

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 354 965 A2

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
22.10.2003 Bulletin 2003/43

(51) Int Cl.7: **C13D 3/16**, C13D 3/14,
 C13D 3/12, C13F 1/12

(21) Numéro de dépôt: **03290923.6**

(22) Date de dépôt: **14.04.2003**

(84) Etats contractants désignés:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IT LI LU MC NL PT RO SE SI SK TR
 Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK

(72) Inventeurs:
 • **Theoleyre, Marc-André**
75020 Paris (FR)

• **Baudoin, Stanislas**
78410 Aubergenville (FR)

(30) Priorité: **17.04.2002 FR 0204794**

(74) Mandataire: **Kédinger, Jean-Paul et al**
Cabinet Malemont
42, avenue du Président Wilson
75116 Paris (FR)

(71) Demandeur: **APPLEXION**
F-78680 Epone (FR)

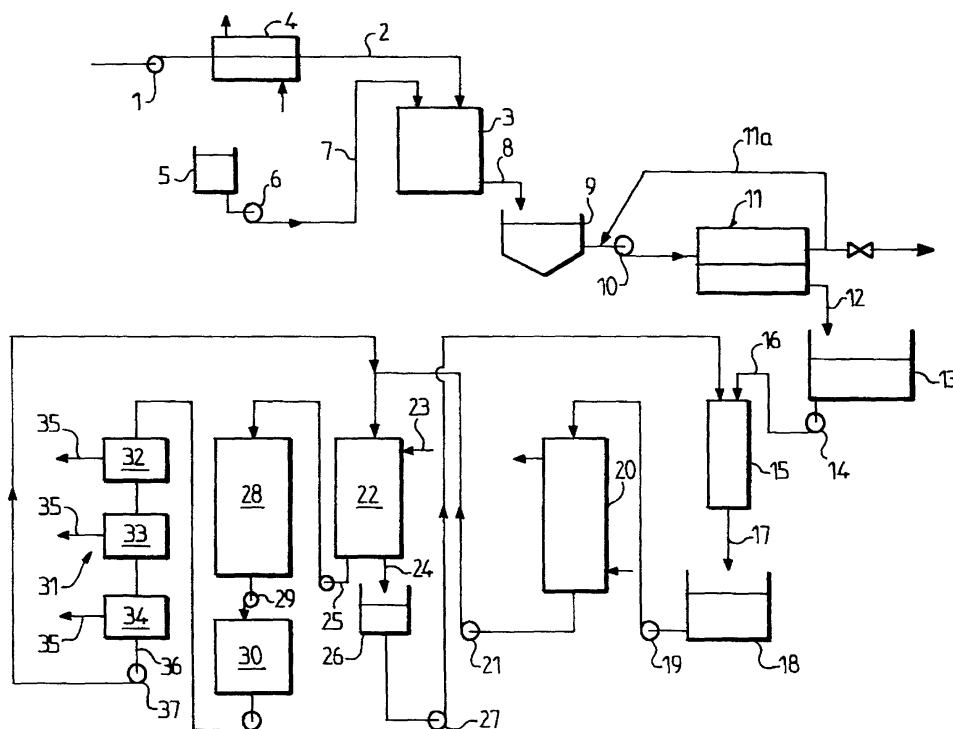
(54) **Procédé et installation de fabrication de sucre raffiné à partir de jus sucré**

(57) Procédé de fabrication de sucre raffiné à partir de jus sucré tel que du jus brut de canne à sucre ou de betterave à sucre, contenant des sucres et des impuretés, caractérisé en ce qu'il comprend les opérations :

- de filtration tangentielle du jus sucré pour obtenir un rétentat et un filtrat,
- d'adoucissement du filtrat pour obtenir un filtrat adouci,
- de concentration du filtrat adouci pour obtenir un si-

rop adouci,

- de chromatographie du sirop adouci pour obtenir un extrait enrichi en sucres et un raffinat enrichi en impuretés,
- de cristallisation à deux ou plus de deux jets, de l'extrait pour obtenir du sucre raffiné et un égout, et
- de combinaison de l'égout avec le sirop adouci afin qu'ils soient tous deux soumis à l'opération de chromatographie.



EP 1 354 965 A2

Description

[0001] La présente invention a pour objet un procédé de fabrication de sucre raffiné à partir de jus sucré, tel qu'un jus brut de canne à sucre ou de betterave à sucre ; elle a également pour objet une installation pour la mise en oeuvre de procédé.

[0002] A ce jour, la production de sucre raffiné (ou sucre blanc) à partir de la canne à sucre comprend un certain nombre de traitements réalisés en sucrerie suivis par un certain nombre de traitements supplémentaires réalisés en raffinerie.

[0003] Schématiquement, les principales étapes de traitement en sucrerie sont l'extraction du sucre par broyage - pressage de la canne ou par diffusion ce qui conduit à un jus sucré brut, la clarification de ce jus par ajout de chaux, neutralisation de cette dernière par du gaz carbonique (dans le cas de la betterave) et décantation du jus ainsi traité, la concentration du jus résultant et enfin la cristallisation et le turbinage du sucre généralement en trois étapes, ce qui conduit à l'obtention de sucre roux et d'une mélasse.

[0004] En raffinerie, les opérations auxquelles est soumis le sucre roux sont pour l'essentiel un affinage (lavage des cristaux par une solution aqueuse saturée de sucre puis turbinage) pour éliminer les impuretés situées à la surface des cristaux, une remise en solution du sucre résultant, une clarification, une décoloration, une cristallisation et un turbinage. Du fait de la pureté relativement élevée du sirop soumis à cette cristallisation, cette dernière opération est plus difficile qu'en sucrerie et exige deux à trois jets, la pureté de l'égout du dernier jet est encore très élevée et le sucre qu'il contient est extrait par une cristallisation complémentaire en 3 ou 4 étapes, dite cristallisation « de bas produits », qui conduit à la production d'un sucre très coloré, qui est recyclé en tête de la raffinerie, et d'une mélasse. On notera qu'en raison de la viscosité élevée du produit soumis à cette cristallisation, cette dernière est coûteuse en matériel et en énergie.

[0005] Depuis plusieurs années, un certain nombre de procédés ont été étudiés pour améliorer la qualité du sucre au niveau de la sucrerie.

[0006] Ainsi, Kwock et al ont proposé, dans le brevet US N° 5 554 227, un procédé conduisant à la production d'un sucre roux à basse coloration dit SVLC « Super Very Low colour » par enchaînement des opérations de filtration sur membrane, d'adoucissement et de cristallisation. Ce procédé permet une simplification du raffinage du sucre roux et en particulier la suppression des opérations d'affinage et d'épuration. Il permet également la mise en oeuvre d'une étape de chromatographie pour récupérer le sucre des mélasses et améliorer ainsi le rendement d'extraction de la sucrerie. Cette chromatographie conduit généralement à la production de deux fractions, à savoir un extrait riche en sucre et un raffinat contenant les impuretés du sucre.

[0007] Mc Kearny et al ont pour leur part proposé, dans la demande internationale WO 95/16 794, la chromatographie comme moyen de purification des jus de betterave après leur clarification, adoucissement et concentration et avant cristallisation. Ce document montre qu'en partant d'un sirop d'une pureté (pourcentage en poids de sucre par rapport à la matière sèche) d'environ 90 %, la chromatographie permet de remonter cette pureté à au moins 94 %. La cristallisation d'un tel sirop en trois jets fournit un sucre blanc et une mélasse d'une pureté d'environ 60 %.

[0008] Cependant, l'application de ce procédé au jus de canne n'est pas envisageable d'un point de vue économique.

[0009] En effet, la production de sucre blanc à partir de jus de canne, exige de partir d'un sirop ayant une pureté très supérieure à celle d'un sirop de betterave, à savoir de l'ordre de 98 % au lieu de 94 %. Dans ces conditions, il devient impossible de produire du sucre blanc avec un bon rendement par une cristallisation à 3 jets car pour préserver la qualité du sucre produit, il n'est pas possible de cristalliser à chaque jet plus de 50 à 60 % du sucre présent.

[0010] Une solution à ce problème serait de prolonger la cristallisation par 2 ou 3 jets dits d'épuisement, ce qui revient à reproduire la cristallisation des bas produits mise en oeuvre en raffinerie, et que l'on cherche précisément à éviter.

[0011] Le but de la présente invention est donc de résoudre le problème susvisé de manière économique et pour ce faire elle propose un procédé de fabrication de sucre raffiné (ou sucre blanc) à partir d'un jus sucré tel que du jus brut de canne à sucre ou de betterave à sucre, contenant des sucres et des impuretés, ce procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les opérations :

- de filtration tangentielle du jus sucré pour obtenir un rétentat et un filtrat,
- d'adoucissement du filtrat pour obtenir un filtrat adouci,
- de concentration du filtrat adouci pour obtenir un sirop adouci,
- de chromatographie du sirop adouci pour obtenir un extrait enrichi en sucres et un raffinat enrichi en impuretés,
- de cristallisation à deux ou plus de deux jets, de l'extrait pour obtenir du sucre raffiné et un égout, et
- de combinaison de l'égout avec le sirop adouci afin qu'ils soient tous deux soumis à l'opération de chromatographie.

[0012] Ainsi, conformément à la présente invention il n'y a pas prolongement de la cristallisation, mais recyclage de l'égout du dernier jet de cristallisation pour le soumettre à l'opération de chromatographie conjointement avec le sirop issu de l'opération de concentration.

[0013] Il n'y a donc plus production de mélasse, les non-sucre (impuretés) du jus sucré étant éliminés dans la fraction raffinat de la chromatographie et le sucre du dernier égout étant récupéré dans la fraction extrait de ladite chromatographie, ce qui augmente le rendement global.

[0014] Avantageusement, le procédé selon l'invention comprend en outre une opération de clarification du jus sucré avant de le soumettre à l'opération de filtration tangentielle ; cette clarification élimine les matières non dissoutes.

[0015] Par ailleurs, l'opération de filtration tangentielle sera de préférence choisie parmi une ultrafiltration tangentielle, une microfiltration tangentielle et une nanofiltration tangentielle ; ces techniques de filtration, qui mettent en oeuvre des membranes appropriées, sont bien connues dans la technique antérieure.

[0016] L'opération d'adoucissement comprend de préférence une opération d'échange d'ions faisant appel à une résine échangeuse d'ions (cations), par exemple sous forme Na⁺.

[0017] On notera qu'avant de soumettre l'extrait formé au cours de l'opération de chromatographie, à l'opération de cristallisation, on le soumet à une opération de concentration.

[0018] Le procédé selon l'invention peut en outre comprendre une opération de décoloration de l'extrait, de préférence l'extrait concentré, avant de le soumettre à l'opération de cristallisation ; cette décoloration peut être constituée par le traitement de l'extrait par une résine absorbante.

[0019] On ajoutera que selon l'invention, il est avantageusement prévu une opération de régénération de la résine échangeuse d'ions mise en oeuvre dans l'opération d'adoucissement, au moyen du raffinat produit lors de l'opération de chromatographie.

[0020] La présente invention a par ailleurs pour objet une installation pour la mise en oeuvre du procédé ci-dessus décrit, cette installation étant caractérisée en ce qu'elle comprend :

- une source de jus sucré,
- des moyens de filtration tangentielle du jus sucré provenant de cette source, ces moyens comprenant une sortie de filtrat,
- des moyens d'adoucissement du filtrat comprenant une sortie de filtrat adouci,
- des moyens de concentration du filtrat adouci, comprenant une sortie de sirop,
- des moyens de chromatographie dudit sirop, comprenant une sortie de raffinat et une sortie d'extrait,
- des moyens de concentration de l'extrait, comprenant une sortie d'extrait concentré,
- des moyens de cristallisation, à deux ou plus de deux jets, de l'extrait concentré, comprenant des moyens de récupération de sucre cristallisé et des moyens de récupération de l'égout du dernier jet de cristallisation, et
- des moyens d'amenée de cet égout en tête des moyens de chromatographie.

[0021] L'installation ci-dessus peut en outre comprendre des moyens de décoloration de l'extrait concentré issu de la sortie d'extrait concentré des moyens de concentration.

[0022] Enfin, les moyens d'adoucissement comprennent avantageusement une résine échangeuse d'ions, des moyens d'amenée du raffinat en tête des moyens d'adoucissement étant alors prévus en vue de la régénération de ladite résine.

[0023] Un mode de réalisation de la présente invention est décrit ci-après avec référence à la figure unique ci-jointe qui est une représentation schématique de l'installation selon l'invention.

[0024] Le produit de départ mis en oeuvre dans ce procédé est un jus brut de canne, par exemple obtenu par broyage - pressage de cannes, ce qui conduit à un résidu fibreux (bagasse) et un jus brut ; en variante, on peut faire appel à la technique de diffusion consistant à épuiser par de l'eau chaude des cannes découpées en fragment, ce qui conduit à un résidu et à un jus brut. Bien entendu, le jus brut de départ pourrait également être un jus brut de betterave à sucre.

[0025] Le jus brut susvisé, qui contient des sucres et des non-sucre est éventuellement soumis à une clarification.

[0026] Cette clarification a pour but d'éliminer la majeure partie des matières solides en suspension. A cet effet, le jus brut est amené par la pompe de circulation 1 et le conduit 2 à la partie haute d'un réservoir de floculation 3, après avoir été réchauffé de préférence à 70-105° C, par exemple au moyen d'un échangeur de chaleur indirect 4. Dans ce réservoir 3, il est mélangé sous agitation vive avec une suspension de chaux éteinte stockée dans le réservoir 5 et amenée depuis ce dernier à la partie haute du réservoir 3 par une pompe de circulation 6 et un conduit 7. Un agent floculant, tensioactif cationique, anionique ou non-ionique, tel que le Separan de la Société DEGREMONT, est ensuite introduit dans le jus chaulé. Habituellement, la dose de chaux sera de 0,5 à 4 g/l de jus et la quantité d'agent floculant sera de 1 à 10 mg/kg de matière sèche du jus à traiter. Le jus chaulé additionné de l'agent floculant est alors amené par un conduit 8 dans un bac de décantation 9.

[0027] Bien que cela ne soit pas représenté sur la figure unique, le fond du bac 9 peut être pourvu d'un conduit et d'une pompe d'extraction amenant le dépôt solide rassemblé dans la partie conique du bac 9 dans une unité de filtration (par exemple filtre rotatif), le filtrat étant ensuite ramené dans le bac 9. Après un temps de contact de l'ordre de 30 à 120 minutes entre le jus sucré brut et l'agent floculant, le liquide surnageant (jus clarifié) dans le bac 9 est extrait de ce dernier par une pompe de circulation 10 refoulant dans une unité 11 de microfiltration tangentielle, d'ultrafiltration

tangentielle ou de nanofiltration tangentielle. Si nécessaire, le surnageant ainsi soutiré du bac 9 peut être réchauffé afin que l'opération dans cette unité 11 ait lieu à une température de l'ordre de 70 à 99° C et de préférence de 95 à 99° C. La membrane utilisée dans l'unité 11 peut être du type organique ou du type minéral (par exemple en TiO_2 ou ZrO_2) et présenter un seuil de coupure correspondant à un poids moléculaire d'au moins 1 000, de bons résultats étant obtenus avec une membrane d'ultrafiltration ayant un seuil de coupure correspondant à un poids moléculaire de 300 000, ainsi qu'avec une membrane de microfiltration ayant un diamètre de pore de 0,1 μm . Ainsi, utilisation peut être faite par exemple de la membrane KERASEP® disponible auprès de la société française TECH-SEP ou de la membrane FIMTEC® GR 90 PP de la société américaine DOW. La vitesse de circulation tangentielle du jus clarifié est adaptée à la géométrie du module de micro-, ultra- ou nanofiltration mis en oeuvre et pourra être de l'ordre de 2 à 9 m/s, de préférence 6 m/s. Cette vitesse de circulation est réglée par la pompe 10, étant précisé qu'une partie du jus filtré est ramenée par une conduite de retour 11 a à l'aspiration de ladite pompe 10.

[0028] Le filtrat (perméat) issu de l'unité 11 est ensuite acheminé par un conduit 12 dans un réservoir de stockage 13 à partir duquel il est soutiré par une pompe 14 pour être amené en tête d'une colonne d'adoucissement 15 remplie d'une résine échangeuse de cations, notamment une résine cationique forte, sous la forme Na^+ et/ou K^+ , par exemple une résine de Rhom et Haas. Cette colonne est pourvue, à sa partie haute, d'une amenée 16 de filtrat reliée au refoulement de la pompe 14 et, à sa partie basse, d'un conduit 17 de sortie de filtrat adouci (teneur en ions Ca^{2+} et/ou Mg^{2+} de l'ordre de 10 à 50 ppm), les ions Ca^{2+} et/ou Mg^{2+} présents dans le filtrat amené en tête de colonne (teneur en ions Ca^{2+} et/ou Mg^{2+} de l'ordre de 300 à 3000 ppm) étant retenus par la résine au cours de la progression du filtrat à travers la colonne en déplaçant les ions Na^+ et/ou K^+ de cette résine.

[0029] Le filtrat adouci évacué par le conduit 17 parvient ensuite dans un réservoir 18 d'où il est soutiré par une pompe 19 pour être amené dans une unité de concentration 20 qui peut être par exemple un évaporateur tel qu'un évaporateur à flot tombant. Le sirop obtenu en sortie de cette unité 20 est ensuite amené par une pompe 21 dans une unité de chromatographie 22. Cette unité peut être du type colonne comprenant un support fixe constitué par une résine cationique forte, sous la forme Na^+ et/ou K^+ , par exemple la résine DOWEX® C356 de la société DOW, le liquide d'élution étant de l'eau amenée en partie haute de la colonne par un conduit 23. Cette même colonne 22 est pourvue à sa partie basse d'un conduit 24 d'évacuation d'un premier effluent liquide (raffinat) appauvri en sucres, enrichi en sels de Na et/ou K et élué en premier lieu et d'un conduit 25 d'évacuation d'un second effluent liquide (extrait) enrichi en sucres, appauvri en sels de Na et/ou K et élué en second lieu. Ledit raffinat issu du conduit 24 est reçu dans un bac de stockage 26. En raison de sa forte teneur en ions Na^+ et/ou K^+ , ledit raffinat peut avantageusement être utilisé comme liquide de régénération de la colonne d'adoucissement 15. A cet effet, le raffinat reçu dans le bac de stockage 26 est amené via une pompe 27 en tête de la colonne d'adoucissement 15. Le circuit 26-27 sera mis en service lorsque l'on souhaitera régénérer la résine garnissant la colonne 15, ledit raffinat servant de liquide de régénération en raison de sa teneur élevée en Na^+ et/ou K^+ . Dans ce but, il suffira d'arrêter la pompe 14, mettre en marche la pompe 27 et dériver l'effluent s'échappant du conduit 17 vers un réservoir autre que le réservoir 18.

[0030] Quant à l'extrait issu du conduit 25, il est amené dans une unité de concentration 28 qui peut par exemple être du même type que l'unité de concentration 20 susvisé.

[0031] On notera que l'unité de chromatographie 22 peut en variante être du type à lit mobile simulé séquentiel.

[0032] Si on le souhaite, l'extrait concentré obtenu en sortie de l'unité 28 est ensuite amené par une pompe 29 dans une unité de décoloration 30 qui peut comprendre une colonne garnie d'une matière absorbante telle que du noir animal, du charbon actif ou une résine de décoloration par exemple une résine anionique forte sous forme de chlorure, telle que la résine IRA 900® de Rohm et Haas. Dans cette colonne 30, la décoloration est de préférence réalisée à chaud, par exemple à 80° C. La nature et la quantité de matière absorbante seront choisies pour obtenir un sucre cristallisé blanc.

[0033] L'extrait ainsi décoloré est ensuite amené dans une unité de cristallisation 31 à plusieurs jets, trois jets dans l'installation représentée.

[0034] Plus précisément, cette unité 31 comprend trois étages de cristallisation 32, 33, 34 correspondant respectivement aux trois jets susvisés. A chacun de ces étages est formé du sucre cristallisé qui est séparé de l'égout par turbinage. Le sucre cristallisé est évacué par des moyens d'évacuation appropriés référencés globalement 35.

[0035] Par ailleurs, l'égout de troisième jet évacué de l'étage 34 par le conduit 36 est amené via une pompe de circulation 37 en un point situé entre la pompe 21 et l'unité de chromatographie 22, de manière à être mélangé au sirop issu de l'unité de concentration 20 ; un bac de stockage d'égout (non représenté) est éventuellement présent sur le circuit amenant l'égout en cause de l'étage 34 à l'unité de chromatographie 22.

[0036] Conformément à la présente invention, la pureté en saccharose (exprimée par le pourcentage de saccharose par rapport à la matière sèche) et le degré de coloration (exprimé en unités ICUMSA) de différents effluents formés au cours du procédé mis en oeuvre dans l'installation décrite ci-dessus, sont comme suit :

	Matière sèche (%)	Pureté en saccharose (%)	Coloration (ICUMSA)
Jus clarifié	100	90,0	10 000
Sirop (issu de l'unité de concentration 20)	100	90,0	10 000
Liquide amené en tête de l'unité de chromatographie (mélange sirop + égout)	114	89,7	10 000
Extrait	102	98,2	2 000
Raffinat	12	17,0	—
Egout (issu de l'étage 34)	14	87,8	10 000
Sucre cristal	88	100,0	≤ 200

[0037] Les chiffres qui précèdent montrent que le procédé et l'installation selon l'invention permettent l'obtention d'un sucre cristallisé de grande qualité ; en effet, au lieu d'une couleur standard de l'ordre de 1000 ICUMSA, on produit selon l'invention un sucre à moins de 200 ICUMSA, voire moins de 100 ICUMSA en augmentant le taux de clairçage, étant précisé qu'il est même possible d'obtenir un sucre de très basse couleur (< 50 ICUMSA) si l'on met en oeuvre la décoloration dans l'unité 30.

[0038] Par ailleurs, par rapport à une sucrerie conventionnelle, le procédé selon l'invention permet un rendement d'extraction du sucre calculé à l'entrée de l'atelier de cristallisation qui passe de 88 % à plus de 96 %.

Revendications

1. Procédé de fabrication de sucre raffiné à partir de jus sucré tel que du jus brut de canne à sucre ou de betterave à sucre, contenant des sucres et des impuretés, qui comprend les opérations :

- de filtration tangentielle du jus sucré pour obtenir un rétentat et un filtrat,
- d'adoucissement du filtrat pour obtenir un filtrat adouci,
- de concentration du filtrat adouci pour obtenir un sirop adouci,
- de chromatographie du sirop adouci pour obtenir un extrait enrichi en sucres et un raffinat enrichi en impuretés, et
- de cristallisation à deux ou plus de deux jets, de l'extrait pour obtenir du sucre raffiné et un égout,

caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'opération :

- de combinaison de l'égout avec le sirop adouci afin qu'ils soient tous deux soumis à l'opération de chromatographie.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une opération de clarification du jus sucré avant de le soumettre à l'opération de filtration tangentielle.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** l'opération de filtration tangentielle est choisie parmi une ultrafiltration tangentielle, une microfiltration tangentielle et une nanofiltration tangentielle.

4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3, **caractérisé en ce que** l'opération d'adoucissement comprend une opération d'échange d'ions faisant appel à une résine échangeuse d'ions.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une opération de concentration de l'extrait avant de le soumettre à l'opération de cristallisation, pour obtenir un extrait concentré.
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une opération de décoloration de l'extrait avant de le soumettre à l'opération de cristallisation.
- 10 7. Procédé selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** l'opération de décoloration comprend le traitement dudit extrait par une résine absorbante.
8. Procédé selon la revendication 6 ou 7, **caractérisé en ce que** l'opération de décoloration est effectuée sur l'extrait concentré.
- 15 9. Procédé selon l'une des revendications 4 à 8, **caractérisé en ce qu'il** comprend de plus une opération de régénération de la résine échangeuse d'ions mise en oeuvre dans l'opération d'adoucissement, au moyen du raffinat produit lors de l'opération de chromatographie.
- 20 10. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'un quelconque des revendications précédentes, **caractérisée en ce qu'elle** comprend :
 - une source de jus sucré,
 - des moyens de filtration tangentielle du jus provenant de cette source, ces moyens comprenant une sortie de filtrat,
 - 25 - des moyens d'adoucissement du filtrat comprenant une sortie de filtrat adouci,
 - des moyens de concentration du filtrat adouci, comprenant une sortie de sirop,
 - des moyens de chromatographie du sirop, comprenant une sortie de raffinat et une sortie d'extrait,
 - des moyens de concentration de l'extrait, comprenant une sortie d'extrait concentré,
 - 30 - des moyens de cristallisation, à deux ou plus de deux jets, de l'extrait concentré, comprenant des moyens de récupération de sucre cristallisé et des moyens de récupération de l'égout du dernier jet de cristallisation, et
 - des moyens d'amenée de cet égout en tête des moyens de chromatographie.
- 35 11. Installation selon la revendication 10, **caractérisé en ce qu'elle** comprend en outre des moyens de décoloration de l'extrait concentré issu de la sortie d'extrait concentré des moyens de concentration.
- 40 12. Installation selon la revendication 10 ou 11, **caractérisé en ce que** les moyens d'adoucissement comprennent une résine échangeuse d'ions et **en ce qu'elle** comprend en outre des moyens d'amenée du raffinat en tête des moyens d'adoucissement en vue de la régénération de ladite résine.

