



⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt : **94401313.5**

⑤① Int. Cl.<sup>5</sup> : **C13J 1/06, C13D 3/14**

㉔ Date de dépôt : **10.06.94**

③① Priorité : **11.06.93 US 75634**

④③ Date de publication de la demande :  
**21.12.94 Bulletin 94/51**

⑥④ Etats contractants désignés :  
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LI LU MC  
NL PT SE**

⑦① Demandeur : **APPLEXION**  
**264, avenue de la Mauldre**  
**F-78680 Epone (FR)**

⑦① Demandeur : **BOARD OF SUPERVISORS OF**  
**LOUISIANA STATE UNIVERSITY AND**  
**AGRICULTURAL AND MECHANICAL**  
**COLLEGE**  
**Room 104F**  
**LSU Agriculture Center Building**  
**P.O.Box 25055**  
**Baton Rouge LA 70895-5055 (US)**

⑦② Inventeur : **Lancrenon, Xavier**  
**1342 W. Winona**  
**Chicago, Illinois 60640 (US)**  
Inventeur : **Saska, Michael**  
**4735 Hyacinth**  
**Baton Rouge, Louisiana 70808 (US)**

⑦④ Mandataire : **Kedinger, Jean-Paul et al**  
**c/o Cabinet Malémont**  
**42, avenue du Président Wilson**  
**F-75116 Paris (FR)**

⑤④ **Procédé d'adoucissement d'un jus sucré tel qu'une mélasse de sucrerie et son utilisation dans un procédé de récupération des sucres contenus dans ce jus sucré.**

⑤⑦ L'invention concerne un procédé d'adoucissement au moyen d'une résine échangeuse de cations, sous la forme Na<sup>+</sup> et/ou K<sup>+</sup>, d'un jus sucré aqueux contenant des sucres et des ions Ca<sup>2+</sup> et/ou Mg<sup>2+</sup> tel qu'une mélasse de sucrerie, et de régénération de ladite résine, qui comprend :

(a) une étape d'adoucissement consistant à amener ledit jus sucré en contact avec ladite résine échangeuse de cations, sous la forme Na<sup>+</sup> et/ou K<sup>+</sup>, pour obtenir d'une part un jus sucré adouci appauvri en ions Ca<sup>2+</sup> et/ou Mg<sup>2+</sup> et chargé en ions Na<sup>+</sup> et/ou K<sup>+</sup> et d'autre part, une résine échangeuse de cations, chargée en ions Ca<sup>2+</sup> et/ou Mg<sup>2+</sup>, et

(b) une étape de régénération de cette dernière résine,

caractérisé en ce que l'étape de régénération (b) consiste à amener ladite résine en contact avec un effluent liquide produit lors de la séparation par chromatographie des sucres d'un jus sucré aqueux adouci contenant des sucres et des ions Na<sup>+</sup> et/ou K<sup>+</sup>, cet effluent liquide contenant la majeure partie des ions Na<sup>+</sup> et/ou K<sup>+</sup> initialement présents dans le jus sucré adouci.

La présente invention a pour objet un procédé d'adoucissement d'un jus sucré tel qu'une mélasse de sucrerie et son utilisation dans un procédé de récupération des sucres contenus dans ce jus sucré.

L'industrie sucrière de la canne à sucre ou de la betterave sucrière produit des quantités importantes de jus sucré non cristallisable désigné sous le nom de mélasse de sucrerie. Cette mélasse présentant une teneur en sucres non négligeables, il est usuel de la soumettre à un traitement approprié pour en extraire la majeure partie des sucres qu'elle contient. Ce traitement consiste notamment à soumettre la mélasse à une chromatographie d'exclusion d'ions faisant appel à un support fixe constitué par une résine cationique forte, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ . Toutefois, étant donné que la mélasse de sucrerie contient des quantités non négligeables de sels de calcium et/ou de magnésium dissous, ladite résine se charge en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  au cours de l'opération de chromatographie et voit de ce fait son pouvoir de séparation diminuer relativement rapidement. Ceci nécessite l'interruption périodique de l'opération de chromatographie pour régénérer la résine cationique, ce qui implique la consommation d'un réactif de régénération et une baisse de productivité.

Il a donc été proposé d'éliminer, par échange d'ions sur une résine cationique, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , les sels de calcium et/ou de magnésium dissous dans la mélasse avant la chromatographie de cette dernière. Etant donné qu'au cours de cet échange d'ions, les ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  de la résine cationique sont progressivement remplacés par les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  de la mélasse, il y a lieu de périodiquement régénérer ladite résine, ce qui est habituellement réalisé au moyen d'une solution aqueuse de  $\text{NaCl}$ . Cette technique de régénération présente essentiellement deux inconvénients : elle nécessite la consommation d'un réactif de régénération ( $\text{NaCl}$ ) et elle produit des eaux usées contenant du sucre perdu. Ce système de régénération par une solution aqueuse de  $\text{NaCl}$  n'est donc pas satisfaisant sur le plan économique.

Le but de la présente invention est donc de proposer un procédé d'adoucissement n'ayant pas les inconvénients susmentionnés. Il est ainsi proposé selon l'invention, un procédé d'adoucissement au moyen d'une résine échangeuse de cations, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , d'un jus sucré aqueux contenant des sucres et des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  tel qu'une mélasse de sucrerie, et de régénération de ladite résine, ce procédé comprenant :

(a) une étape d'adoucissement consistant à amener ledit jus sucré en contact avec ladite résine échangeuse de cations sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , pour obtenir d'une part un jus sucré adouci appauvri en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et chargé en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et d'autre part, une résine échangeuse de cations, chargée en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$ , et

(b) une étape de régénération de cette dernière résine,

caractérisé en ce que l'étape de régénération (b) consiste à amener ladite résine en contact avec un effluent liquide (appelé raffinat) produit lors de la séparation par chromatographie des sucres d'un jus sucré aqueux adouci contenant des sucres et des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , cet effluent liquide contenant la majeure partie des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  initialement présents dans le jus sucré aqueux adouci.

Comme on le comprendra aisément, l'étape de régénération du procédé selon l'invention fait une utilisation astucieuse de l'un des effluents liquides disponibles dans une installation de sucrerie, à savoir la fraction dite raffinat générée au cours de la séparation par chromatographie des sucres d'un jus sucré adouci et chargé en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , fraction qui était habituellement purement et simplement rejetée hors de cette installation. Il n'y a donc pas apport de réactif de régénération extérieur et, partant, économie par rapport au système de régénération antérieurement connu ; par ailleurs, les pertes en sucres sont moindres par rapport au système connu.

L'effluent liquide (raffinat) mis en oeuvre à l'étape (b) est avantageusement constitué par celui produit lors de la séparation par chromatographie des sucres du jus sucré adouci obtenu à l'étape (a).

Selon l'invention, il est par ailleurs avantageux de concentrer l'effluent liquide (raffinat) avant sa mise en oeuvre à l'étape (b), puisque le degré de la régénération est d'autant plus élevé que la concentration en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  de cet effluent est plus élevée. Il est également avantageux selon l'invention, qu'avant d'amener ladite résine en contact avec ledit effluent liquide à l'étape (b), des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  soient ajoutés audit effluent, ce qui améliorera encore la régénération.

On ajoutera que la résine échangeuse de cations mise en oeuvre à l'étape (a) sera de préférence une résine cationique forte sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et que la chromatographie produisant l'effluent liquide (raffinat) mis en oeuvre à l'étape (b) est de préférence réalisée sur une résine cationique forte sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  avec élution par l'eau. A titre de résine cationique forte, on pourra choisir notamment toute résine comprenant une matrice polymère par exemple du type polystyrène ou polyacrylate, réticulé par un réticulant tel que le divinylbenzène, matrice sur laquelle sont greffés des groupes échangeurs de cations, tels que des groupes acide sulfonique fortement acides. Une préférence toute particulière est donnée à la résine IR 200 (marque de fabrique d'une résine commercialisée par Rohm et Haas).

La présente invention s'étend en outre au jus sucré adouci tel qu'obtenu par le procédé d'adoucissement décrit ci-dessus.

Elle s'étend par ailleurs à un procédé de récupération des sucres contenus dans un jus sucré aqueux

contenant essentiellement des sucres, des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et des colorants, tel qu'une mélasse de sucrerie, qui comprend :

(i) une étape d'adoucissement consistant à amener ledit jus sucré aqueux en contact avec une résine échangeuse de cations, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , pour obtenir d'une part un jus sucré adouci appauvri en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et chargé en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et d'autre part, une résine échangeuse de cations, chargée en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$ , et

(ii) une étape de séparation des sucres consistant à soumettre le jus sucré adouci produit à l'étape (i) à une chromatographie pour obtenir un premier effluent liquide (raffinat) enrichi en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et appauvri en sucres, et un second effluent liquide enrichi en sucres et appauvri en ions  $\text{Na}^{2+}$  et/ou  $\text{K}^+$ ,

ce procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend en outre :

(iii) une étape de régénération consistant à amener la résine échangeuse de cations, chargée en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  obtenue à l'étape (i) en contact avec ledit premier effluent liquide (raffinat) produit à l'étape (ii) pour obtenir d'une part, un effluent liquide enrichi en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et d'autre part, une résine échangeuse de cations régénérée sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ .

On notera que ledit premier effluent liquide (raffinat) est de préférence concentré avant sa mise en oeuvre à l'étape (iii), que des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  pourront être ajoutés audit premier effluent liquide avant la mise en oeuvre de ce dernier à l'étape (iii), que la résine échangeuse de cations mise en oeuvre à l'étape (i) est de préférence une résine cationique forte sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et que la chromatographie mise en oeuvre à l'étape (ii) est de préférence réalisée sur une résine cationique forte sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  avec élution par l'eau. A titre de résine cationique forte, utilisation peut être faite de celles déjà mentionnées ci-dessus à propos du procédé d'adoucissement.

La présente invention s'étend encore à l'effluent liquide enrichi en sucres tel qu'obtenu par le procédé de récupération décrit ci-dessus.

La présente invention a enfin pour objet une installation pour la mise en oeuvre du procédé de régénération des sucres décrit ci-dessus ; cette installation comprend :

- au moins une unité d'adoucissement contenant une résine échangeuse de cations, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , et comportant des moyens d'amenée de jus sucré aqueux à adoucir, des moyens d'amenée de liquide de régénération, des moyens d'extraction de jus sucré aqueux adouci et des moyens d'extraction de liquide de régénération usé, et
- au moins une unité de chromatographie

comportant des moyens d'amenée d'éluant, des moyens d'amenée de jus sucré aqueux adouci produit dans l'unité d'adoucissement et des moyens d'extraction d'un effluent liquide enrichi en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et appauvri en sucres (raffinat),

et elle se caractérise en ce qu'elle comprend en outre des moyens de liaison pour relier lesdits moyens d'amenée de liquide de régénération aux moyens d'extraction de l'unité de chromatographie, étant précisé que lesdits moyens de liaison peuvent, si on le souhaite, comprendre une unité de concentration dudit effluent liquide (raffinat) extrait par ces moyens d'extraction.

D'autres buts et avantages de la présente invention apparaîtront à la lecture de la description suivante faite en regard du dessin annexé dont la figure unique est un schéma de principe d'un mode de réalisation d'une installation de récupération des sucres d'une mélasse de sucrerie.

L'installation représentée à titre d'exemple sur cette figure comprend d'une manière connue en soi deux unités d'adoucissement 1,2 constituées chacune par une colonne remplie d'une résine cationique forte, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , par exemple la résine IR®200 commercialisée par Rohm et Haas. Ces colonnes sont pourvues chacune, à leur partie haute, d'un conduit 3,4 d'amenée de mélasse de sucrerie (jus sucré aqueux) préalablement clarifiée et diluée par de l'eau désionisée. La clarification peut être effectuée par toute méthode connue, par exemple par mise en oeuvre du procédé de clarification décrit dans US-A-5 110 363. Quant à la dilution, elle est réalisée pour que la teneur en matière sèche de la mélasse après dilution soit de préférence de l'ordre de 10 à 70 % en poids. La mélasse ainsi clarifiée et diluée comprend essentiellement des sucres, des sels minéraux de sodium, de potassium, de calcium et éventuellement de magnésium et des colorants.

Chaque colonne d'adoucissement 1,2 est en outre pourvue, à sa partie basse, d'un conduit 5,6 de sortie de mélasse adoucie, les conduits 5,6 aboutissant tous deux à une vanne trois voies 7 d'où part un conduit 8 dont l'extrémité libre débouche à la partie supérieure d'une colonne de chromatographie 9. Si nécessaire, on peut prévoir une pompe de circulation 10, 11 sur chaque conduit 5,6. Chaque colonne 1,2 est enfin pourvue, à sa partie supérieure, d'un conduit 12, 13 d'amenée de liquide de régénération de la résine et, à sa partie inférieure, d'un conduit 12a, 13a de sortie de liquide de régénération usé portant respectivement une vanne de sectionnement 12b, 13b.

La colonne de chromatographie 9 est du type comprenant un support fixe constitué par une résine cationique forte, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , le liquide d'élution étant de l'eau amenée en partie haute de la colonne par un conduit 14. Cette même colonne 9

comporte en outre, à sa partie inférieure, un conduit 15 d'extraction d'un effluent liquide (raffinat) riche en sucres et un conduit 16 d'extraction d'un effluent liquide pauvre en sucres.

Conformément à l'invention, l'installation qui vient d'être décrite comprend en outre des moyens pour alimenter les conduits 12, 13 en raffinat (liquide de régénération) issu du conduit d'extraction 16. Ces moyens comprennent :

- a) une tuyauterie 17 dont l'une des extrémités est reliée au refoulement d'une pompe 18 de mise en circulation dont l'aspiration est reliée à un conduit 19 dont l'extrémité libre s'étend jusqu'au voisinage du fond d'une cuve 20 dans laquelle débouche d'extrémité libre du conduit d'extraction 16 ;
- b) une unité de concentration 21 pourvue d'une arrivée de liquide à concentrer reliée à la tuyauterie 17, d'une sortie 22 d'eau séparée au cours de la concentration et d'une sortie 23 de liquide concentré pourvue d'une pompe 24 d'extraction ;
- c) une cuve 25 dans laquelle débouche la sortie 23 ; et
- d) une tuyauterie 26 portant une pompe 27 de mise en circulation, l'une des extrémités de cette tuyauterie étant située au voisinage du fond de la cuve 25 et l'autre extrémité aboutissant à une vanne trois voies 28 de laquelle partent un conduit 29 relié au conduit 12 et un conduit 30 relié au conduit 13.

L'unité de concentration peut être constituée par un évaporateur fonctionnant sous pression réduite. Il peut s'agir par exemple d'un évaporateur à flot tombant simple ou multiple effet, bien connu de la technique considérée. Dans ce cas, la sortie 22 assure l'évacuation des condensats formés au cours de l'évaporation.

Cette installation fonctionne de la manière suivante.

Au cours d'un premier cycle, la vanne 7 est positionnée pour faire communiquer le conduit 8 avec les conduits 5 et 6, les pompes 10, 11, 18 et 24 sont en fonctionnement, la pompe 27 est à l'arrêt et les vannes 12b, 13b et 28 sont fermées.

La mélasse clarifiée et diluée (10 à 70 % en poids de matière sèche) est amenée par les conduits 3 et 4 dans les colonnes 1 et 2 où elle subit un échange de cations, les ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  de la résine disposée dans ces colonnes étant progressivement remplacés par les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  présents dans la mélasse. De ce fait, la mélasse s'enrichit en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et s'appauvrit en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$ , alors que la résine s'enrichit en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et s'appauvrit en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ .

La mélasse issue des colonnes 1,2 est ensuite amenée via les conduits 5,6, les pompes 10, 11, la vanne 7 et le conduit 8 dans la colonne de chromatographie 9. La mélasse y est soumise à une séparation

sous l'effet de la résine et de l'eau amenée par le conduit 14 à titre d'éluant.

Les premières fractions éluées (constituant le raffinat) pauvres en sucres et riches en sels de sodium et/ou de potassium et en colorants, sont extraites par le conduit 16 et déversées dans la cuve 20. Les fractions suivantes, pauvres en sels de sodium et/ou potassium et riches en sucres sont extraites par le conduit 15.

Simultanément ou ultérieurement, le raffinat récupéré dans la cuve 20 est amené via le conduit 19, la pompe 18 et la tuyauterie 17 dans l'unité d'évaporation 21. Le raffinat concentré (de préférence à 10-70 % en poids de matière sèche) produit dans cette unité 21 est extrait de cette dernière par le conduit 23 et la pompe 24 et déversé dans la cuve 25.

Au cours d'un deuxième cycle, la résine échangeuse d'ions de l'une des colonnes 1 et 2 est régénérée, par exemple la résine de la colonne 1. A cet effet, on arrête l'alimentation en mélasse à adoucir, la pompe 10 est arrêtée, la vanne 7 est positionnée pour faire communiquer le conduit 8 uniquement avec le conduit 6, la vanne 12b est ouverte, la vanne 28 est positionnée pour faire communiquer le conduit 26 uniquement avec le conduit 29 et la pompe 27 est amenée en fonctionnement.

Dans ces conditions, le raffinat concentré de la cuve 25 est amené via les conduits 26, 29 et 12 jusqu'à la colonne 1 où ledit raffinat concentré, riche en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , va traverser la résine contenue dans la colonne 1 et la régénérer, les ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  dudit raffinat concentré remplaçant progressivement les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  de la résine. Le raffinat concentré qui au cours de son passage à travers la résine s'est enrichi en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  est ensuite évacué par le conduit 12a.

Une fois la régénération terminée, on procède, au cours d'un troisième cycle, à la régénération de la résine de la colonne 2 tout en reprenant les opérations d'adoucissement dans la colonne 1. Ceci implique l'arrêt de l'alimentation en mélasse de la colonne 2, l'ouverture de la vanne 13b, la mise en communication du conduit 26 avec le conduit 30 par réglage approprié de la position de la vanne 28, la mise en communication du conduit 8 avec le conduit 5 par réglage approprié de la position de la vanne 7 et la reprise de l'alimentation en mélasse de la colonne 1.

On répète ensuite à intervalle de temps régulier les deuxième et troisième cycles.

On ajoutera, à titre indicatif, qu'au cours de l'opération d'adoucissement, le débit de mélasse clarifiée et diluée (10 à 70 % en poids de matière sèche) à travers chaque colonne 1,2 pourra être de l'ordre de 0,1 à 5 fois le volume du lit de résine/heure et qu'au cours de l'opération de régénération, le débit en liquide de régénération (raffinat concentré présent dans la cuve 25 et contenant 10 à 70 % en poids de matière sèche) à travers chaque colonne 1,2 pourra être de l'ordre de

0,1 à 5 fois le volume du lit de résine/heure.

En fait, ces débits seront choisis en fonction de la teneur en matière sèche du liquide mis en oeuvre. Ainsi, plus la teneur en matière sèche de la mélasse est élevée et plus le débit de mélasse à travers les colonnes 1,2 sera faible pour l'opération d'adoucissement. De même, plus la teneur en matière sèche du liquide de régénération (raffinat concentré) est élevée et plus le débit de ce liquide à travers les colonnes 1,2 sera faible.

D'autre part, on réglera la température du liquide de régénération pour disposer d'un liquide ayant une viscosité appropriée pour les opérations de régénération ; celle-ci pourra se situer dans la plage de 20 à 70° C en fonction de la teneur en matière sèche.

On précisera encore que, si on le souhaite, des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  (sous la forme de  $\text{NaCl}$  et/ou  $\text{KCl}$  par exemple) pourront être ajoutés au raffinat concentré, par exemple au niveau de la cuve 25.

On notera encore que tout ou partie de  $\text{NaCl}$  et/ou  $\text{KCl}$  ainsi ajouté pourra, si on le désire, être récupéré par cristallisation du raffinat concentré ayant servi à la régénération et issue du conduit 12a et/ou 13a.

#### Exemple de mise en oeuvre de l'invention

##### 1/ Opération d'adoucissement

- mélasse à adoucir : 15 % en poids de matière sèche ; dureté : 12000 ppm exprimés en ions  $\text{Ca}^{2+}$  par rapport à la matière sèche ;
- résine d'adoucissement : résine IR®200 de Rohm et Haas (capacité d'échange de 1 équivalent/litre) ;
- température : 40-80°C ;
- débit de mélasse : 2 fois le volume du lit de résine d'adoucissement/heure ; il y a saturation de la résine après 2 heures 30 minutes de passage de mélasse ;
- mélasse adoucie : présente une dureté moyenne de 2000 ppm exprimés en ions  $\text{Ca}^{2+}$  par rapport à la matière sèche.

##### 2/ Opération de chromatographie

- résine de chromatographie : Dowex ® C 356 de la société DOW
- température : de l'ordre de 80° C
- débit de mélasse adoucie : de l'ordre de 0,03 fois le volume du lit de résine de chromatographie/heure
- débit d'eau d'élution : 16 fois le volume du lit de résine de chromatographie/heure
- raffinat : teneur en matière sèche :  $\approx 4$  % en poids

##### 3/ Opération de concentration du raffinat

- unité de concentration : évaporateur à flot tombant (température d'évaporation  $\approx 80^\circ\text{C}$ )
- teneur en matière sèche après concentra-

tion : 30 % en poids de matière sèche.

##### 4/ Régénération

- température : 25°C
- débit de raffinat concentré : 0,45 fois le volume de résine d'adoucissement/heure ; la régénération est terminée après passage d'un volume de raffinat concentré correspondant à 0,34 fois le volume du débit de résine.

##### 5/ Rinçage par l'eau de la résine d'adoucissement

- débit d'eau : 2 fois le volume du lit de résine/heure ;
- durée : 1 heure.

#### **Revendications**

1. Procédé d'adoucissement au moyen d'une résine échangeuse de cations, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , d'un jus sucré aqueux contenant des sucres et des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  tel qu'une mélasse de sucrerie, et de régénération de ladite résine, qui comprend :
  - (a) une étape d'adoucissement consistant à amener ledit jus sucré en contact avec ladite résine échangeuse de cations, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , pour obtenir d'une part un jus sucré adouci appauvri en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et chargé en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et d'autre part, une résine échangeuse de cations, chargée en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$ , et
  - (b) une étape de régénération de cette dernière résine,
 caractérisé en ce que l'étape de régénération (b) consiste à amener ladite résine en contact avec un effluent liquide produit lors de la séparation par chromatographie des sucres d'un jus sucré aqueux adouci contenant des sucres et des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , cet effluent liquide contenant la majeure partie des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  initialement présents dans le jus sucré adouci.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'effluent liquide mis en oeuvre à l'étape (b) est celui produit lors de la séparation par chromatographie des sucres du jus sucré adouci obtenu à l'étape (a).
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'effluent liquide est concentré avant sa mise en oeuvre à l'étape (b).
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'avant d'amener ladite résine en contact avec ledit effluent liquide à l'étape (b), des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  sont ajoutés audit effluent liquide.

5. Procédé selon la revendication 1, 2, 3 ou 4, caractérisé en ce que la résine échangeuse de cations mise en oeuvre à l'étape (a) est une résine cationique forte sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , et en ce que la chromatographie produisant l'effluent liquide mis en oeuvre à l'étape (b) est réalisée sur une résine cationique forte sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  avec élution par l'eau.
6. Jus sucré adouci tel qu'obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1 à 5.
7. Procédé de récupération des sucres contenus dans un jus sucré aqueux contenant essentiellement des sucres, des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et des colorants, tel qu'une mélasse de sucrerie, qui comprend :
- (i) une étape d'adoucissement consistant à amener ledit jus sucré aqueux en contact avec une résine échangeuse de cations, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , pour obtenir d'une part un jus sucré adouci appauvri en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et chargé en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et d'autre part, une résine échangeuse de cations, chargée en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$ , et
  - (ii) une étape de séparation des sucres consistant à soumettre le jus sucré adouci produit à l'étape (i) à une chromatographie pour obtenir un premier effluent liquide enrichi en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et appauvri en sucres, et un second effluent liquide enrichi en sucres et appauvri en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , caractérisé en ce qu'il comprend en outre :
  - (iii) une étape de régénération consistant à amener la résine échangeuse de cations chargée en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  obtenue à l'étape (i) en contact avec ledit premier effluent liquide produit à l'étape (ii) pour obtenir d'une part, un effluent liquide enrichi en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et/ou  $\text{Mg}^{2+}$  et d'autre part, une résine échangeuse de cations régénérée, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ .
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que ledit premier effluent liquide est concentré avant sa mise en oeuvre à l'étape (iii).
9. Procédé selon la revendication 7 ou 8, caractérisé en ce que des ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  sont ajoutés audit premier effluent avant la mise en oeuvre de ce dernier à l'étape (iii).
10. Procédé selon la revendication 7, 8 ou 9, caractérisé en ce que la résine échangeuse de cations mise en oeuvre à l'étape (i) est une résine cationique forte sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et en ce que la chromatographie mise en oeuvre à l'étape (ii) est réalisée sur une résine cationique forte sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  avec élution par l'eau.
11. Effluent liquide enrichi en sucres tel qu'obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 10.
12. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 7 à 10 qui comprend :
- au moins une unité d'adoucissement (1, 2) contenant une résine échangeuse de cations, sous la forme  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$ , et comportant des moyens (3, 4) d'amenée de jus sucré aqueux à adoucir, des moyens (12, 13) d'amenée de liquide de régénération, des moyens (5, 6) d'extraction de jus sucré aqueux adouci et des moyens (12a, 12b) d'extraction de liquide de régénération usé, et
  - au moins une unité de chromatographie (9) comportant des moyens (14) d'amenée d'éluant, des moyens (8) d'amenée de jus sucré aqueux adouci produit dans l'unité d'adoucissement (1, 2) et des moyens (16) d'extraction d'un effluent liquide enrichi en ions  $\text{Na}^+$  et/ou  $\text{K}^+$  et appauvri en sucres, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre des moyens de liaison (17-30) pour relier lesdits moyens d'amenée de liquide de régénération aux moyens d'extraction de l'unité de chromatographie.
13. Installation selon la revendication 12, caractérisée en ce que lesdits moyens de liaison comprennent une unité de concentration (21).

