(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) EP 0 832 986 B1

(12) FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
19.11.2003 Bulletin 2003/47

(51) Int Cl.[7]: **C13D 3/14**, B01J 49/00

(21) Numéro de dépôt: **97402149.5**

(22) Date de dépôt: **17.09.1997**

(54) Procédé de régénération de résines échangeuses d'ions dans le processus de décalcification des jus de sucrerie

Verfahren zur Regenerierung von Ionaustauschharzen im Verfahren zur Entfernung des Kalzium aus Zuckersaften

Process for regenerating ion exchange resins in the process of decalcifying sugar juices

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI NL PT SE

(30) Priorité: **18.09.1996 FR 9611373**

(43) Date de publication de la demande:
01.04.1998 Bulletin 1998/14

(73) Titulaire: **Saint-Louis Sucre S.A.**
75008 Paris (FR)

(72) Inventeur: **Rousseau, Gérard**
02100 Saint Quentin (FR)

(74) Mandataire: **Orès, Bernard**
Cabinet ORES
36,rue de St Pétersbourg
75008 Paris (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 016 992
EP-A- 0 032 263
EP-A- 0 629 707
EP-A- 0 655 507
FR-A- 1 404 591

- **E.GRYLLUS ET AL.: "Das BMA-Zsigmond-Gryllus Verfahren - ein neuses Verfahren zur Dünnsaftentkalkung" ZEITSCHRIFT FÜR DIE ZUCKERINDUSTRIE, vol. 25, no. 9, 20 septembre 1975, pages 493-501, XP002031417**
- **PW VAN DER POEL, H SCHIWECK, T SCHWARTZ: "Sugar technology: Beet and cane sugar manufacture", ----, BARTENS, ?**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 0 832 986 B1

Printed by Jouve, 75001 PARIS (FR)

Description

[0001] La présente invention se rapporte à un procédé d'adoucissement d'un jus sucré aqueux contenant du sucre et des ions calcium et concerne plus particulièrement un procédé de régénération de résines échangeuses d'ions dans le processus de décalcification des jus de sucrerie.

[0002] Au cours des procédés utilisés dans la fabrication du sucre, on traite le jus obtenu par diffusion, à partir de betteraves sucrières transformées en cossettes, avec de la chaux. Les cossettes épuisées sont pressées pour donner de la pulpe. La chaux introduite dans le jus est transformée, par introduction d'anhydride carbonique, en carbonate de calcium. Le carbonate de calcium est éliminé par filtration. Cependant, cette élimination n'est que partielle et une certaine quantité de composés de calcium reste dissoute dans le jus sous forme de sels de calcium solubles. Ces sels de calcium ont une certaine solubilité qui diminue lorsque la concentration en matières sèches augmente, ce qui se produit au cours d'étapes d'évaporation et de cristallisation. En précipitant, ces sels de calcium entartrent le matériel et font baisser le coefficient de transfert thermique, ce qui provoque des perturbations partielles dans l'équilibre de l'économie de la sucrerie. De plus, ils créent un trouble dans le sucre cristallisé obtenu au cours du processus.

[0003] Une décalcification est donc nécessaire pour maintenir le matériel propre et obtenir des sucres de qualité, c'est-à-dire sans trouble. Les ions calcium sont échangés au moyen de résines échangeuses d'ions par des ions sodium et/ou de potassium, et la résine est ensuite régénérée. La régénération a été tout d'abord effectuée avec de la saumure, NaCl, mais ce mode de régénération est à présent abandonné dans la plupart des pays car il génère des eaux résiduaires chargées de chlorures.

[0004] Deux types de régénération sont utilisés actuellement, procédé Akzo ou NRS et le procédé Gryllus.

[0005] Le procédé Akzo, consistant en une régénération à la soude, entraîne une dépense importante de soude et une augmentation de la coloration des jus épurés.

[0006] Selon le procédé Gryllus, la régénération est effectuée avec un Egout Pauvre II. Les inconvénients du procédé Gryllus sont une précipitation des sels de calcium en troisième jet, le recyclage en Liqueur Standard 1 (LS1) et un trouble dans le sucre du premier jet.

[0007] La présente invention pallie les problèmes des techniques de régénération de l'art antérieur.

[0008] Selon le procédé de la présente invention, de la mélasse est utilisée pour la régénération des résines échangeuses d'ions du processus de décalcification des jus de sucrerie.

[0009] La présente invention fournit donc un procédé de décalcification de jus de sucrerie épurés d'un processus de fabrication de sucre, provenant des étapes de filtration, dans lequel lesdits jus, contenant des ions calcium, sont envoyés sur une résine échangeuse d'ions cationique forte sous forme Na^+ ou K^+, où les ions calcium sont remplacés par des ions sodium et/ou potassium, et dans lequel ladite résine échangeuse d'ions est ensuite soumise à une régénération (ou lavage), ledit procédé étant caractérisé en ce que l'on utilise de la mélasse diluée pour effectuer ladite régénération (ou ledit lavage) de ladite résine échangeuse d'ions. Cette régénération est effectuée à sec, en contraste avec les procédés décrits dans EP 0 016 992, EP 0 655 507, et Gryllus et Delavier, Z. Zuckerind. 1975, 25 (9): 493-501.

[0010] Cette mélasse est avantageusement une partie de la mélasse obtenue au cours du processus de fabrication de sucre.

[0011] Si l'installation comporte une distillerie, tous les produits sortant de la décalcification et ayant servi à la régénération sont directement envoyés à la distillerie. Il n'y a aucun recyclage d'éluat en épuration. Dans ce cas la première variante décrite ci-après sera avantageusement utilisée.

[0012] Inversement, si l'installation ne comporte pas de distillerie, les fractions diluées servent à la dilution de la mélasse turbinée (pour la régénération). Dans ce cas la deuxième variante décrite ci-après sera de préférence utilisée.

[0013] Selon une première variante de l'invention, la mélasse est envoyée dans l'étape de régénération à co-courant.

[0014] Selon la première variante de la présente invention, la mélasse est de préférence diluée à environ 70 à 80 brix (pour cent de matières sèches), mieux encore à environ 76 brix, avant d'être envoyée à l'étape de décalcification pour régénérer la résine échangeuse d'ions.

[0015] Selon cette première variante de la présente invention, la mélasse est avantageusement réchauffée à une température d'environ 80 à 90°C, mieux encore à environ 85°C, avant d'être envoyée à l'étape de décalcification pour régénérer la résine échangeuse d'ions.

[0016] Selon la première variante de l'invention, la régénération de la résine échangeuse d'ions est effectuée alors que la résine est à sec, c'est-à-dire le lit de résine a été drainé et se trouve donc à sec. Une résine échangeuse d'ions est dite "à sec" quand elle ne comprend pas de liquide interstitiel (eau ou, dans le cas présent, jus).

[0017] Pour autant que le sache la Demanderesse, dans l'art antérieur, aucune régénération de résine échangeuse d'ions n'avait été effectuée sur une résine à sec. Il a donc fallu vaincre un important préjugé pour appliquer les dispositions ci-dessus de la première variante de la présente invention.

[0018] Selon une autre disposition avantageuse de la première variante de la présente invention, on constitue une galette de mélasse qui est envoyée sur la résine afin d'éliminer avec le minimum de mélange, c'est-à-dire de dilution, le jus dilué contenu dans la résine.

[0019] Selon encore une autre disposition avantageuse de cette première variante de l'invention, après régénération, la résine est amenée à sec, par une vidange totale du bidon de résine, et la résine est lavée à sec par une galette de jus épuré.

[0020] La mélasse calcifiée ayant servi à régénérer la résine échangeuse d'ions de l'étape de décalcification est mélangée avec de la mélasse du processus, c'est-à-dire de la mélasse turbinée, pour obtenir une concentration égale à environ 80 % de matières sèches, et est envoyée au stockage.

[0021] Selon une deuxième variante de l'invention, la mélasse est envoyée dans l'étape de régénération à contre-courant.

[0022] Selon la deuxième variante de la présente invention, la mélasse est de préférence diluée à environ 60 à 65 brix, mieux encore à environ 62 brix, avant d'être envoyée à l'étape de décalcification pour régénérer la résine échangeuse d'ions.

[0023] Selon cette deuxième variante de la présente invention, la mélasse est avantageusement envoyée à une température d'environ 50 à 60°C, mieux encore à environ 55°C, avant d'être envoyée à l'étape de décalcification pour régénérer la résine échangeuse d'ions.

[0024] Avant la régénération proprement dite, les résines subissent une vidange totale puis sont lavées à sec avec une faible quantité d'eau (environ 0,2 BV).

[0025] Selon la deuxième variante de l'invention, le lavage de la résine échangeuse d'ions est effectué alors que la résine est à sec, c'est-à-dire le lit de résine a été drainé et se trouve donc à sec. Une résine échangeuse d'ions est dite "à sec" quand elle ne comprend pas de liquide interstitiel (eau).

[0026] Pour autant que le sache la Demanderesse, dans l'art antérieur, aucun lavage de résine échangeuse d'ions n'avait été effectué sur une résine à sec. Il a donc fallu vaincre un important préjugé pour appliquer les dispositions ci-dessus de la deuxième variante de la présente invention.

[0027] Selon encore une autre disposition avantageuse de cette deuxième variante de l'invention, après régénération (lavage), la résine est amenée à sec, par une vidange totale du bidon de résine, et la résine est lavée à sec par plusieurs galettes successives d'eau.

[0028] La mélasse calcifiée ayant servi à régénérer la résine échangeuse d'ions de l'étape de décalcification est mélangée avec de la mélasse du processus, c'est-à-dire de la mélasse turbinée, pour obtenir une concentration égale à environ 80 % de matières sèches, et est envoyée au stockage.

[0029] Si on le désire, il est possible d'éliminer les sels de chaux de la mélasse calcifiée provenant de la régénération de la résine échangeuse d'ions en carbonatant simplement ladite mélasse et en séparant le carbonate de calcium formé.

[0030] Le procédé de la présente invention peut être utilisé aussi bien dans la fabrication du sucre de betteraves que dans celle du sucre de canne.

[0031] La présente invention sera à présent illustrée en référence à la Figure annexée, représentant schématiquement un processus de fabrication du sucre, donné à titre d'exemple, selon, respectivement, la première ou la deuxième variante de la présente invention.

[0032] Selon la première variante, les jus épurés JE provenant des étapes de filtration (en général au nombre de deux), contenant des ions sodium, potassium et calcium, sont envoyés par 1 à une étape de décalcification DK, désignée par 2. Au cours de l'étape de décalcification DK, les jus calcifiés passent sur une résine échangeuse d'ions (non représentée). Les jus, débarrassés des ions calcium et contenant encore des ions sodium et potassium, sortant de la décalcification par 3, sont à environ 15 % de matières sèches. Ces jus avant évaporation sont désignés par JAE. Les JAE sont envoyés par 3 dans une étape d'évaporation à plusieurs effets 4, en général au nombre de cinq (non représentés), d'où ressort par 5 un sirop à environ 72 à 74 % de matières sèches. Ce sirop reçoit les refontes de sucre de troisième jet et éventuellement de deuxième jet, comme cela sera montré ci-après, pour constituer la Liqueur Standard 1 (LS1), qui alimentera le premier jet de cristallisation. La LS1 est envoyée par 5 dans un appareil à cuire de premier jet 6, contenant la Masse Cuite I (MC_I). La MC_I sortant en 7 de l'appareil à cuire de premier jet 6 est envoyée dans une turbine de premier jet discontinue 8 où elle est additionnée d'eau H_2O en 9. En sortie 10 de la turbine de premier jet 8, on récupère du sucre de premier jet, Sucre I ou S_I, ainsi qu'en 11, une eau mère de la MC_I, désignée par Egout Pauvre I (EP1). Cet EP1 constitue aussi la LS2 (Liqueur Standard 2). L'EP1 (ou LS2) est envoyé à un appareil à cuire de deuxième jet 12, contenant la Masse Cuite II (MC_{II}). La MC_{II} sortant par 13 de l'appareil à cuire de deuxième jet 12 est envoyée dans une turbine de deuxième jet continue 14. On récupère en sortie 15 de la turbine de deuxième jet 14 du sucre de deuxième jet S_{II}, ainsi qu'en 16 une eau mère de la MC_{II}, désignée par Egout Pauvre II (EP2). Le sucre de deuxième jet S_{II} est recyclé par 15' dans la liqueur standard LS1. L'EP2 est envoyé par 16 dans un appareil à cuire de troisième jet 17 contenant la Masse Cuite III (MC_{III}). La MC_{III} sortant par 18 de l'appareil à cuire de troisième jet 17 est envoyée dans un bloc de malaxeurs verticaux 19, en général au nombre de trois (non représentés individuellement), puis par 20 sur une turbine continue 21. En sortie de la turbine continue 21, on récupère par 22 du sucre roux SR, qui est renvoyé vers la Liqueur Standard 1 par 22', et, par 23, de la mélasse turbinée M_T.

[0033] Selon la première variante de la présente invention, une partie de la mélasse turbinée M_T, obtenue entre 82 et 86 brix, en général à environ 84 brix, est diluée avec des jus de dilution de mélasse JDM provenant par 24 du lavage de la résine échangeuse d'ions jusqu'à environ 35 brix, et envoyée par 25 à l'étape de décalcification 2 pour régénérer la résine échangeuse d'ions à co-courant. La mélasse calcifiée M_C sortant de

la décalcification 2 par 26 après avoir régénéré la résine échangeuse d'ions est mélangée avec la mélasse turbinée M_T pour obtenir une mélasse ayant une concentration supérieure à environ 78 à 80 % de matières sèches qui est envoyée au stockage par 27.

[0034] Le rendement de régénération théorique R_t, c'est-à-dire le rapport [équivalent cation de régénération] sur [équivalent de Ca^{++} éliminé] est de 1,34. Le Tableau 1 ci-après indique les valeurs pratiques obtenues pour le rendement de régénération pratique R_p dans le procédé de la présente invention et les différents procédés de l'art antérieur.

Tableau 1

Procédé	R_p
NaCl	5-10
Gryllus	4-7
Akzo	2,0-3,0
Présente invention à co-courant	4,0

[0035] Selon la deuxième variante, les jus épurés JE provenant des étapes de filtration (en général au nombre de deux), contenant des ions sodium, potassium et calcium, sont envoyés par 1 à une étape de décalcification DK, désignée par 2. Au cours de l'étape de décalcification DK, les jus calcifiés passent sur une résine échangeuse d'ions (non représentée). Les jus, débarrassés des ions calcium et contenant encore des ions sodium et potassium, sortant de la décalcification par 3, sont à environ 15 % de matières sèches. Ces jus avant évaporation sont désignés par JAE. Les JAE sont envoyés par 3 dans une étape d'évaporation à plusieurs effets 4, en général au nombre de cinq (non représentés), d'où ressort par 5 un sirop à environ 72 à 74 % de matières sèches. Ce sirop reçoit les refontes de sucre de troisième jet et éventuellement de deuxième jet, comme cela sera montré ci-après, pour constituer la Liqueur Standard 1 (LS1), qui alimentera le premier jet de cristallisation. La LS1 est envoyée par 5 dans un appareil à cuire de premier jet 6, contenant la Masse Cuite I (MC_I). La MC_I sortant en 7 de l'appareil à cuire de premier jet 6 est envoyée dans une turbine de premier jet discontinue 8 où elle est additionnée d'eau H_2O en 9. En sortie 10 de la turbine de premier jet 8, on récupère du sucre de premier jet, Sucre I ou S_I, ainsi qu'en 11, une eau mère de la MC_I, désignée par Egout Pauvre I (EP1). Cet EP1 constitue aussi la LS2 (Liqueur Standard 2). L'EP1 (ou LS2) est envoyé à un appareil à cuire de deuxième jet 12, contenant la Masse Cuite II (MC_{II}). La MC_{II} sortant par 13 de l'appareil à cuire de deuxième jet 12 est envoyée dans une turbine de deuxième jet continue 14. On récupère en sortie 15 de la turbine de deuxième jet 14 du sucre de deuxième jet S_{II}, ainsi qu'en 16 une eau mère de la MC_{II}, désignée par Egout Pauvre II (EP2). Le sucre de deuxième jet S_{II} est recyclé par 15' dans la liqueur standard LS1. L'EP2 est envoyé par 16 dans un appareil à cuire de troisième jet 17 contenant la Masse Cuite III (MC_{III}). La MC_{III} sortant par 18 de l'appareil à cuire de troisième jet 17 est envoyée dans un bloc de malaxeurs verticaux 19, en général au nombre de trois (non représentés individuellement), puis par 20 sur une turbine continue 21. En sortie de la turbine continue 21, on récupère par 22 du sucre roux SR, qui est renvoyé vers la Liqueur Standard 1 par 22', et, par 23, de la mélasse turbinée M_T.

[0036] Selon la deuxième variante de la présente invention, une partie de la mélasse turbinée M_T, obtenue entre 82 et 86 brix, en général à environ 84 brix, est diluée avec des jus de dilution de mélasse JDM provenant par 24 du lavage de la résine échangeuse d'ions, et envoyée par 25 à l'étape de décalcification 2 pour régénérer la résine échangeuse d'ions à contre-courant. La mélasse calcifiée M_C sortant de la décalcification 2 par 26 après avoir régénéré la résine échangeuse d'ions est mélangée avec la mélasse turbinée M_T pour obtenir une mélasse ayant une concentration supérieure à environ 78 à 80 % de matières sèches qui est envoyée au stockage par 27.

[0037] Le rendement de régénération théorique R_t, c'est-à-dire le rapport [équivalent cation de régénération] sur [équivalent de Ca^{++} éliminé] est de 1,34. Le Tableau 2 ci-après indique les valeurs pratiques obtenues pour le rendement de régénération pratique R_p dans le procédé de la présente invention et les différents procédés de l'art antérieur.

Tableau 2

Procédé	R_p
NaCl	5-10
Gryllus	4-7
Akzo	2,0-3,0
Présente invention à contre-courant	2,0 à 3,0

[0038] Les Exemples suivants décrivent l'invention de façon non limitative.

Exemple 1 (concernant la première variante)

[0039] Le lit de résine échangeuse d'ions de décalcification contenant de la résine, avec un piège à résine, sous forme de billes est contenu dans un bidon;

a) Afin de permettre un brassage efficace sans perdre de résine vers le piège à résine, au démarrage de la régénération, on effectue une vidange partielle du bidon. De l'air détendu à 2,5 10^{-2} mPa (2,5 bars) est envoyé dans le bidon. On arrête la vidange partielle environ 30 cm au-dessus du niveau des résines;

b) On effectue ensuite un dégazage, pour casser la

pression dans le bidon par mise à l'atmosphère, ce qui permet à l'air à 0,5 10^{-2} mPa (0,5 bar) de rentrer;
c) Un brassage à l'air permet de détasser la résine et de faire remonter en surface les impuretés en suspension dans le jus ainsi que les fines résines (cassées ou usées);
d) On effectue un "soulèvement" au JAE pour chasser les impuretés et fines qui se sont accumulées en partie supérieure du bidon lors du brassage à l'air;
e) On effectue ensuite une vidange totale du lit de résine. L'intérêt de la vidange totale est de récupérer le plus possible de JAE restant dans le bidon, ceci afin de limiter pour la régénération ultérieure, le mélange de produit à brix faible (JAE) avec le produit à brix élevé (mélasse) pour réduire le plus possible la quantité de produit à brix intermédiaire (c'est-à-dire un produit entre environ 20 et 80 brix). En effet, il n'est pas souhaitable de stocker de produits à brix intermédiaire avec la mélasse car il y aurait des problèmes de conservation dus au brix final trop faible. D'autre part, si ces produits à brix intermédiaire étaient recyclés en amont du procédé en quantité importante, ils pourraient perturber l'épuration;
f) Le bidon est alors mis à l'atmosphère pour casser la pression suite à la vidange totale;
g) La mélasse brute M_B est diluée avec du JDM à 76 brix à chaud. Cette mélasse est ensuite réchauffée jusqu'à 85°C et envoyée à la régénération;
h) La mélasse réchauffée à 85°C est envoyée par l'entrée haute du bidon, afin de constituer une galette. Cette galette entre progressivement dans le lit de résine. Un effet de "piston" est obtenu, ce qui a pour effet de chasser le JAE à l'intérieur des billes de résine et de le chasser vers le fond du bidon;

L'éluat, constitué par un mélange de JAE et de mélasse, sort du bidon et est collecté dans un bac à mélasse diluée jusqu'à 55 brix;
i) Après régénération, le bidon de résine échangeuse d'ions est à nouveau vidangé et dégazé. On remplit ensuite le bidon de Jus avant Décalcification (JAD) de désucrage qui chasse la mélasse emprisonnée dans les billes de résine vers le fond du bidon;
j) L'éluat sort vers un bac à Mélasse Calcifiée jusqu'à 55 brix;
k) Pour effectuer une phase de désucrage, le bidon est ensuite alimenté avec du JAD. Les éluats jusqu'à 35 brix sont collectés dans un bac à Mélasse Diluée Recyclée (MDR) puis, après temporisation, vers le bac JDM jusqu'à un niveau de consigne. Le bidon est alors de nouveau alimenté avec du JAD, jusqu'à 22 brix.

[0040] Les phases a), b), c) et d) ci-dessus sont ensuite reprises.

Exemple 2 (concernant la deuxième variante)

[0041] On effectue les phases a) à f), comme dans l'Exemple 1 ci-dessus. On effectue ensuite les phases suivantes :

g) Un lavage avec une faible quantité d'eau (0,2 BV) est réalisé sur le lit de résine à sec afin de mieux séparer le JAE de la mélasse;
h) La mélasse brute M_B est diluée avec du JDM à 62 brix. Cette mélasse à 55°C est envoyée à la régénération pour passer à contre-courant à la vitesse de 1,5 BV/h. Le volume à passer est de 1,7 BV;
i) Après régénération, le bidon de résine échangeuse d'ions est à nouveau vidangé et dégazé;
j) Les résines sont alors lavées 4 fois avec 0,18 BV d'eau. Les éluats sont collectés dans le bac de JDM.
k) Un contre-courant au JAD permet de récupérer une fraction diluée (jusqu'à 15 brix) envoyée à l'épuration. Ce bidon est régénéré et prêt à l'emploi.
l) Le JDM sert à diluer la mélasse pour la régénération. L'excédent est utilisé au niveau du 3ème jet pour effectuer des dilutions (sortie de cuite - en malaxeur) ou des clairçages en turbine.

[0042] Les phases a), b), c) et d) sont ensuite reprises.

Revendications

1. Procédé de décalcification de jus de sucrerie épurés d'un procédé de fabrication de sucre, dans lequel lesdits jus, contenant des ions calcium, sont envoyés sur une résine échangeuse d'ions cationique forte sous forme Na^+ ou K^+, où les ions calcium sont remplacés par des ions sodium et/ou potassium ; et dans lequel ladite résine échangeuse d'ions est ensuite soumise à une régénération (ou lavage), ledit procédé étant **caractérisé en ce que** ladite régénération de ladite résine échangeuse d'ions est effectuée à sec avec de la mélasse diluée.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** ladite mélasse est une partie de la mélasse obtenue dans ledit processus de fabrication de sucre.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, **caractérisé en ce que** de la mélasse calcifiée, ayant servi à la régénération de la résine échangeuse d'ions, est mélangée avec de la mélasse du processus pour obtenir une concentration égale à environ 80 % de matière sèche pour être envoyée au stockage.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications

1 à 3, **caractérisé en ce que** la mélasse est envoyée sur la résine échangeuse d'ions à co-courant.

5. Procédé selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** ladite mélasse est diluée à environ 70 à 80 brix (pour cent de matières sèches).

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 et 5, **caractérisé en ce que** ladite mélasse est réchauffée à une température d'environ 80 à 90°C.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 6, **caractérisé en ce que**, pour la régénération, ladite mélasse est envoyée sur ladite résine échangeuse d'ions sous forme de galette.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 7, **caractérisé en ce qu'**après régénération, la résine échangeuse d'ions est amenée à sec et est lavée à sec par du jus épuré sous forme de galette.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** la mélasse est envoyée sur la résine échangeuse d'ions à contre-courant.

10. Procédé selon la revendication 9, **caractérisé en ce que** ladite mélasse est diluée à environ 60 à 65 brix.

11. Procédé selon l'une des revendications 9 et 10, **caractérisé en ce que** ladite mélasse est envoyée à une température d'environ 50 à 60°C.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, **caractérisé en ce qu'**après régénération, la résine échangeuse d'ions est amenée à sec et est lavée à sec à l'eau.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 12, **caractérisé en ce que** les sels de chaux sont éliminés de la mélasse calcifiée provenant de la régénération de la résine échangeuse d'ions en carbonatant ladite mélasse et en séparant le carbonate de calcium formé.

14. Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13 dans la fabrication du sucre de betterave.

15. Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13 dans la fabrication du sucre de canne.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Entkalkung von gereinigten Zuckerfabrik-Säften aus einem Verfahren zur Herstellung von Zucker, in dem die Säfte, die Calciumionen enthalten, über ein starkes Kationenaustauscherharz in Na^+- oder K^+-Form geführt werden, in dem die Calciumionen durch Natrium- oder Kaliumionen ersetzt werden, und in dem das Ionenaustauscherharz dann einer Regeneration (oder einem Waschen) unterworfen wird, wobei das Verfahren **dadurch gekennzeichnet ist, dass** die Regeneration des Ionenaustauscherharzes trocken mit verdünnter Melasse durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Melasse Teil der Melasse ist, die in dem genannten Verfahren zur Herstellung von Zucker erhalten wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die verkalkte Melasse, die zur Regeneration des Ionenaustauscherharzes dient, mit der Melasse des Verfahrens unter Erhalt einer Konzentration von etwa 80% Trockensubstanz vermischt wird, um dann der Lagerung zugeführt zu werden.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Melasse im Gleichstrom über das Ionenaustauscherharz geführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Melasse auf etwa 70-80 Brix (% Trockensubstanz) verdünnt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Melasse wieder auf eine Temperatur von etwa 80-90°C erwärmt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** zur Regeneration die Melasse über das Ionenaustauscherharz in Form einer Scheibe geführt wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Ionenaustauscherharz nach Regeneration getrocknet wird und trocken in Scheibenform durch den gereinigten Saft gewaschen wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Melasse im Gegenstrom über das Ionenaustauscherharz geführt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekenn-**

zeichnet, dass die Melasse auf etwa 60-65 Brix verdünnt wird.

11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Melasse bei einer Temperatur von etwa 50-60°C durchgeführt wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Ionenaustauscherharz nach Regeneration getrocknet wird und trocken mit Wasser gewaschen wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Kalksalze aus der verkalkten Melasse, die aus der Regeneration des Ionenaustauscherharzes stammt, eliminiert werden, indem die Melasse mit Kohlendioxid gesättigt wird und das gebildete Calciumcarbonat abgetrennt wird.

14. Verwendung des Verfahrens nach einem der vorangehenden Ansprüche 1 bis 3 bei der Herstellung von Zuckerrübenzucker.

15. Verwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 13 bei der Herstellung von Rohrzukker.

Claims

1. Process for decalcifying refinery thin juices from a sugar manufacturing process, wherein said juices containing calcium ions are passed over a strong cationic ion exchange resin in the form of Na^+ or K^+, where the calcium ions are replaced by sodium and/or potassium ions; and wherein said ion exchange resin is then subjected to regeneration (or washing), said process being **characterised in that** the regeneration of said ion exchange resin is carried out dry with diluted molasses.

2. Process according to claim 1, **characterised in that** said molasses is part of the molasses obtained in said sugar manufacturing process.

3. Process according to one of claims 1 and 2, **characterised in that** the calcified molasses, having been used to regenerate the ion exchange resin, is mixed with molasses from the process in order to obtain a concentration equal to about 80% of dry matter to be sent for storage.

4. Process according to one of claims 1 to 3, **characterised in that** the molasses is passed in cocurrent over the ion exchange resin.

5. Process according to claim 4, **characterised in that** said molasses is diluted to about 70 to 80 brix (percent of dry matter).

6. Process according to one of claims 4 and 5, **characterised in that** said molasses is heated up to a temperature of about 80 to 90 C.

7. Process according to one of claims 4 to 6, **characterised in that**, for the regeneration, said molasses is passed over said ion exchange resin in the form of a flat cake.

8. Process according to one of claims 4 to 7, **characterised in that** after the regeneration the ion exchange resin is drained and washed dry with thin juice in the form of a flat cake.

9. Process according to one of claims 1 to 3, **characterised in that** the molasses is passed in countercurrent over the ion exchange resin.

10. Process according to claim 9, **characterised in that** said molasses is diluted to about 60 to 65 brix.

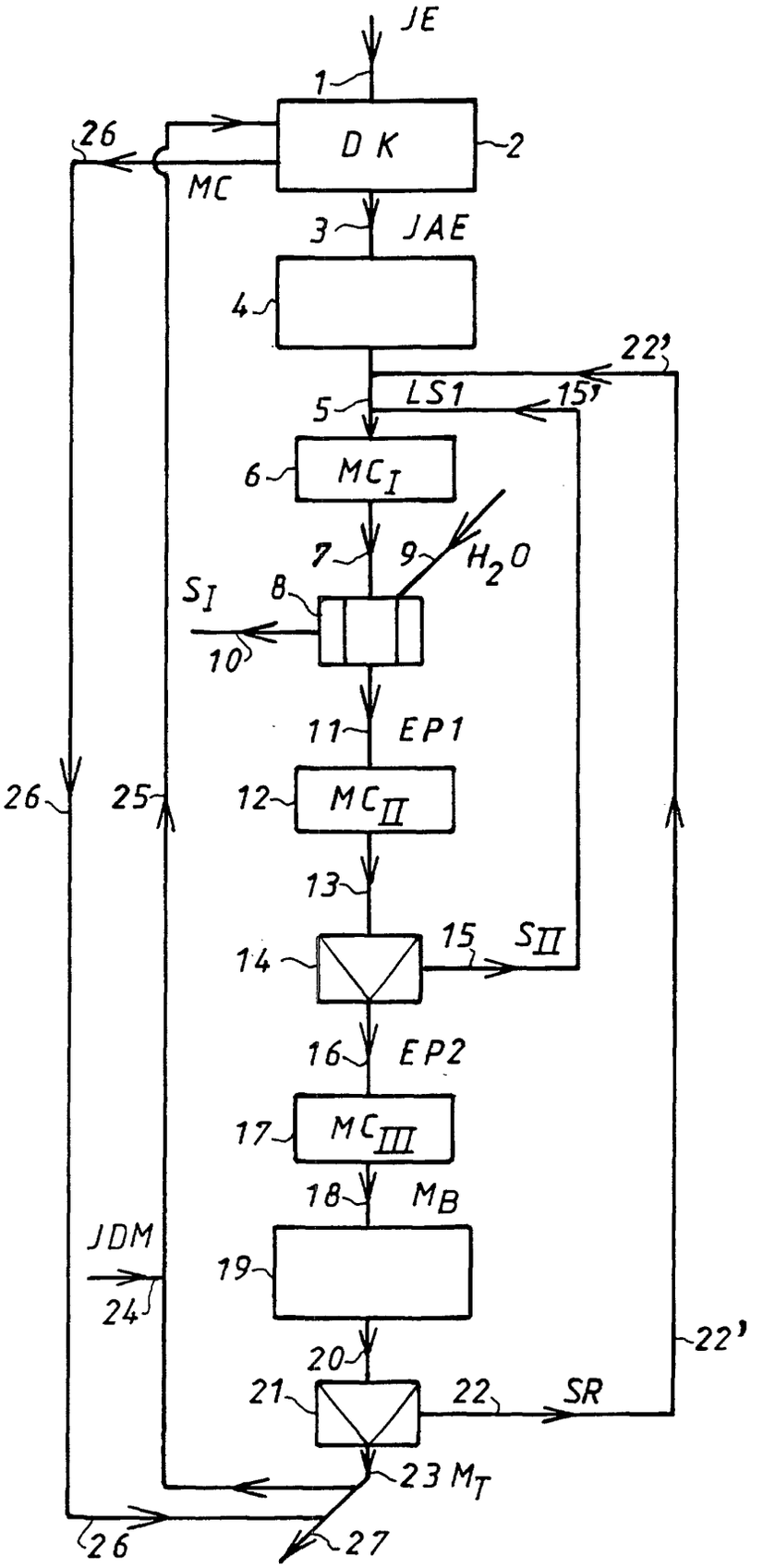
11. Process according to one of claims 9 and 10, **characterised in that** said molasses is sent to a temperature of about 50 to 60 C.

12. Process according to one of claims 9 to 11, **characterised in that** after the regeneration the ion exchange resin is drained and washed dry with water.

13. Process according to one of claims 9 to 12, **characterised in that** the lime salts are eliminated from the calcified molasses obtained from the regeneration of the ion exchange resin by carbonating said molasses and separating the calcium carbonate formed.

14. Use of the process according to any one of claims 1 to 13 in the manufacture of beet sugar.

15. Use of the process according to any one of claims 1 to 13 in the manufacture of cane sugar.


JE
1
DK
2
26
MC
3
JAE
4
22'
LS1
15'
5
6
MC I
7
9
H2O
SI
8
10
11
EP1
26
25
12
MC II
13
14
15
SII
16
EP2
17
MC III
18
MB
JDM
24
19
20
22'
21
22
SR
23 MT
26
27