

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 943 692 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

22.09.1999 Bulletin 1999/38

(51) Int Cl.⁶: **C13D 1/00, C13D 1/08**

(21) Numéro de dépôt: **99400529.6**

(22) Date de dépôt: **04.03.1999**

(84) Etats contractants désignés:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

Etats d'extension désignés:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **19.03.1998 FR 9803374**

(71) Demandeur: **SOCIETE D'EXPLOITATION DE
PRODUITS POUR LES INDUSTRIES
CHIMIQUES-SEPPIC
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)**

(72) Inventeurs:

- **Le Rouzic, Daniel
95120 Ermont (FR)**
- **Gamet, Jean-Claude
18400 Saint Florent Sur Cher (FR)**
- **Lauriot, Jean-Marc
71150 Demigny (FR)**

(74) Mandataire: **Conan, Philippe Claude et al
L'Air Liquide SA,
75 Quai d'Orsay
75321 Paris Cedex 01 (FR)**

(54) **Procédé de désinfection des solutions de sucre par une solution d'acide peracétique**

(57) Procédé de désinfection à l'acide peracétique, des solutions de sucre circulant dans une unité d'extraction du sucre de la betterave à sucre, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre une seule solution aqueuse d'acide peracétique ayant un ratio molaire peroxyde

d'hydrogène sur acide peracétique inférieur ou égal à 4, en l'introduisant en au moins un point de l'installation en amont du ou des tambours de diffusion, et en au moins un point du circuit des eaux provenant du pressage des pulpes avant recyclage vers le tambour de diffusion.

EP 0 943 692 A1

Description

[0001] L'utilisation de désinfectants dans les unités de fabrication du sucre à partir de betteraves à sucre, est une nécessité et de pratique courante. En effet la présence de germes telluriques, tels que la flore lactique, apportés avec les cossettes, se traduit, en cas de développement incontrôlé de cette flore thermophile, par une acidification du milieu, entraînant une hydrolyse du saccharose et, subséquemment une perte de rendement pouvant représenter jusqu'à 1% du sucre produit.

[0002] Depuis les origines de l'industrie du sucre, on utilise le formol comme désinfectant. Mais la prise en compte des problèmes de toxicité, tant des produits désinfectants que des produits de dégradation, de la sécurité de leur utilisation, et des exigences relatives à la qualité du sucre obtenu, a conduit les industriels à s'intéresser à d'autres produits potentiellement désinfectants comme les ammonium quaternaires, les dérivés d'amine, les composés iodés, les composés soufrés, les dithiocarbamates, l'acide benzoïque ou ses dérivées, les acides percarboxyliques, ou les peroxydes. Comme exemples de produits qui ont été essayés seuls ou en mélange, on peut citer l'éthylènediamine, le dioxyde de soufre, le cyanodithiocarbamate de disodium, le N-méthyl dithiocarbamate de potassium, le diméthyl dithiocarbamate, le méthylène bis(dithiocarbamate) de disodium, le diméthyl dithiocarbamate de sodium, les esters de l'acide para-hydroxy benzoïque, l'acide peracétique ou le peroxyde d'hydrogène.

[0003] J. HERCIK et V. DACHOVSKY (Listy Cukrovarnické 91/75 pages 126-132) ont étudié l'utilisation comme désinfectant du Persteril, qui est une solution aqueuse contenant de 36% à 40% en poids d'acide peracétique et de 7 à 10% en poids de peroxyde d'hydrogène, dilué à 0,1%-1%, dans la fabrication de sucre. Ils ont constaté que cette composition ne peut pas remplacer le formol, mais peut, en revanche, limiter l'utilisation de ce dernier.

[0004] R. NYSTRAND (Zuckerindustrie 110(8) (1985) p. 693-698) a déterminé que l'Ekarox® B10, qui est une solution aqueuse contenant 2,5% en poids d'acide peracétique et 30% en poids de peroxyde d'hydrogène, était une alternative valable à la mise en oeuvre du formol, lors de l'extraction du sucre de la betterave à sucre, à une concentration en principes actifs totaux (acide peracétique + peroxyde d'hydrogène) comprise entre 200 et 500 ppm.

[0005] La demande de brevet européen EP 0678 123 publiée le 25 octobre 1995 fait état d'un procédé de désinfection des solutions aqueuses de sucre obtenues pendant l'extraction, mettant en oeuvre deux solutions aqueuses d'acide peracétique, l'une ayant un ratio molaire peroxyde d'hydrogène sur acide peracétique supérieur ou égal à 12, qui est introduite dans les eaux de pulpe pressées, et l'autre ayant un ratio molaire peroxyde d'hydrogène sur acide peracétique inférieur ou égal à 10, qui est introduite dans la fraction centrale des dif-

fuseurs.

[0006] Ce procédé, mettant en oeuvre deux solutions de concentration différentes, n'est pas sans poser de problèmes de mise en oeuvre aux opérateurs de l'unité de production.

[0007] La demanderesse a donc cherché à remédier aux inconvénients rencontrés lors de l'utilisation de l'acide peracétique dans la fabrication du sucre, sans pour autant nuire à l'efficacité de la désinfection, ni engendrer d'effets secondaires négatifs.

[0008] L'invention a pour objet un procédé de désinfection à l'acide peracétique, des solutions de sucre circulant dans une unité d'extraction du sucre de la betterave à sucre, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre une seule solution aqueuse d'acide peracétique ayant un ratio molaire peroxyde d'hydrogène sur acide peracétique inférieur ou égal à 4, en l'introduisant en amont d'un point de l'installation en amont du ou des tambours de diffusion, et en amont d'un point du circuit des eaux provenant du pressage des pulpes avant recyclage vers le tambour de diffusion.

[0009] Dans une première variante du procédé tel que défini précédemment, la solution d'acide peracétique est en outre introduite dans les circuits de transfert de la solution de sucre.

[0010] Dans une seconde variante du procédé tel que défini précédemment, la solution d'acide peracétique est en outre introduite dans les circuits de transferts des résidus de distillation, qui éventuellement, sont recyclés vers les diffuseurs.

[0011] Dans une troisième variante du procédé tel que défini précédemment, la solution d'acide peracétique est en outre pulvérisée sur les betteraves avant découpage en cossettes.

[0012] La solution mise en oeuvre dans le procédé tel que décrit précédemment, est préparée à partir d'une composition commerciale qui contient de 10% à 30% et, de préférence, de 15% à 25% en poids d'acide peracétique, de 15% à 25% en poids de peroxyde d'hydrogène et de 15% à 25% d'acide acétique. et particulièrement à partir d'une composition aqueuse contenant environ 15% en poids d'acide peracétique et 23% en poids de peroxyde d'hydrogène. Cette solution est introduite en continu dans les circuits de l'installation de manière à maintenir une concentration initiale en acide peracétique comprise entre 10 et 300 ppm (partie par million), et de préférence entre 20 et 50 ppm.

[0013] L'exemple suivant illustre l'invention sans toutefois la limiter.

[0014] Une solution d'acide peracétique commercialisée par la société SEPPIC sous le nom BACTIPAL® 15/23, comprenant 15% d'acide peracétique et 23% de peroxyde d'hydrogène a été utilisée en continu à une concentration de 25 à 40 ppm en acide peracétique une quinzaine de jours dans une sucrerie lors d'une campagne d'extraction de sucre de la betterave à sucre, en l'aspergeant sur les betteraves avant découpage, et en l'introduisant en continu aux points suivants de l'instal-

lation:

- dans le circuit des eaux de pulpes pressée,
- en amont de la diffusion, et
- en tête du préparateur de cossettes.

[0015] L'analyse du produit final conduit aux résultats suivants :

- La concentration en acide lactique dans le jus vert est restée constante durant toute la durée de l'essai, le Ph évoluant entre 5,7 et 5,9 ; 10
- la pureté du jus vert est restée supérieure à 89% pendant toute la durée de l'essai ;
- la consommation en sel de chaux a été réduite de près de 10% comparée aux consommations habituelles ; 15
- aucune concentration résiduelle en peroxyde n'est décelée dans le jus vert; les pulpes ou les mélasses ; 20
- la mise en oeuvre du procédé a une influence sur la coloration du sucre blanc ;
- on constate une meilleure pressabilité des pulpes, engendrant une diminution d'énergie à la déshydratation ; 25

[0016] Ces résultats montrent que le procédé mis en oeuvre permet une amélioration notable du procédé d'extraction du sucre, ceci grâce notamment à l'introduction en continu d'une concentration initiale en acide peracétique dans tout le liquide recirculant dans l'installation à un niveau compris entre 25 et 40 ppm, ce que ne décrit, ni ne suggère, l'état de la technique. 30

35

Revendications

1. Procédé de désinfection à l'acide peracétique, des solutions de sucre circulant dans une unité d'extraction du sucre de la betterave à sucre, caractérisé en ce que l'on met en oeuvre une seule solution aqueuse d'acide peracétique ayant un ratio molaire peroxyde d'hydrogène sur acide peracétique inférieur ou égal à 4, en l'introduisant en au moins un point de l'installation en amont du ou des tambours de diffusion, et en au moins un point du circuit des eaux provenant du pressage des pulpes avant recyclage vers le tambour de diffusion. 40
2. Variante du procédé tel que défini à la revendication 1 dans laquelle la solution d'acide peracétique est en outre introduite dans les circuits de transfert de la solution de sucre. 50
3. Variante du procédé tel que défini l'une des revendications 1 ou 2, dans laquelle la solution d'acide peracétique est en outre introduite dans les circuits de transferts des résidus de distillation, qui, éven- 55

tuellement, sont recyclés vers les diffuseurs.

4. Variante du procédé tel que défini l'une des revendications 1 à 3 dans laquelle, la solution d'acide peracétique est en outre pulvérisée sur les betteraves avant découpage en cossettes. 5
5. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 4, dans lequel la solution mise en oeuvre est préparée à partir d'une composition commerciale qui contient de 10% à 30% en poids et, de préférence, de 15% à 25% en poids d'acide peracétique, de 15% à 25% en poids de peroxyde d'hydrogène et de 15% à 25 % d'acide acétique. et particulièrement à partir d'une composition aqueuse contenant environ 15% en poids d'acide peracétique et 23% en poids de peroxyde d'hydrogène.
6. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 5, dans lequel la solution mise en oeuvre est introduite en continu dans les circuits de l'installation d'extraction, de manière à maintenir une concentration initiale en acide peracétique comprise entre 10 et 300 ppm et de préférence entre 20 et 50 ppm.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 99 40 0529

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
D,A	EP 0 678 123 B (SOLVAY INTEROX) 2 avril 1997 * revendications *	1-6	C13D1/00 C13D1/08
A	R.PEHRSSON ET AL.: "The use of peracetic acid formulations in the disinfection of beet sugar extracton plants" ZUCKERINDUSTRIE, vol. 120, no. 7, juillet 1995, pages 593-597597, XP002091667 berlin * 2.1.2 Optimization of the system * * 2.2 Finnsugar* * 3 Conclusions*	1-6	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 83, no. 18, 3 novembre 1975 Columbus, Ohio, US; abstract no. 149459c, J.HERCK ET AL.: "Use of peracetic acid for disinfection in sugar industry" page 136; colonne 1; XP002091669 * abrégé *	1-6	
D	& LISTY CUKROV., vol. 91, no. 6, 1975, pages 126-132,		
D,A	R.NYSTRAND: "disinfectants in beet sugar extraction" ZUCKERINDUSTRIE, vol. 110, no. 8, 1985, pages 693-698, XP002091668 berlin * le document en entier *	1-6	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 7 juin 1999	Examineur Van Moer, A
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 03.82 (P4C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 0529

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

07-06-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 678123 B	25-10-1995	DE 69402408 D	07-05-1997
		DE 69402408 T	30-10-1997
		EP 0678123 A	25-10-1995
		FI 953310 A	05-07-1995
		JP 8502899 T	02-04-1996
		PL 309724 A	13-11-1995
		SK 83095 A	08-05-1996
		US 5565231 A	15-10-1996
		AT 151115 T	15-04-1997
		CA 2152908 A	21-07-1994
		CN 1117298 A	21-02-1996
		CZ 9501757 A	13-12-1995
		ES 2103570 T	16-09-1997
		WO 9416110 A	21-07-1994
		HU 72109 A,B	28-03-1996
		JP 2780136 B	30-07-1998

EPO FORM P460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82