F., Mdalalose, E. (2000). Lead-free pol analysis using near infrared polarimetry (NIRPOL). Proc. S. Afr. Technol. Ass, Afrique du Sud, 309-313pp.