

trée un robinet de réglage, permettant de laisser passer exactement la quantité d'alcool que l'on veut obtenir. Le liquide en excédent monte dans le tube K et retourne par un tuyau de trop-plein R à la rétrogradation du condenseur.

Certaines colonnes (Barbet) sont en outre pourvues d'un dispositif pour la pasteurisation des flegmes. L'alcool est prélevé, en totalité ou en partie, sur un des plateaux de concentration par le robinet H et, après s'être refroidi dans le réfrigérant G, coule à l'éprouvette P, qui est munie d'un robinet de réglage du coulage. La violente ébullition à laquelle est soumis le liquide de rétrogradation expulse les produits les plus volatils. L'eau-de-vie obtenue est purifiée et subit un vieillissement appréciable.

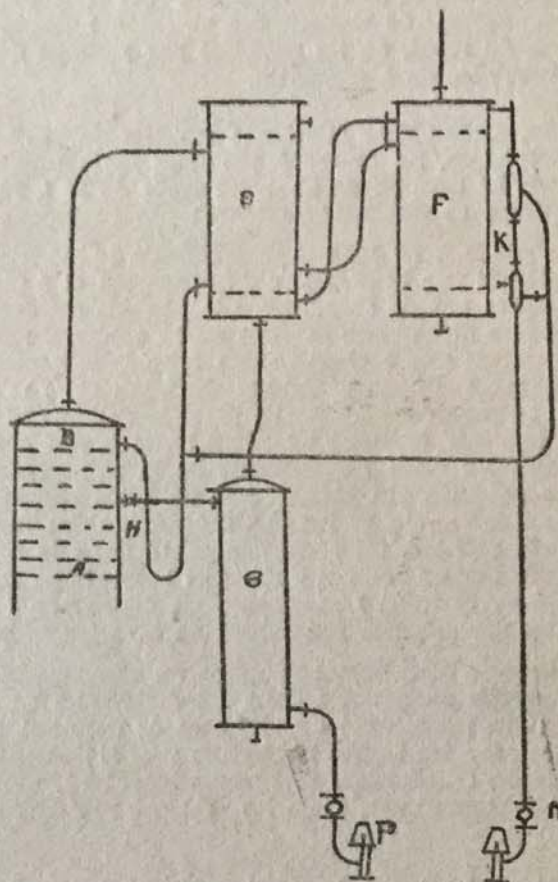


FIG. 39. — Dispositif pour réglage invariable du coulage et pasteurisation des flegmes.

Description de quelques appareils continus.

Colonne créole. — La colonne créole, ou *du pays*, est très employée dans les rhummeries agricoles et industrielles de la Martinique. Elle est construite sur place et a été peu modifiée depuis la fin du siècle dernier. Elle traite du vin à 4-5° et donne du rhum à 55-60° G. L., parfois 65-70°, si le nombre des plateaux de concentration est assez grand.

Elle est constituée par une chaudière chauffée par barbotage ou, plus rarement, par serpentín, et surmontée d'une colonne à plateaux circulaires, ayant 0.80-1 mètre de diamètre, munies de 5 calottes hémisphériques. Il y a habituellement 12-16 plateaux d'épuisement et 0 à 4 plateaux de concentration.

(1) A la fin du siècle dernier, l'analyseur était constitué par un petit cylindre sans faisceau tubulaire, l'éché extérieurement par les vapeurs alcooliques.

Les vapeurs alcooliques en sortant de la colonne passent dans 2 chauffe-vins, le premier à faisceau tubulaire (*analyseur*) (1), le second à faisceau tubulaire ou à serpentín. Les condensations de l'analyseur rétrogradent vers la colonne. Le deuxième chauffe-vin joue, suivant les cas, le rôle d'un condenseur avec rétrogradation de la condensation sur la colonne, ou d'un simple réfrigérant. Il est généralement doublé par un réfrigérant à eau, à serpentín. Les vapeurs émises par le vin du chauffe-vin passent par un brise-mousse : les particules de liquide entraînées retournent à la colonne par le tuyau d'alimentation ou celui de rétrogradation, tandis que les gaz incondensables se dégagent dans l'atmosphère, parfois après avoir traversé un serpentín placé dans le bac à vin, ou plus souvent se rendent au serpentín du réfrigérant.

Le réglage de la vapeur et de l'alimentation est effectué à la main. Il n'existe pas de récupérateur de chaleur des vinasses. Lorsque celles-ci rentrent dans la composition du moût, on les refroidit par passage dans un réfrigérant à eau, à faisceau tubulaire ou à serpentín.

Colonne Savalle. — Il existe différents modèles de colonne Savalle, les uns à plateaux circulaires, les autres à plateaux rectangulaires, munis de calottes rectangulaires. Le nombre de plateaux varie de 15 à 25, suivant le degré à obtenir. Le chauffage se fait habituellement par barbotage de vapeur.

La colonne modèle E. 7 N° 12, qui peut fournir 18.000 litres de rhum à 70° par 24 h., est constituée par 13 plateaux d'épuisement et 5 plateaux de concentration. Elle ne possède pas de chaudière : la vinasse est évacuée par un tube en siphon. Les vapeurs alcooliques sortant de la colonne, après avoir traversé un brise-mousse, passent par 2 chauffe-vins tubulaires horizontaux superposés et réuni par un tuyau muni d'un diaphragme réglable. Les condensations du second chauffe-vin rétrogradent en partie dans la colonne et passent en partie à l'éprouvette, après avoir traversé un réfrigérant à eau à faisceau tubulaire. Le coulage à l'éprouvette règle l'importance de la rétrogradation. Les vapeurs émises par le vin du chauffe-vin passent par un brise-mousse : les mousses rétrogradent dans le chauffe-vin et les gaz incondensables traversent, avant de se dégager dans l'atmosphère, un serpentín placé dans le bac à vin. L'admission du vin est réglée par un robinet à main et l'arrivée de la vapeur de chauffage par un régulateur Savalle. L'appareil peut donner de l'alcool à 85°, mais dans les rhummeries des colonies françaises, on ne dépasse pas le titre de 70°.

Les colonnes Savalle sont très employées en rhummerie. Déjà en 1884, le nombre de ces appareils en activité dans les distilleries de mélasse de canne s'élevait à 122, dont 82 produisant du rhum et 40 donnant de l'alcool à haut degré (J. Paul-Roux). On les trouve répandues non seulement dans les colonies françaises (Martinique, Guadeloupe et surtout Réunion), mais encore en Amérique du Sud (Brésil, Argentine), dans les Grandes Antilles (Cuba, Porto-Rico) etc.

Colonne Barbet. — Barbet a imaginé, pour la distillation des eaux-de-vie de vin, un modèle d'appareil continu, dans lequel le vin et la vinasse sont soumis à un ébullition prolongée. Bien que cet appareil ne soit pas à notre connaissance usité en rhummerie, nous croyons intéressant de le signaler, en raison de l'intérêt qu'il présente pour la production des eaux-de-vie très aromatiques.

Le moût fermenté, en quittant le bac d'alimentation P, passe d'abord dans un récupérateur de chaleur des vinasses M : le débit est réglé au moyen d'un robinet. Puis, le vin entre à la partie inférieure d'un grand chauffe-vin G, renfermant suffisamment de liquide pour alimenter la colonne pendant 3 ou 4 heures. Le liquide est porté à la température de 92-93°, par un serpentín recevant de la vapeur prélevée sur la chaudière de l'appareil. Il pénètre ensuite sur les plateaux d'épuisement de la colonne E (plateaux à calottes-peigne), qu'il descend en s'épuisant en alcool. La vinasse, du dernier plateau, s'écoule dans une chaudière D de grande capacité, chauffé par serpentín, où elle est soumise à une ébullition de 3-4 heures avant d'être évacuée.

En vue de récupérer les acides volatils et les corps aromatiques lourds contenus dans la vinasse et qui n'auraient pu, en raison de leur point d'ébullition élevé, monter dans la colonne, la vapeur condensée dans le serpentín du

chauffe-vin G, est recueillie dans le réfrigérant double H. Le liquide refroidi sort par l'éprouvette R, où un alcoomètre très sensible permet de contrôler

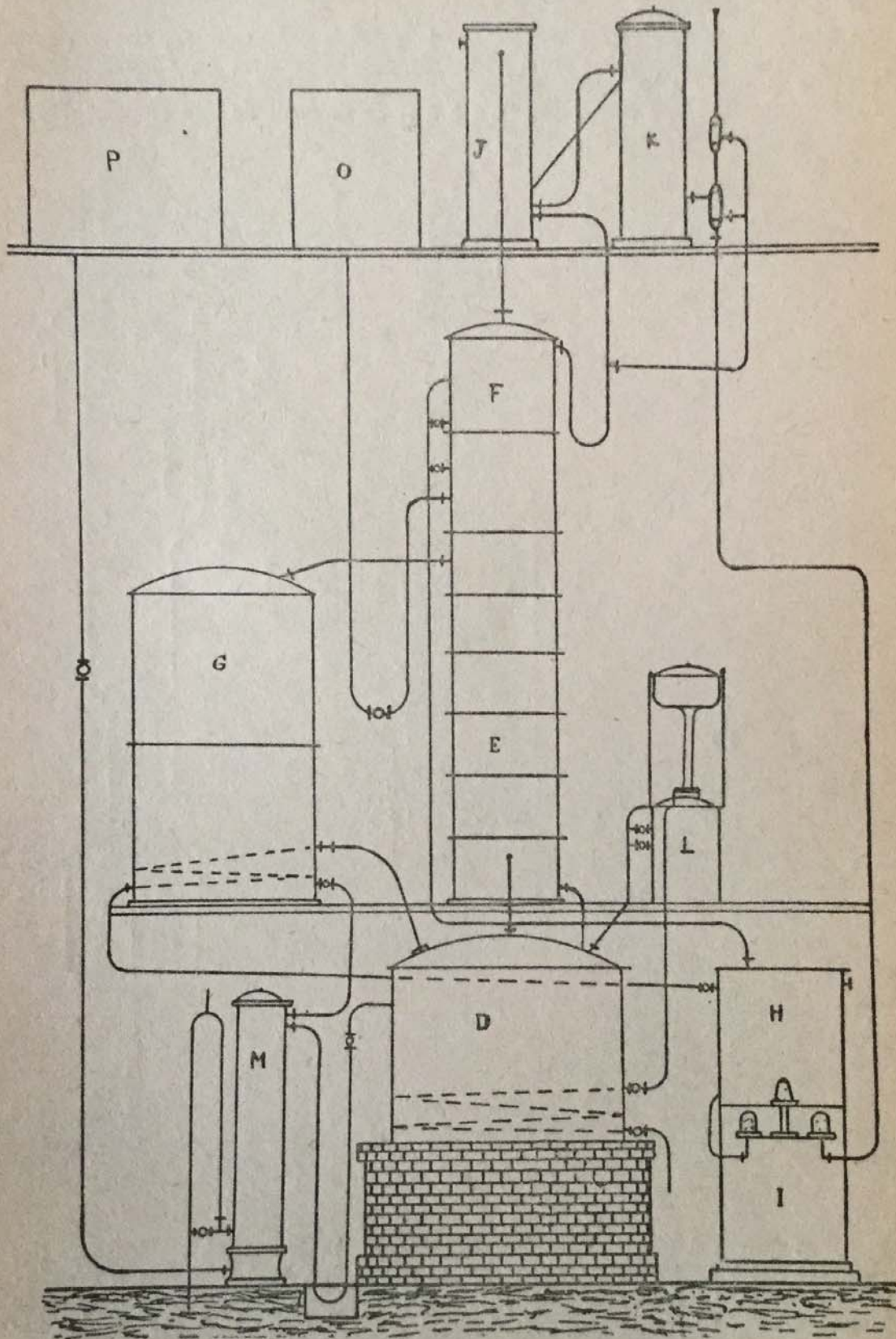


FIG. 40. — Appareil Bar et pour vins de bon crû.

d'une façon permanente l'épuisement de la vinasse en alcool, et est envoyé par une pompe au réservoir O. De ce réservoir, il se rend dans le tronçon de

concentration de la colonne, au-dessus de l'arrivée du vin, où il rencontre de l'alcool à 40-50°. Les acides contenus dans l'eau se combinent à l'alcool pour donner des esters.

Les vapeurs alcooliques sortant de la colonne d'épuisement, passent dans le tronçon de concentration situé au-dessus, puis se rendent dans 2 condenseurs à eau J et K, dont les condensations rétrogradent totalement sur les plateaux de concentration F, à l'exception de 2 à 5 % de produits de tête (formés d'aldé-

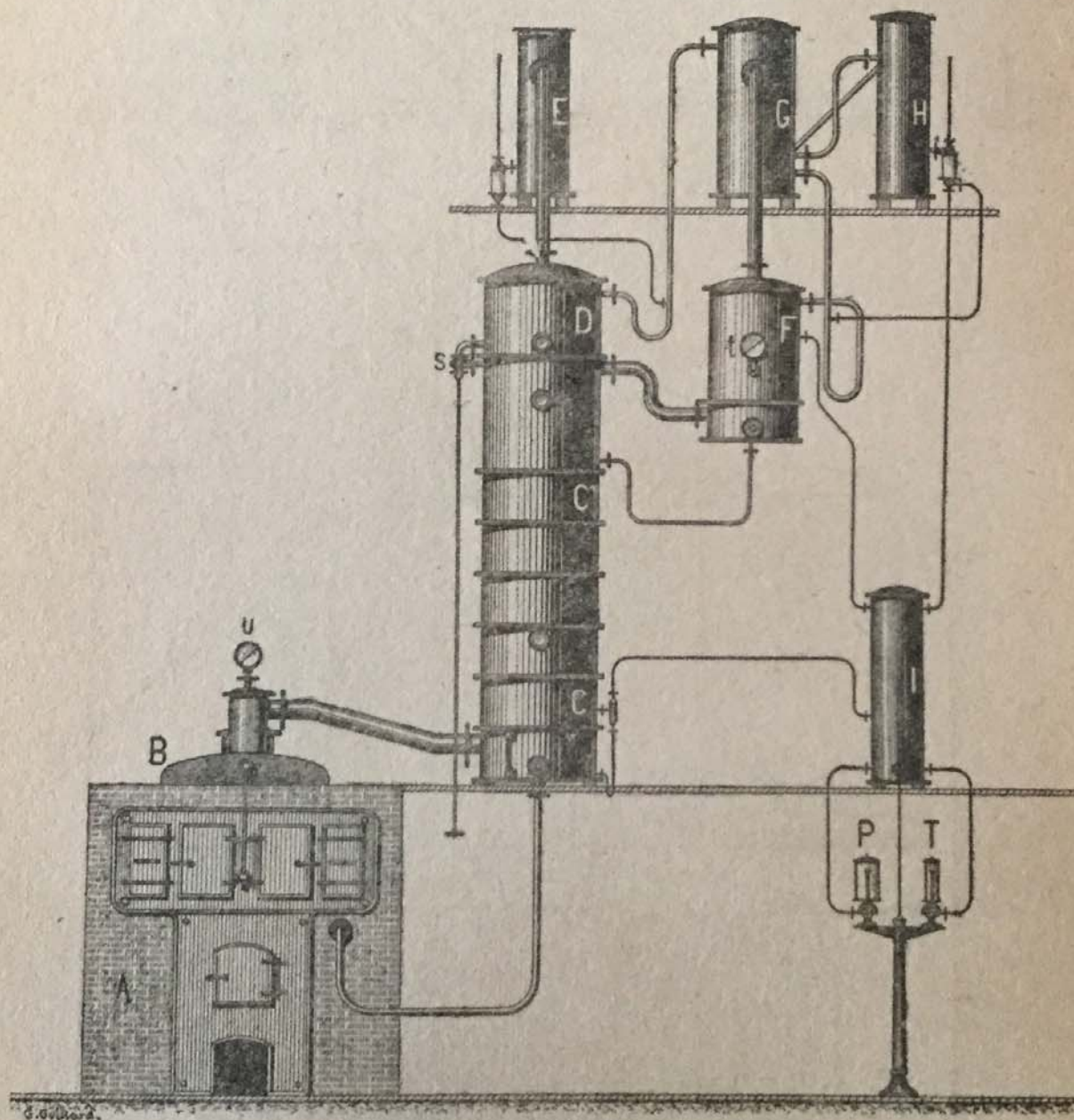


FIG. 41. — Appareil à rhum Barbet

hydes et de gaz à odeur désagréable), prélevés sur le second condenseur. Ces mauvais goûts de tête, qui titrent 90° et même 95°, sont recueillis à l'éprouvette T. L'alcool à haut degré provenant des condenseurs descend la colonne de concentration, en s'appauvrissant graduellement. 3 robinets, placés à des niveaux différents, permettent d'extraire l'eau-de-vie sur le plateau où celle-ci présente le plus de finesse. Avec les vins de bon crû, c'est généralement sur le plateau de 60-70°, que le produit possède le maximum de qualité.

L'eau-de-vie sortant de la colonne passe au réfrigérant H et sort à l'éprouvette S. La colonne est pourvue d'un régulateur de vapeur Barbet. On obtient

avec cet appareil une eau-de-vie très fine et déjà vieillie par l'ébullition prolongée qu'a subi l'alcool (pasteurisation).

Dans le cas des vins de qualité inférieure, renfermant de l'anhydride sulfureux, de l'hydrogène sulfuré (lesquels en se combinant à l'alcool donne des éthers à odeur nauséabonde, qu'on ne peut éliminer par la suite), de l'ammoniaque, etc, Barbet effectue une épuration des vapeurs alcooliques préalable-

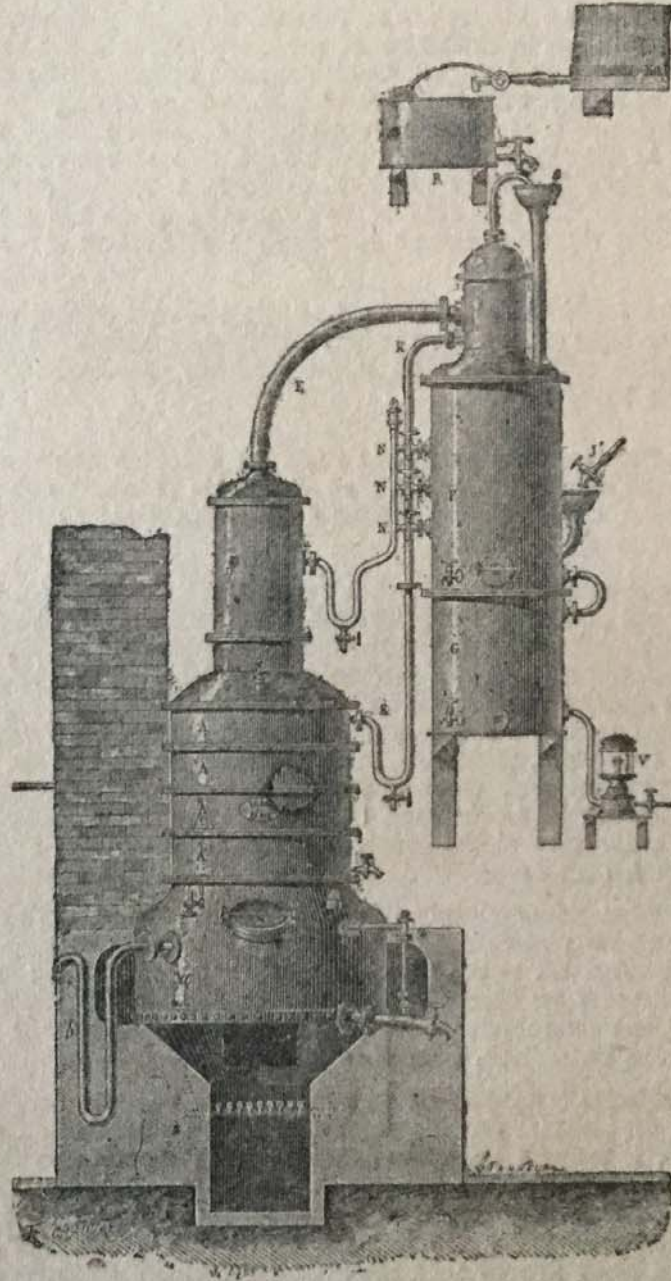


FIG. 21. — Appareil de distillateur continu Egrot à feu nu.

ment à la concentration de celles-ci. Les vapeurs, en quittant les plateaux d'épuisement, passent dans un récipient spécial, appelé *vase à réactifs*, qui peut surmonter la colonne d'épuisement ou en être séparé. Elles traversent d'abord un premier compartiment renfermant des morceaux de marbre, qui retiennent l'anhydride sulfureux et l'acide sulfurique, puis elles viennent barboter dans une solution de sels métalliques destinée à absorber H_2S et NH_3 . Les vapeurs purifiées se rendent alors à la colonne de concentration ou de rectification.

Pour la distillation des rhums, Barbet construit une colonne ressemblant

à celle précédemment décrite, mais plus simple. Le vin fermenté passe successivement dans le réfrigérant H et le chauffe-vin G. De là, il arrive en D dans une première petite colonne destinée à chasser les mauvais gaz de fermentation. L'ébullition s'y produit au moyen d'un peu de vapeur alcoolique prélevée au haut de la colonne distillatoire CC', par la soupape S. Le mélange de gaz et de vapeurs légères se rend dans le réfrigérant à eau E. Les gaz et quelques vapeurs aldéhydiques âcres s'échappent dans l'atmosphère, tandis que le reste se condense et entre dans D.

Le vin, purifié de ses mauvais gaz, descend dans les plateaux d'épuisement C,C et, de là, passe dans la chaudière B, qui est chauffée à feu nu ou par serpentin de vapeur. La chaudière est d'assez grande capacité afin que la vinasse puisse y subir une longue cuisson. La vapeur alcoolique et acide passe à la base de la seconde colonne à plateaux F, qui reçoit en sens inverse les reflux des tubulaires G et H. Le rhum rebouilli, pasteurisé, adouci, est extrait à l'état liquide et refroidi dans le réfrigérant I. Il va de là à l'éprouvette P. En même temps, l'on extrait en tête une très faible proportion (1 ou 1/2 %) d'aldéhydes, qui se refroidissent dans un second serpentin I et coulent de là à l'éprouvette T.

Divers autres modèles de colonnes françaises sont utilisées en rhummerie. On peut signaler notamment les appareils Crépelle-Fontaine, assez nombreux dans les distilleries industrielles de la Martinique, Mollet-Fontaine, Deroy, Egrot, Wauquier, Fives-Lille.

Appareil Coffey. — Très employée dans les colonies anglaises, la colonne Coffey est souvent construite en bois et de forme rectangulaire. Dans les appareils modernes, on adopte cependant de préférence les plateaux circulaires, entièrement en cuivre.

L'appareil, qui produit de l'alcool à haut degré (84-85°), est constitué par 2 grandes colonnes jumelles, l'une servant à l'épuisement du moût (*analyser*), l'autre à l'enrichissement et à la purification des vapeurs alcooliques (*rectifier*). Ces colonnes sont formées par l'assemblage de plateaux à cadres rectangulaires en bois, portant chacun une plaque de cuivre percée de trous de petit diamètre. Chaque plaque est en outre munie d'une valve en cuivre s'ouvrant par le haut et d'un tube de trop-plein. Toutefois, les 5 plateaux supérieurs du *rectifier* sont pleins et pourvus seulement d'une ouverture à l'une ou à l'autre de leurs extrémités alternativement. La colonne de rectification est sillonnée par un serpentin continu, traversant successivement toutes les chambres à vapeur et parcouru par le vin à distiller.

Celui-ci, contenu généralement dans un bas en charge, arrive dans le rectificateur, descend les plateaux par le tuyau en serpentin et, une fois parvenu au bas de la colonne, est envoyé par pompage sur le plateau supérieur de l'analyseur. Il traverse les divers plateaux de ce dernier, par les tubes de trop-plein, en s'épuisant progressivement en alcool, pour s'écouler à l'état de vinasse, par un tube en siphon, à la base de l'appareil.

La vapeur, admise à 350-700 gr. de pression à la base de l'analyseur, circule de bas en haut, en passant par les perforations des plateaux et, si la pression est trop forte, à travers les valves. Les vapeurs alcooliques s'échappent de l'analyseur par le tuyau f, pour pénétrer à la partie inférieure du rectificateur. Au contact du vin froid contenu dans le tuyau en serpentin, les vapeurs se condensent partiellement en réchauffant le liquide. L'eau, les substances à point d'ébullition élevé et une certaine quantité d'alcool condensées à la partie inférieure de la colonne sont évacuées par le tuyau h : elles constituent les *hot feints*, qui sont mélangées au vin ultérieurement. L'alcool se condense en grande partie dans les 5 chambres supérieures du rectificateur : il est recueilli à l'état liquide sur le plateau n, dans le réceptacle O, où il est pris par le tuyau m, qui le conduit à un réfrigérant à eau. Les vapeurs non condensées sont évacuées par un tubulure G et condensées dans un réfrigérant. Elles constituent les *cold feints*, qui sont soit mélangées au vins, soit envoyées par une pompe au sommet de l'analyseur. En l, se trouve un serpentin à eau qui permet de régler la quantité de produits de tête recueillis.

Le vin sort du rectificateur à la température de 88-93° C. Le titre de

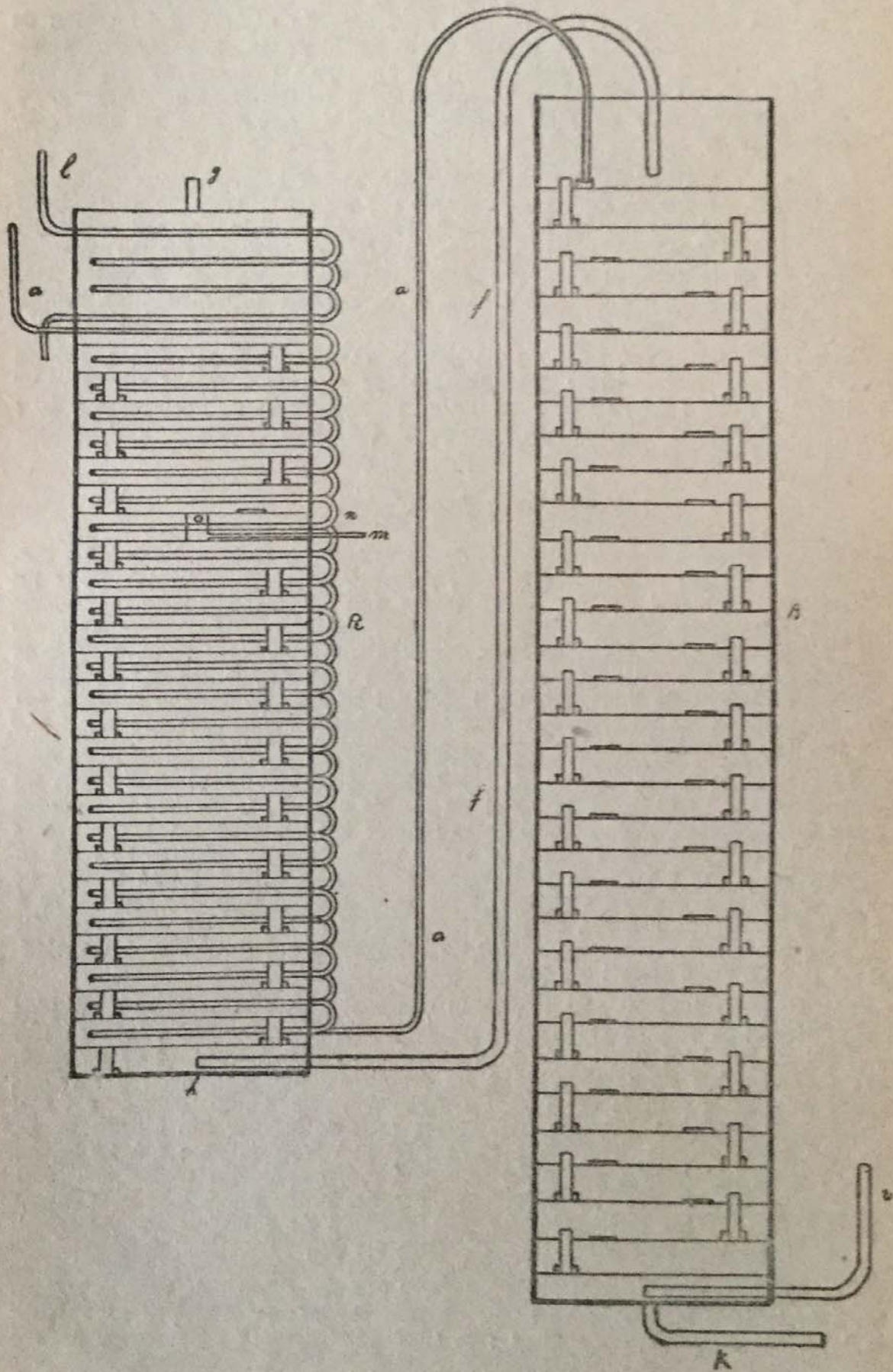


FIG. 43. — Appareil Coffey, d'après N. Deerr.

l'alcool obtenu peut être réglé en agissant sur la température. Lorsque celle-ci s'élève excessivement, la condensation se fait mal, le titre diminue et l'alcool passe en grande partie dans les *hot feints*. Une basse température provoque au contraire une condensation des vapeurs au-dessus du plateau d'extraction de l'alcool et une augmentation de la quantité des *cold feints*. Les meilleurs résultats sont obtenus, dans la distillation du rhum, en maintenant une température voisine de 81° C. dans la chambre de vapeur du deuxième ou du troisième plateau situé au-dessus du plateau d'extraction, ce qui donne un alcool titrant 85-86° G. L.

On règle la marche de la colonne en agissant sur l'alimentation en vin ou sur la vapeur, au moyen de robinets placés sur les tuyauteries d'arrivée. Pour permettre de se rendre compte du degré de l'alcool, une tubulure, qui passe par un réfrigérant spécial, prélève une petite quantité de liquide sur le plateau d'extraction et le conduit dans une éprouvette renfermant des *bubbles*. Des thermomètres placés à différents étages de la colonne constituent un moyen de contrôle supplémentaire.

Une colonne pouvant traiter 1.000 gallons (4.546 litres) de moût à l'heure mesure approximativement : rectificateur 24 × 8 × 3 pieds ; analyseur 42 × 8 × 3 pieds ; nombre de plateaux de l'analyseur et du rectificateur 27 ; surface du tuyau en serpentin de l'analyseur 416 pieds carrés.

Traitement des vinasses

L'évacuation des vinasses et fonds de cuve, facile à réaliser lorsque les distilleries sont placées au bord de la mer, présente certaines difficultés pour les établissements situés à l'intérieur des terres. Les déversement de ces produits dans les cours d'eau est, en effet, une cause d'inconvénients réels et de dommage économique pour les riverains : les poissons meurent ; l'eau, trouble et noirâtre, dégage une odeur désagréable, devient impropre à l'alimentation des animaux au lavage du linge, etc. (1). Aussi, a-t-on interdit dans la plupart des pays le jet, dans les rivières, des eaux résiduaires de distillerie qui n'ont pas subi une épuration préalable.

Le volume et la composition de ces dernières varient beaucoup suivant les matières premières utilisées (mélasse ou jus de canne), la densité des moûts mis en fermentation, l'importance de la rentrée des vinasses, etc. Les vinasses provenant des distilleries traitant le vesou renferment en général 30 à 40 gr d'extrait sec (dont 3-4 gr. de matières minérales) et accusent une acidité de 3-6 gr en acide sulfurique par litre. Leur volume est habituellement de 10 à 15 hl par hl. de rhum à 55°, ou par tonne de canne manipulée. Elles sont un peu plus concentrées que les vinasses de betteraves, qui contiennent en général de 18 à 25 gr. d'extrait sec par litre.

Les vinasses fournies par les distilleries travaillant la mélasse sont plus concentrées et de volume plus réduit. L'extrait sec, généralement compris entre 70 et 100 gr. par litre (dont 20-25 gr. de matières minérales, riches en potasse), peut atteindre 200 gr. et plus, dans les établissements travaillant des moûts denses, avec forte rentrée de vinasse (fabrication du rhum grand arôme). L'acidité, de 4-10 gr. habituellement, s'élève dans ce dernier cas jusqu'à 30 gr. par litre. Le volume des vinasses produites est alors très faible : 1 à 1.5 hl, au lieu de 10-12 hl, environ par hl. de rhum à 55°, lorsque les moûts sont peu denses et la rentrée des vinasse faible ou nulle. Entre ces extrêmes, existent évidemment tous les intermédiaires. Les vinasses de mélasses de betteraves renferment en moyenne 100-150 gr. d'extrait sec par litre.

Les fonds de cuve, formés principalement par des cellules de levures mélangées à de la folle bagasse, sont beaucoup plus chargés en matières organiques que les vinasses proprement dites : le taux d'extrait sec peut varier de 100

(1) Il en est du moins ainsi, lorsque le débit de la rivière n'est pas important. La réglementation actuellement en vigueur à la Martinique prévoit que les vinasses doivent être conservées dans des fosses étanches, jusqu'à l'époque des crues de l'hivernage. A ce moment, le contenu des fosses peut être déversé dans les cours d'eau.

à 300 gr. par litre et celui des matières azotées de 20 à 70 gr. Ils constituent un important élément de la nuisibilité des eaux résiduaires des distilleries.

De nombreuses recherches ont, en effet, montré que le plus souvent le pouvoir d'un eau usée de produire une nuisance était proportionnel à son pouvoir de désoxygénation de l'eau de la rivière dans laquelle elle est déversée. Les cellules de levure, qui existent en proportions élevées dans les fonds de cuve, constituent une matière riche en azote et très putrescible, demandant pour sa décomposition des quantités importantes d'oxygène.

Hoover et Burr (1) indiquent comme constitution moyenne des vinasses de distillerie de mélasses de canne (en gr. par litre) :

Extrait sec	71.05
— volatiles	55.69
Matières fixes	15.36
Demande biochimique d'O en 5 jours	28.70
— — en 20 jours	45.00
Oxygène absorbé	29.74
Matières en suspension	0.04
Acidité totale	4.50
pH	4.05

Différents procédés ont été appliqués pour le traitement des eaux résiduaires de distillerie : concentration des vinasses en vue de la fabrication d'engrais, épandage sur les terrains de culture, purification chimique ou biologique avant leur rejet dans les cours d'eau. L'emploi de l'un ou l'autre de ces procédés est surtout un cas d'espèce.

Concentration des vinasses.

La concentration des vinasses, en vue de la récupération des matières fertilisantes qui y sont contenues, est fréquemment pratiquée dans les distilleries de mélasses de betterave en France. Autrefois, on opérait successivement la concentration de la vinasse jusqu'à 21° Baumé environ, puis son auto-incinération, dans le four à potasse de Porion. Le résidu sec obtenu, ou *salin*, est riche en carbonate de potasse (40 à 60 %). De nos jours, on effectue plutôt l'évaporation dans des appareils à multiple effet, qui nécessitent des dépenses de combustible moins élevées. D'autre part, la calcination présentant l'inconvénient de détruire les matières organiques azotées, on préfère mélanger le sirop obtenu par la concentration (à 40-50° Baumé) avec des matières minérales ou organiques, telles que les phosphates naturels, la sciure, la tourbe, etc., permettant l'emploi direct comme engrais.

L'évaporation des vinasses est rarement effectuée dans les distilleries de rhum. Elle représente cependant pour les établissements produisant une vinasse concentrée, un procédé d'utilisation rationnel et économique. La grande viscosité du produit et la tendance à l'encrassement des appareils constituent toutefois un écueil à éviter. Il importe d'utiliser, pour réaliser la concentration, des caisses à faisceau séparé, vertical ou incliné (Prache et Bouillon, Barbet), se prêtant mieux que celles de sucrerie au nettoyage rapide. Les évaporateurs Kestner sont aussi très souvent employés en Europe.

Par ailleurs, le mélange de sirop concentré de vinasse avec les matières inertes (engrais minéraux, sciure, tourbe, fine bagasse, tourteaux de presse, etc) présente l'inconvénient d'être hygroscopique par suite de la présence de caramel et surtout de glycérine. Plusieurs procédés ont été préconisés pour y remédier. Celui de Metzl, qui donne de bons résultats, consiste à fixer la glycérine par les superphosphates : on chauffe le sirop à 45° Baumé en présence de super à une certaine température, puis on ajoute de la tourbe. On obtient ainsi un engrais qui demeure bien sec.

On admet généralement que les vinasses diluées, telles que celles des distilleries de betterave (densité 1008-1010) ou de vesou (densité 1010-1015), ren-

(1) Ind. Eng. Chem., XXVIII, 33, 1936.

ferment une proportion d'eau trop forte pour qu'on puisse envisager leur concentration. Divers auteurs (Barbet, Kestner, Lefrançois, etc) ont bien montré que l'opération était réalisable économiquement en distillerie de betteraves. *A fortiori*, en serait-il ainsi dans les rhummeries agricoles traitant le vesou, qui disposent d'une quantité de bagasse surabondante comme combustible. Malheureusement, le prix de revient des installations nécessaires est très élevé et hors de proportions avec l'importance de ces établissements.

La composition de la vinasse évaporée présente d'assez grandes variations. Nous donnons ci-après la teneur en éléments fertilisants de quelques échantillons provenant des distilleries de mélasse de canne (% de matière sèche) :

	Hawaï (Peck et Deerr)	Etats-Unis (Nelson et Greenleaf)	Maurice (Boname)		Philippines (Wolf)	Brésil (Meynier) (1)
Azote (N)	1.08	2.79	0.52	0.78	3.20	1.25
Potasse (K ₂ O)	14.43	9.76	4.01	7.04	8.44	4.47
Ac. phosphorique (P ₂ O ₅)	0.55	0.41	0.32	0.15	1.47	0.24

Boname (2) indique comme composition des salins obtenus à partir des vinasses 3 et 4 ci-dessus (% de cendres brutes) :

Partie soluble :

Carbonate de K	3.1	7.6
Chlorure de K	28.1	31.0
Sulfate de K	8.5	23.9
Sulfate de Na et Ca	7.5	—

Partie insoluble :

CO ₂ , Ca, charbon silice	52.8	37.5
--	------	------

Spencer a constaté que les cendres des jus de canne de Cuba (et par conséquent des vinasses de vesou) renfermaient de 25 à 45 % de K₂O. N. Deer a trouvé de son côté 41,8 % de K₂O dans les cendres des vinasses de mélasse.

Irrigation.

Lorsque les terres disponibles s'y prêtent, l'épandage sur les terrains de culture constitue sans contredit le mode d'utilisation le plus pratique et le plus économique des vinasses. Il est largement pratiqué dans les distilleries de betterave du Nord de la France : en 1905, sur 321 distilleries, 223 se servaient de leurs eaux résiduaires pour l'irrigation.

La quantité de vinasse susceptible d'être épandue par hectare varie avec la nature du sol et des terrains : de 3 à 4.000 hl dans les sols argileux, elle peut atteindre 10.000 et même 20.000 hl. si les terres sont bien perméables. Il y a intérêt à ne faire revenir les vinasses sur le même champ que tous les 3 ans environ. Comme procédé d'épandage, le déversement dans les billons est employé de préférence à la submersion uniforme. L'irrigation doit être méthodique et les parcelles irriguées les unes après les autres, pour faciliter l'assèchement des canaux.

On ne peut utiliser sans inconvénients les vinasses pures. Leur forte acidité gêne l'action des microbes, notamment celle des bactéries de la nitrification.

D'autre part, les matières en suspension colmatent les canaux de distribution, empêchant l'infiltration et par suite favorisant la stagnation et la putréfaction des eaux, qui dégagent de mauvaises odeurs. Il convient en conséquence de neutraliser, au moins partiellement, l'acidité et de laisser séjourner les mé-

(1) Vinasse préalablement neutralisée à la chaux.

(2) Ann. Sc. Agron. 2, II, 265, 1895.