



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Numéro de publication: **0 419 384 B1**

12

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

49 Date de publication de fascicule du brevet: **29.03.95** 51 Int. Cl.⁶: **C13D 3/08**

21 Numéro de dépôt: **90420412.0**

22 Date de dépôt: **19.09.90**

54 **Procédé de décoloration de jus sucré.**

30 Priorité: **21.09.89 FR 8912615**

43 Date de publication de la demande:
27.03.91 Bulletin 91/13

45 Mention de la délivrance du brevet:
29.03.95 Bulletin 95/13

84 Etats contractants désignés:
BE DE ES FR GB IT LU NL

56 Documents cités:
AT-B- 324 248
FR-A- 775 471
US-A- 4 076 552
US-A- 4 196 017

**E. DELDEN: "Standard fabrication practices
for cane sugar mills", 1981, sugar**

**series, vol. 1, page 51, Elsevier Scientific
Publishing Co., Amsterdam, NL**

73 Titulaire: **ELF ATOCHEM S.A.**
4 & 8, Cours Michelet
La Défense 10
F-92800 Puteaux (FR)

72 Inventeur: **Boussely, Jean-François M.**
11, rue Gaston Bourdin
F-93200 Saint-Denis (FR)
Inventeur: **Pouillot, Michel M.**
2, Allée des Tilleuls,
Le Monastère
F-92410 Ville D'Avray (FR)

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).

Description

La présente invention concerne un procédé de décoloration de jus sucré dans l'extraction du sucre contenu dans des plantes comme la betterave ou la canne à sucre, plus particulièrement un procédé de décoloration d'un tel jus qui fait appel au peroxyde d'hydrogène.

L'extraction du sucre comporte communément quatre opérations principales :

- la formation d'un jus brut, par exemple par écrasement de la plante comme dans le cas de la canne à sucre ou par diffusion du sucre de la plante dans l'eau comme dans le cas de la betterave sucrière,
- l'épuration ou purification du jus brut par action de la chaux, dite chaulage, suivie d'une carbonatation puis d'une sulfitation et éventuellement d'une décalcification pour fournir un jus épuré qui, par rapport au jus brut, renferme une quantité d'impuretés, les "non-sucre", réduite le plus souvent au moins de moitié,
- la concentration du jus épuré, par évaporation d'eau, pour fournir un jus concentré, ou jus dense, liquide sirupeux renfermant généralement de l'ordre de 70 % de sucre, duquel le sucre est séparable par cristallisation,
- la cristallisation du jus dense, suivie du séchage, pour fournir le sucre blanc commercial et une mélasse comme résidu.

Une description de l'extraction du sucre se trouve par exemple dans "Sucrierie Française" Octobre 1985, 439-454, ou dans le brevet des Etats Unis d'Amérique n° 4076552.

La présence d'impuretés colorées ou génératrices de coloration dans le jus dense, gêne, voire rend impossible, l'obtention de sucre cristallisé de qualité satisfaisante.

Comme le montrent les documents cités plus haut, c'est par sulfitation du jus avant concentration qu'est limitée aujourd'hui l'influence de telles impuretés. Le SO₂ est l'agent de sulfitation ordinairement utilisé.

Il présente non seulement les inconvénients liés à son odeur et à sa toxicité mais aussi celui de laisser du soufre résiduel dans les effluents de cristallisation comme dans le sucre produit, quand les normes ou recommandations en ce domaine deviennent de plus en plus draconiennes.

Le remplacement de la sulfitation par une opération au moins aussi efficace mais ne posant pas de problème de qualité du sucre est donc souhaitée par l'industrie.

R.F. MADSEN, W. KOFOD NIELSEN, B. WINSTROM-OLSEN, T.E. NIELSEN, "Sugar Technology Review", 6(1978/79), 49-115, en particulier pages 108-110, constatent que l'addition de pe-

roxyde d'hydrogène dans la diffusion ou dans le jus brut a un effet favorable sur la coloration du jus avant concentration sans qu'il soit possible toutefois d'éviter la sulfitation qui reste une des conditions nécessaires pour ne pas avoir un brunissement exagéré lors de l'évaporation. L'addition de peroxyde d'hydrogène dans la diffusion présente de plus l'inconvénient de foncer la couleur de la matière végétale épuisée de son sucre, la pulpe, dont le blanchiment en vue de son utilisation dans le domaine alimentaire sera d'autant plus difficile et onéreux.

L'addition de peroxyde d'hydrogène dans le jus brut est encore préconisée dans le brevet des Etats Unis d'Amérique n° 4076552 déjà cité. Selon ce brevet le peroxyde d'hydrogène doit être ajouté au jus juste avant et/ou pendant la carbonatation. Pour être réalisée au mieux, cette méthode exige qu'au cours d'une première carbonatation en l'absence de peroxyde d'hydrogène le pH soit maintenu entre des limites étroites. Le peroxyde d'hydrogène doit de plus être ajouté en présence d'une quantité suffisamment importante de carbonate de calcium faute de quoi son effet est moindre et peut même se traduire par une plus forte coloration du jus. Le brevet confirme l'observation de R.F. MADSEN et coll. déjà cités, quant à la nécessité de faire suivre l'action du peroxyde d'hydrogène d'une sulfitation avant concentration. Le brevet enseigne encore qu'un des rôles de la sulfitation est d'assurer la destruction de tout peroxyde d'hydrogène résiduel qui sinon aurait un effet nuisible sur la qualité du sucre produit.

Ainsi, selon l'art de la technique, le peroxyde d'hydrogène n'est pas substituable à un agent de sulfitation comme le SO₂ dans le traitement d'un jus qui doit subir une concentration par évaporation d'eau et qui est désigné dans tout ce qui suit par jus dilué.

C'est pourtant cette substitution que permet le procédé de la présente invention qui ne présente pas les inconvénients signalés plus haut et est réalisé indépendamment des opérations d'obtention du jus brut et de chaulage-carbonatation tout en limitant efficacement la coloration du jus concentré.

Le brevet AT-B-324 248 divulgue un procédé dans lequel on ajoute à un jus brut de betterave ou de canne du peroxyde d'hydrogène. Cet ajout est réalisé en deux étapes distinctes qui sont suivies chacune d'une filtration pour donner finalement un jus épuré et filtré apte à subir une concentration en sucre par évaporation.

Le brevet US-A-4196017 enseigne un procédé pour diminuer la teneur en impuretés colorées d'une solution aqueuse sucrée. Ce procédé consiste à ajouter à cette solution du peroxyde d'hydrogène puis un tensio-actif cationique suivi d'un

agent de chaulage, de charbon végétal et d'une terre de diatomée, avant de filtrer. Ce procédé ne comporte pas de réglage du pH entre 8 et 9,5. De plus, il est indiqué que l'utilisation du peroxyde d'hydrogène seul ou avec du charbon ne conduit pas à des résultats satisfaisants.

La présente invention consiste en un procédé d'extraction du sucre contenu dans des plantes comme la betterave sucrière ou la canne à sucre, dans lequel un jus dilué est concentré par évaporation d'eau pour conduire à un jus duquel le sucre est séparable par cristallisation, caractérisé en ce qu'une concentration par évaporation d'eau porte sur un jus dilué additionné d'une quantité de peroxyde d'hydrogène (compté en 100 %) supérieure à 30 g par tonne de matière première comme la betterave ou la canne, et en ce que ledit jus dilué, addition faite du peroxyde d'hydrogène, a un pH compris entre 8 et 9,5.

Ce qui a été énoncé plus haut à propos des quatre opérations principales de l'extraction vaut pour le procédé de l'invention sauf évidemment pour ce qui a trait à la sulfitation qui est évitée.

La quantité de peroxyde d'hydrogène dont est additionné le jus dilué peut varier dans d'assez larges limites mais un résultat sensible n'est généralement pas obtenu lorsque sont ajoutés moins de 30g. environ de peroxyde d'hydrogène compté en 100 % par tonne de matière première, comme la betterave ou la canne, présentée à l'extraction pour former le jus brut comme dit plus avant.

Dans tout ce qui suit la quantité de peroxyde d'hydrogène ajouté au jus dilué pour former le jus dilué additionné de peroxyde d'hydrogène est comptée comme il est dit juste ci-dessus. Elle est de préférence comprise entre 50 g/t et 100g/t.

Le peroxyde d'hydrogène est ajouté au jus dilué à concentrer, sous forme normalement d'une solution aqueuse commerciale comme par exemple une solution à 35 % à 50 % en poids de peroxyde d'hydrogène.

Le jus dilué, avec du peroxyde d'hydrogène additionné, est à une température qui peut être comprise entre environ 20 °C et 150 °C mais qui se trouve de préférence dans la gamme des températures auxquelles est réalisée la concentration du jus dilué par évaporation d'eau, par exemple entre environ 40 °C et 120 °C, de préférence entre environ 60 °C et 100 °C.

Le jus dilué, avec du peroxyde d'hydrogène additionné, est à une pression qui peut dépendre de la température choisie et qui est normalement comprise entre la pression atmosphérique et une pression inférieure égale à environ 0,08 bar, le plus souvent entre la pression atmosphérique et 0,1 bar environ.

Le pH du jus dilué, addition faite du peroxyde d'hydrogène, est de préférence compris entre envi-

ron 8,5 et 9.

Il peut être assuré naturellement par le seul fait de l'addition du peroxyde d'hydrogène au jus dilué, ou, le cas échéant être réglé au moyen d'un agent non soufré compatible avec l'usage alimentaire comme par exemple l'acide acétique.

Si le jus dilué, addition faite du peroxyde d'hydrogène, a un pH supérieur à 9,5 quand il est soumis à une concentration par évaporation d'eau, le jus dense obtenu est nettement plus coloré que celui résultant de la concentration par évaporation d'eau du même jus dilué non additionné de peroxyde d'hydrogène mais soumis à une sulfitation avant concentration.

Si le jus dilué, addition faite du peroxyde d'hydrogène, a un pH inférieur à 8 quand il est soumis à une concentration par évaporation d'eau, la cristallisation du sucre à partir du jus dense est rendue difficile.

Le jus dilué auquel est additionné le peroxyde d'hydrogène contient le plus souvent environ 10 % à 50 % de sucre en poids.

Le jus dilué auquel s'applique l'invention peut être en effet un jus dilué qui n'a pas encore été soumis à une concentration par évaporation d'eau et/ou un jus qui a déjà été partiellement concentré de cette manière au cours de sa transformation en jus dense duquel le sucre est séparé par cristallisation.

Le résultat visé par la présente invention est normalement atteint en une durée entre le moment où le peroxyde d'hydrogène est mis en oeuvre et celui auquel le jus dilué se retrouve sous forme de jus dense, qui n'excède pas une vingtaine de minutes environ. Le plus souvent cette durée est de l'ordre de 5 à 15 minutes.

L'équipement pour réaliser la présente invention, de la mise en oeuvre du peroxyde d'hydrogène à l'obtention du jus dense, est conçu comme celui connu aujourd'hui pour convenir à la concentration par évaporation d'eau d'un jus dilué en un jus dense. Le matériau choisi doit convenir aux conditions d'exécution du procédé et aux exigences du domaine alimentaire. L'acier inoxydable répond à cette double exigence.

Les exemples suivants, donnés à titre indicatif mais non limitatif, illustrent l'invention en comparaison avec des techniques connues.

Dans ces exemples la coloration des jus est déterminée par mesure de l'absorbance à 420 nm à l'aide d'un réfractomètre sur les divers jus concernés filtrés sur membrane poreuse. Cette méthode est connue de l'homme du métier. Elle est basée sur le protocole établi au niveau des Communautés Européennes et est décrit par exemple en 1984 par l'IRIS-Institut de Recherche de l'Industrie Sucrière.

Dans chacun des exemples, la valeur 100 est attribuée à la coloration du jus dense obtenu à partir du jus dilué auquel est appliqué la présente invention.

Dans chacun des exemples, une valeur de la coloration supérieure à 100 signifie pour le jus dilué ou pour un jus en dérivant autre que le jus dense obtenu selon l'invention, une coloration plus foncée que celle dudit jus dense.

A l'inverse une valeur de la coloration inférieure à 100 traduit pour le jus dilué ou pour un jus en dérivant autre que le jus dense obtenu selon l'invention, une coloration plus blanche que celle dudit jus dense.

Les jus de départ utilisés dans tous les exemples sont des jus dilués industriels. Ils renferment, à côté de l'eau et des impuretés, de 14 % à 15 % de sucre en poids.

Le peroxyde d'hydrogène est engagé sous forme de solution aqueuse commerciale à 35 % de peroxyde d'hydrogène en poids. Les valeurs des quantités engagées de peroxyde d'hydrogène sont exprimées en grammes de peroxyde d'hydrogène 100 % par tonne de matière première présentée à l'extraction pour former le jus brut, g./T., comme cela été dit plus avant dans ce texte.

Lorsqu'il y a sulfitation du jus dilué avant évaporation d'eau au lieu que le peroxyde d'hydrogène intervienne selon l'invention, elle est pratiquée de façon classique, à l'aide de SO₂ engagé à raison de 205 g./tonne de matière définie comme pour les quantités de peroxyde d'hydrogène.

La matière première est ici la betterave sucrière.

Exemple 1 :

Le jus dilué de départ, dont le pH est égal à 9,3 et la valeur de la coloration égale à 90, est additionné de peroxyde d'hydrogène à raison de 73,5 g./T.

Addition faite du peroxyde d'hydrogène, le pH du jus est amené à une valeur égale à 8,5 à l'aide d'acide acétique et le jus est laissé en cet état durant 10 minutes.

Jusqu'au terme de cette période, la température du jus est égale à une valeur maintenue entre 90 °C et 100 °C. La pression est la pression atmosphérique.

Le jus est ensuite concentré par évaporation d'eau, à pression atmosphérique, de sorte que le jus dense recueilli contienne, en poids, 68 % de sucre.

La valeur de sa coloration est égale à 100 comme convenu.

Lorsqu'on concentre à pression atmosphérique le même jus dilué de départ que ci-dessus après qu'il ait été sulfité, le jus dense de titre pondéral en

sucré égal encore à 68 %, a une coloration dont la valeur est de 102,5.

En faisant porter la concentration par évaporation d'eau à pression atmosphérique directement sur le jus dilué de départ utilisé pour cet exemple, la coloration du jus dense obtenu, qui contient toujours, en poids, 68 % de sucre, est égale à 205.

Exemple 2 :

Le processus du début de l'exemple 1, qui incorpore l'invention, est suivi en laissant le jus dilué, addition faite du peroxyde d'hydrogène, au pH égal à 9,2 naturellement atteint du fait même de cette addition.

Le jus dense obtenu a une coloration dont la valeur est pratiquement égale à celle du jus dense obtenu dans l'exemple 1 à partir du jus sulfité.

Exemple 3 :

Un jus dilué industriel autre que celui utilisé dans les exemples 1 et 2 a une coloration de valeur égale à 108,5. Il est chargé dans un évaporateur fonctionnant sous une pression inférieure à la pression atmosphérique et égale à environ 0,1 bar de façon à ce que la température du jus au cours de sa concentration par évaporation d'eau reste comprise entre 65 °C et 75 °C.

70 g./T. de peroxyde d'hydrogène sont additionnés au jus dilué pendant sa montée en température de la température ambiante à la température de travail. Addition faite du peroxyde d'hydrogène, le pH du jus dilué est réglé comme dans l'exemple 1 à une valeur égale à 8,5.

Le jus dense obtenu contient, en poids, 70,5 % de sucre et la valeur de sa coloration est égale à 100 comme convenu.

Le jus dense, de concentration en sucre aussi égale à 70,5 % en poids, qui est obtenu en remplaçant dans le processus ci-dessus l'intervention du peroxyde d'hydrogène et la correction de pH par la sulfitation, a une coloration dont la valeur est égale à 108.

Les exemples ci-dessus montrent que l'emploi de peroxyde d'hydrogène selon l'invention au moment de la concentration d'un jus dilué par évaporation d'eau pour former un jus dense, conduit à des jus denses de coloration au moins aussi satisfaisante que celle atteinte quand ladite concentration porte sur un jus dilué sulfité.

Le sucre blanc, obtenu par cristallisation selon le processus adopté industriellement à partir des divers jus denses résultant dans les exemples de l'application de l'invention, satisfait chaque fois aux critères de coloration comme d'ailleurs à ceux de teneur en saccharose, de teneur en cendres et évidemment de teneur en soufre, qu'impose sa

commercialisation.

Revendications

1. Procédé d'extraction du sucre contenu dans des plantes comme la betterave sucrière ou la canne à sucre, dans lequel un jus dilué est concentré par évaporation d'eau pour conduire à un jus duquel le sucre est séparable par cristallisation, caractérisé en ce qu'une concentration par évaporation d'eau porte sur un jus dilué additionné d'une quantité de peroxyde d'hydrogène (compté en 100 %) supérieure à 30 g par tonne de matière première comme la betterave ou la canne, et en ce que ledit jus dilué, addition faite du peroxyde d'hydrogène, a un pH compris entre 8 et 9,5. 5 10
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la quantité de peroxyde d'hydrogène est comprise entre 50 g/t et 100 g/t. 15 20
3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la température du jus dilué, avec du peroxyde d'hydrogène additionné, est comprise entre 20 °C et 150 °C. 25
4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la température est comprise entre 40 °C et 120 °C. 30
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la température est comprise entre 60 °C et 100 °C. 35
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le jus dilué, avec du peroxyde d'hydrogène additionné, est à une pression comprise entre la pression atmosphérique et 0,08 bar. 40
7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la pression est comprise entre la pression atmosphérique et 0,1 bar. 45
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le pH du jus dilué, addition faite du peroxyde d'hydrogène, est compris entre 8,5 et 9. 50
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le jus dilué contient en poids entre 10% et 50% de sucre. 55

Claims

1. Process for the extraction of the sugar contained in plants such as sugar beet or sugar

cane, in which process a dilute liquor is concentrated by evaporation of water to give a liquor from which the sugar is separable by crystallisation, characterized in that a concentration by evaporation of water concerns a dilute liquor to which is added an amount of hydrogen peroxide (counted as 100 %) which is greater than 30 g per tonne of raw material such as beet or cane, and in that the said dilute liquor, having added the hydrogen peroxide, has a pH of between 8 and 9.5.

2. Process according to Claim 1, characterized in that the quantity of hydrogen peroxide is between 50 g/T and 100 g/T.
3. Process according to any one of Claims 1 and 2, characterized in that the temperature of the dilute liquor, with added hydrogen peroxide, is between 20 °C and 150 °C.
4. Process according to Claim 3, characterized in that the temperature is between 40 °C and 120 °C.
5. Process according to Claim 4, characterized in that the temperature is between 60 °C and 100 °C.
6. Process according to any one of Claims 1 to 5, characterized in that the dilute liquor, with hydrogen peroxide added, is at a pressure between atmospheric pressure and 0.08 bar.
7. Process according to Claim 6, characterized in that the pressure is between atmospheric pressure and 0.1 bar.
8. Process according to any one of Claims 1 to 7, characterized in that the pH of the dilute liquor, having added the hydrogen peroxide, is between 8.5 and 9.
9. Process according to any one of Claims 1 to 8, characterized in that the dilute liquor contains between 10 % and 50 % sugar by weight.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Extraktion von Zucker, der aus Pflanzen wie der Zuckerrübe oder dem Zuckerrohr gewonnen wird, in dem ein verdünnter Saft durch Eindampfen konzentriert wird, um einen Saft zu erhalten, in dem der Zucker durch Kristallisation separiert werden kann, dadurch gekennzeichnet, daß durch Eindampfen ein verdünnter Saft konzentriert wird, dem eine Menge an Wasserstoffperoxid (berechnet als

100 %ig) von über 30 g pro Tonne Ausgangsmaterial wie Zuckerrübe oder Zuckerrohr zugegeben wurde, und daß der genannte verdünnte Saft nach der Wasserstoffperoxid-Zugabe einen pH-Wert zwischen 8 und 9,5 hat.

5

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge an Wasserstoffperoxid zwischen 50 g/t und 100 g/t liegt.

10

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des verdünnten Safts mit dem hinzugegebenen Wasserstoffperoxid zwischen 20 und 150 °C liegt.

15

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur zwischen 40 und 120 °C liegt.

20

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur zwischen 60 und 100 °C liegt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der verdünnte Saft mit dem hinzugegebenen Wasserstoffperoxid, einen, Druck zwischen Atmosphärendruck und 0,08 bar unterliegt.

25

30

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Druck zwischen Atmosphärendruck und 0,1 bar liegt.

8. Verfahren nach einem Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert des verdünnten Safts nach der Zugabe von Wasserstoffperoxid zwischen 8,5 und 9 liegt.

35

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der verdünnte Saft zwischen 10 und 50 % Zucker enthält.

40

45

50

55