MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETA' INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UIBM

DOMANDA NUMERO	101995900430500
Data Deposito	27/03/1995
Data Pubblicazione	27/09/1996

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	13	F		

Titolo

PROCEDIMENTO DI TRATTAMENTO CON UNA RESINA SCAMBIATRICE DI IONI DI UNA SOLUZIONE ZUCCHERINA DERIVATA DA BARBABIETOLA

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maranesi & C. s.r.l.

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:
"Procedimento di trattamento con una resina scambiatrice di ioni di una soluzione zuccherina derivata da barbabietola"
della RESINDION S.r.l., con sede a Milano

TESTO DELLA DESCRIZIONE

La presente invenzione riguarda un procedimento di trattamento con una resina scambiatrice di ioni cationica di una soluzione zuccherina derivata da barbabietola. In generale tale soluzione zuccherina è ottenibile da un trattamento di carbonatazione con $Ca(OH)_2$ e CO_2, in cui, dopo detto trattamento con detta resina scambiatrice di ioni, detta soluzione zuccherina è sottoposta a un successivo trattamento di concentrazione, e infine alla separazione, per cristallizzazione di zucchero da un melasso.

Più in particolare, lo zucchero è generalmente ottenuto tagliando le barbabietole a fette ed estraendo lo zucchero contenuto con acqua bollente. In questo modo si può ottenere una soluzione di zucchero grezzo di colore scuro contenente da 10 a 20% in peso di zucchero. Tale soluzione viene purificata con un procedimento di carbonatazione dove mediante aggiunta di $Ca(OH)_2$ e CO_2 in più fasi, si precipitano idrati e sali di magnesio e calcio e altre impurezze. Dopo filtrazione, il cosidetto sugo leggero (thin juice) così ottenuto ha un contenuto di materia secca tra il 14% e il 17% e un contenuto residuo di calcio compreso tra 40 e 500 mg/l (calcolato come ossido di calcio).

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maranesi & C. srl.

Questo relativamente alto contenuto di calcio comporta seri problemi di depositi nella fase successiva di concentrazione per evaporazione. Tali depositi di sali di calcio (ossalato di calcio, carbonato di calcio, silicato di calcio, citrato di calcio) riducono sempre più lo scambio termico e quindi l'efficienza dell'impianto di evaporazione. Perciò è necessario eliminare il calcio a monte della fase di concentrazione. Per la rimozione del calcio viene generalmente impiegata una resina scambiatrice di ioni cationica. In questo modo è possibile rimuovere il calcio in quantitativi sufficienti ad impedire problemi nella fase successiva di concentrazione. Alla fine della concentrazione si ottiene il cosiddetto sugo denso (thick juice) avente un contenuto medio di zucchero di circa il 65%. Si procede quindi alla separazione dello zucchero tramite varie fasi successive di cristallizzazione. Nell'ultima fase di cristallizzazione si ottiene un'acqua madre, cosiddetta melasso, dalla quale non è più possibile ottenere zucchero per cristallizzazione.

Quanto sopra rappresenta un sommario del campo principale di utilizzazione industriale dell'invenzione, campo che non costituisce una limitazione della stessa, dato che il procedimento secondo l'invenzione, in particolare come descritto e rivendicato può essere impiegato in ogni altro campo equivalente in cui si effettui l'estrazione dello zucchero da barbabietola.

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maccalli & C. s.r.l.

Sono ben noti procedimenti di questo tipo, in cui ad esempio la rigenerazione della resina scambiatrice di ioni cationica è effettuata impiegando un largo eccesso di cloruro di sodio, per esempio 5 volte la quantità di calcio assorbito nella resina, espresso in equivalenti. Questo procedimento ha tuttavia numerosi inconvenienti. Prima di tutto si forma un grave problema ambientale per lo smaltimento delle acque di rigenerazione. Inoltre prima e dopo la rigenerazione, la colonna deve essere lavata con acqua per allontanare il cloruro di sodio e per ridurre al minimo le perdite di zucchero, dando luogo così ad un consumo di acqua addizionale e ad una diluizione del sugo leggero (thin juice), che comporta un maggiore onere di evaporazione. Inoltre, durante l'assorbimento del calcio, la liberazione di ioni alcalini monovalenti da parte della resina scambiatrice di ioni, induce un effetto secondario non trascurabile, infatti, in generale, gli ioni alcalini monovalenti aumentano la solubilità dello zucchero, pertanto l'aumento di detti ioni in soluzione indurrà una maggiore formazione di melasso e quindi ad una perdita di zucchero non recuperabile in cristallizzazione.

Un altro procedimento secondo il campo della presente invenzione è noto dal brevetto francese N° 1 404 591 del 1965, in cui, la rigenerazione della resina scambiatrice di ioni cationica viene effettuata con il sugo denso o sciroppo o scolo verde proveniente dalla penultima fase di cristallizzazione. All'uscita della rigenerazione tale sugo, caricato con il calcio liberato

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronati & C. s.r.l.

dalla resina, cosiddetto rigenerato esausto o percolato, viene riciclato di nuovo alla cristallizzazione. Tale procedimento evita l'introduzione di ioni alcalini monovalenti "esterni" in quanto sfrutta quelli naturali presenti in soluzione, ma comporta altri inconvenienti. In primo luogo è impossibile ottenere melasso libero da calcio, o comunque con un contenuto di calcio limitato, mentre ciò è richiesto per certi procedimenti di trattamento del melasso, come ad esempio per cromatografia. In secondo luogo, il grande contenuto di sali di calcio in ricircolo in cristallizzazione genera il rischio di una precipitazione durante la cristallizzazione dello zucchero. Per ultimo, ma non meno importante è da considerare una inevitabile ricircolazione di colore nel circuito e in particolare quando il mezzo rigenerativo utilizzato risulta essere lo scolo verde.

Un altro procedimento di questo tipo è noto dal brevetto USA N° 4 353 992 in cui la rigenerazione della resina scambiatrice di ioni cationica viene effettuata con un sugo leggero decalcificato e con l'aggiunta di NaOH. Il rigenerato ottenuto viene riciclato alla fase di carbonatazione a monte. Alternativamente tale rigenerazione viene effettuata con melasso diluito, con l'aggiunta di NaOH. In questo secondo caso il rigenerato ottenuto viene riciclato al melasso finale, dopo sua preventiva concentrazione separata. Nel primo caso si hanno vari inconvenienti. Prima di tutto, se si hanno contenuti di calcio elevati o anche medi la rigenerazione con sugo leggero e NaOH non

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronesi & C. s.n.c.

è completa, perchè la quantità di Ca liberatosi come $Ca(OH)_2$ formata nella rigenerazione della resina ad opera della NaOH supera la solubilità del calcio come calcio-monosaccarato, portando a precipitazioni dell'idrossido di calcio non reagito sulla resina stessa. Inoltre nel caso di contenuti di calcio bassi oltre ad una bassa capacità utile della resina e a una scarsa utilizzazione della soluzione rigenerante, si ha il fatto che l'NaOH riciclata alla carbonatazione aumenta costantemente superando la reale richiesta di alcalinizzazione del sugo. L'alcalinità in eccesso deve essere peraltro compensata con un trattamento acido, generalmente con SO_2. Tuttavia anche in questo caso la concentrazione relativamente elevata di ioni alcalini monovalenti aumenta la solubilità dello zucchero con i problemi di cristallizzazione sopraripportati e la maggiore perdita di zucchero nel melasso. Inoltre la elevata quantità di CO_2 residua disciolta nel sugo leggero decalcificato sotto forma di CO_3^{2-} facilita la formazione di $CaCO_3$ nel corso della rigenerazione alcalina e quindi la precipitazione di carbonato di calcio risulat inevitabile. Nel secondo caso, cioè quando la rigenerazione viene effettuata con melasso addizionato con NaOH si ha la necessità di disporre di un melasso con basso contenuto di calcio, che non sempre è disponibile. Si ha inoltre necessità di considerare lo smaltimento separato della frazione rigenerante esausta che non può essere riciclata nel circuito di carbonatazione a causa dell'alto contenuto di colore e non

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maranesi & C. s.r.l.

zuccheri che la compone, ne in quello di cristallizzazione per via della formazione conseguente di un melasso ad alto contenuto di calcio che renderebbe impossibile l'uso di questo procedimento. Si ha infine una maggiore perdita di zucchero in melasso a causa di inevitabili trascinamenti di sugo leggero, come code di lavaggio alcalino ecc.

Uno scopo della presente invenzione è pertanto quello di superare i suddetti inconvenienti con un procedimento in cui, a parità di risultato utile, la quantità di ioni alcalini monovalenti introdotta sia drasticamente limitata, producendo così meno melasso e più zucchero.

Un altro scopo dell'invenzione è quello di mantenere in soluzione il calcio in tutte le fasi del procedimento di rigenerazione evitando così precipitazioni e depositi e conseguentemente aumentando l'efficacia di scambio della resina.

Un altro scopo è quello di azzerare il rischio di formazione di carbonato di calcio sulla resina nel corso della rigenerazione, operando con un sugo sostanzialmente privo di CO_2.

Un altro scopo è quello di intensificare lo sfruttamento del potere di scambio della resina scambiatrice di ioni portando fino ad un raddoppio della capacità di scambio della resina, senza senza peraltro dovere fare intervenire sostanze estranee al procedimento di fabbricazione classico.

Un altro scopo è quello di consentire una elevata elasticità nelle operazioni di riciclo del rigenerante esausto, in funzione

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Maranesi & C. s.n.c.

del tenore di calcio che si richiede per il melasso in ogni caso particolare, e della necessità di alcalinizzazione nella fase di carbonatazione, tutto ciò in modo da ottenere un impianto particolarmente flessibile, e comunque un tenore di calcio nel melasso di gran lunga inferiore a quello ottenibile con i procedimenti noti che impiegano il sugo denso o sciroppo per la rigenerazione della resina.

Un altro scopo è quello di poter utilizzare impianti già esistenti, operando modifiche di costo economico molto limitato, evitando di dover costruire impianti completi ex-novo.

Un altro scopo è quello di evitare limitazioni rigide riguardo alla temperatura, solo per dover tener conto della insolubilità del saccarato di calcio, potendo al contrario operare con un campo di temperature più vasto, compatibilmente con il limiti di temperatura richiesti dal procedimento.

Un altro scopo è quello di effettuare la rigenerazione senza introdurre acqua dall'esterno.

Non ultimo scopo è quello di poter ridurre drasticamente, fino al 50%, l'uso di NaOH, rispetto ai procedimenti noti che utilizzano NaOH, e regolando in questo modo il dosaggio dell'alcalinità in carbonatazione indipendentemente dal tenore di calcio contenuto nel sugo leggero avanti decalcificazione.

Questi ed altri scopi sono raggiunti da un procedimento di trattamento con una resina scambiatrice di ioni cationica di una soluzione zuccherina derivata da barbabietola e ottenibile da un

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronèsi & C. s.r.l.

trattamento di carbonatazione con $Ca(OH)_2$ e CO_2, in cui, dopo detto trattamento con detta resina scambiatrice di ioni, detta soluzione zuccherina è sottoposta a un successivo trattamento di concentrazione, e infine alla separazione, per cristallizzazione di zucchero da un melasso; caratterizzato dal fatto che detta resina scambiatrice di ioni è rigenerata con una soluzione rigenerante comprendente: NaOH e detta soluzione zuccherina prelevata a valle di detto trattamento di concentrazione e a monte di una separazione di detto melasso, in un punto in cui una concentrazione è compresa tra 60 e 80 °Bx, preferibilmente tra 65 e 75 °Bx e un contenuto di saccarosio è compreso tra 65% e 94%, preferibilmente tra 85% e 92% in peso rispetto al totale della sostanza secca.

Si è in pratica verificato che la presenza contemporanea di una elevata concentrazione di saccarosio, in presenza di quantità solo stechiometriche di NaOH aumenta considerevolmente la solubilità del saccarato di calcio in formazione nel corso della rigenerazione della resina. Si ha di conseguenza un migliore effetto rigenerativo, anche con quantità di calcio relativamente elevate, senza rischi di precipitazioni di calcio.

La elevata concentrazione di sali monovalenti presenti naturalmente nella soluzione rigenerante prelevata come rivendicato, in combinazione con l'uso di NaOH presenta un effetto sinergico, in quanto è possibile ridurre fino alla metà il consumo di NaOH, rispetto ai procedimenti noti che si basano

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Maronoci & C. s.r.l.

su NaOH.

I vantaggi di efficienza operativa ottenuti con il nuovo procedimento si traducono con una capacità di scambio minima della resina cationica di 0,7 eq/l contro i 0,5-0,6 eq/l dei procedimenti noti.

Preferibilmente, per ottenere una soluzione rigenerante particolarmente adatta agli scopi dell'invenzione, la soluzione zuccherina è diluita fino ad una concentrazione compresa tra 40 e 70 °Bx, preferibilmente tra 50 e 60 °Bx, e ha una temperatura compresa tra 40 e 70°C, preferibilmente tra 50 e 60°C. Preferibilmente la diluizione è effettuata con sugo leggero prelevato a monte della concentrazione. In questo modo viene modificata la viscosità della soluzione rigenerante, così da migliorare i parametri cinetici di scambio e ottenere un miglior sfruttamento di tale soluzione rigenerante. Con il procedimento secondo l'invenzione, la temperatura di rigenerazione diventa meno critica verso la formazione di saccarato di calcio insolubile, ciònonostante si è verificato che è preferibile evitare temperature superiori ai 60 °C per evitare fenomeni ricolorativi

Preferibilmente la soluzione rigenerante diluita ha una concentrazione di NaOH compresa tra 0,5 e 2 equivalenti, preferibilmente tra 0,7 e 1,2 equivalenti per litro.

Preferibilmente viene effettuato un pretrattamento della resina, prima delle fasi di rigenerazione vere e proprie, con una

soluzione zuccherina prelevata a monte del trattamento di concentrazione e raffreddata a una temperatura compresa tra 40 e 70 °C, preferibilmente tra 50 e 60 °C.

Una buona resistenza meccanica della resina è richiesta nelle condizioni pratiche del procedimento, e in tal senso è preferibile utilizzare una resina scambiatrice di ioni cationica formata da un copolimero solfonato stirene-divinilbenzene, con un contenuto di divinilbenzene compreso tra 8% e 20%, preferibilmente tra 12% e 16%. Tale resina presenta un valre di umidità dell'ordine del 36-42% ed è commercializzata ad esempio con il marchio Nekrolith RPP o Relite CFZ dalla Resindion Srl.

Preferibilmente la soluzione rigenerante viene impiegata in un volume compreso tra 0,5 e 2,5, preferibilmente tra 0,7 e 2,0 litri per litro di resina. Dopo la rigenerazione, la soluzione rigenerante esausta viene riciclata a una linea di trattamento della soluzione zuccherina, in un punto disposto a monte del trattamento con la resina scambiatrice di ioni cationica. In particolare le frazioni di rigenerante esausto con un pH superiore a 8,7, preferibilmente superiore a 9,0 sono riciclate alla fase di carbonatazione per l'abbattimento del calcio e per il recupero successivo di tutto lo zucchero. Infatti l'eccesso di alcalinità, in tale fase di carbonatazione migliora la precipitazione di $CaCO_3$, consentendo così di eliminare il calcio dal ciclo.

Preferibilmente un secondo trattamento di rigenerazione

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Maranesi & C. s.r.l.

della resina è eseguito con una seconda soluzione rigenerante comprendente una soluzione zuccherina prelevata a valle del trattamento di concentrazione e a monte della separazione del melasso, in un punto in cui una concentrazione è compresa tra 60 e 80 °Bx, preferibilmente tra 65 e 75 °Bx e un contenuto di saccarosio è compreso tra 65% e 94%, preferibilmente tra 85% e 92% in peso rispetto al totale della sostanza secca. La soluzione zuccherina è diluita fino ad una concentrazione compresa tra 40 e 65 °Bx, preferibilmente tra 50 e 60 °Bx e ha una temperatura compresa tra 40 e 70°C, preferibilmente tra 50 e 60°C. In questo modo vine ridotta la viscosità e migliorata la cinetica della scambio. La seconda soluzione rigenerante viene impiegata in una quantità compresa tra 0,5 e 3 litri per litro di resina, preferibilmente tra 1 e 1,5 litri per litro di resina. Dopo il secondo trattamento di rigenerazione, la seconda soluzione rigenerante è preferibilmente riciclata in carbonatazione per il recupero dello zucchero e l'ulteriore abbattimento di Ca.

Preferibilmente, dopo la prima rigenerazione e più preferibilmente dopo la seconda rigenerazione, una postrigenerazione della resina scambiatrice di ioni cationica è eseguita con una soluzione zuccherina prelevata a valle del trattamento di concentrazione in un punto in cui una concentrazione è compresa tra 60 e 80 °Bx, preferibilmente tra 65 e 75 °Bx e un contenuto di saccarosio è compreso tra 65% e 94%, preferibilmente tra 85% e 92% in peso rispetto al totale della

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maroscsi & C. srl.

sostanza secca. La soluzione zuccherina è impiegata preferibilmente con un volume compreso 2 e 20 litri per litro di resina, più preferibilmente tra 5 e 15 litri per litro di resina, e con una temperatura preferibilmente compresa tra 85°C e 90 °C. Dopo tale postrigenerazione, la soluzione zuccherina è preferibilmente riciclata a valle del trattamento di concentrazione.

Preferibilmente dopo la rigenerazione e preferibilmente dopo la seconda rigenerazione e la postrigenerazione, un lavaggio della resina è effettuato con una soluzione zuccherina prelevata a monte della resina scambiatrice di ioni stessa, e avente una temperatura compresa tra 30 e 95 °C e preferibilmente compresa tra 85 e 90 °C.

Preferibilmente un effluente esausto del lavaggio, avente una concentrazione tra 30 e 50 °Bx è riciclato a valle della concentrazione e un effluente esausto del lavaggio avente una concentrazione inferiore a 30 °Bx è riciclato a monte della concentrazione.

Il procedimento può esere condotto ad una temperatura compresa tra 30 e 95°C, ma preferibilmente vengono impiegate temperature comprese tra 85 e 90 °C.

L'invenzione verrà meglio compresa con riferimento ai seguenti esempi non limitativi e illustrativi di due forme di realizzazione del procedimento secondo l'invenzione.

Esempio 1 preliminare

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maranesi & C. s.r.l.

Per trattamento di barbabietole di tipo europeo con acqua bollente si ottiene una soluzione zuccherina, che viene purificata aggiungendo $Ca(OH)_2$ e quindi precipitando i composti di calcio solubili e le impurità aggiungendo gradualmente CO_2. Dopo filtrazione, si ottiene un sugo leggero (thin juice). Tale sugo leggero ha una concentrazione di 14-15°Bx e un contenuto di calcio di 10,4 meq/l (291 mg CaO/l) a pH 8,7.

Il sugo ad una temperatura di 85 °C viene percolato a 9-11 Bv/h su una colonna da 90 ml di resina scambiatrice di ioni cationica formata da un copolimero solfonato stirene-divinilbenzene, avente una umidità del 40% e una forma ionica Na del 98% e commercializzata con il Nekrolith RPP dalla Resindion Srl.

La percolazione del sugo leggero viene fermata quando il contenuto di calcio in uscita dalla colonna raggiunge il valore massimo limite del 10% del contenuto di calcio in entrata. Nella tabella 1 sono riportati i risultati di questo esempio.

Tabella 1

Litri di sugo leggero percolati su 1 litro di resina	Bv/h	Concentrazione di calcio nel percolato		Capacità utile resina
		meq/l	mg CaO/l	meq/l res.
184	9,6	0,98	27,4	1732

Esempio 2

I 90 ml di resina cationica dell'esempio 1 sono sottoposti alla seguente procedura di rigenerazione.

La resina viene pretrattata con un lavaggio in controcorrente con un sugo leggero fresco non decalcificato, con una concentrazione di 14°Bx, contenente 10,6 meq di calcio per litro (297 mg CaO/l), avente un pH di 8,6 e una temperatura di 85 °C. Quindi la resina viene raffreddata con 0,5 Bv del sugo leggero decalcificato ottenuto alla fine dell'esempio 1, avente una temperatura di 55 °C.

La fase di rigenerazione viene effettuata preparando una soluzione rigenerante con un sugo denso (thick juice) di fabbrica prelevato subito dopo l'evaporazione, già decalcificato, avente una concentrazione di 68,3 °Bx, e un contenuto di saccarosio dell'89% in peso rispetto al totale della sostanza secca. La soluzione rigenerante viene diluita a 60 °Bx con sugo leggero decalcificato, quindi addizionata con NaOH fino ad ottenere una concentrazione di 40 g NaOH per litro di soluzione.

1,7 Bv a 1,0 Bv/h di tale soluzione rigenerante vengono raffreddati a 55°C e utilizzati per la rigenerazione della resina.

In seguito viene effettuato un secondo trattamento di rigenerazione della resina con 1 Bv a 2 Bv/h di una seconda soluzione rigenerante ottenuta con il medesimo sugo denso, e con la medesima procedura, eccetto che non viene addizionata con

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Marchosi & C. s.r.l.

NaOH.

La resina viene quindi lavato con 2 Bv di un sugo leggero (thin juice) contenente 10,6 meq/l di calcio (297 mg CaO/l) a 85 °C e 4 Bv/h.

Alla fine del lavaggio la velocità di flusso di percolazione del sugo leggero è di 8-10 Bv/h, e il sugo leggero trattato viene raccolto in frazioni, di cui viene analizzato il contenuto di calcio. La tabella 2 riporta i risultati di questo esempio.

Tabella 2

Litri di sugo leggero percolati su 1 litro di resina	Bv/h	Concentrazione di calcio nel percolato		Capacità utile resina
		meq/l	mg CaO/l	meq/l res.
0-9,5	8,2	0,97	27,3	91
0-28,4	9,0	1,01	28,3	272
0-56,8	9,0	1,02	28,6	544
0-85,3	9,5	0,96	27,0	822
0-104,5	9,6	0,93	26,2	1011
0-114,0	9,8	0,94	26,4	1101
0-123,6	9,8	0,99	27,8	1188

Perciò la capacità utile della resina risulta essere in questo esempio di 1188 meq di calcio per litro di resina.

La concentrazione totale di cationi alcalini monovalenti impiegata per la rigenerazione della resina è di 2680 meq/l

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronci & C. s.r.l.

corrispondente ad un eccesso di rigenerazione stechiometrico totale di 225%, dove il contributo di Na generato dalla NaOH introdotta è il 143%, mentre la differenza è generata da cationi alcalini presenti nel sugo denso utilizzato.

Le frazioni di rigenerante esausto con un pH superiore a 9,5 sono riciclate alla fase di carbonatazione per l'eliminazione del calcio e il recupero successivo di tutto lo zucchero. Le frazioni di rigenerante esausto con pH inferiore a 9,5 sono riciclate subito a monte della evaporazione.

Esempio 3

I 90 ml di resina cationica dell'esempio 1 sono sottoposti alla seguente procedura di rigenerazione.

Prima di tutto viene ripetuta la procedura di pretrattamento dell'esempio 2.

La fase di rigenerazione viene effettuata preparando una soluzione rigenerante con un sugo denso (thick juice) di fabbrica prelevato subito dopo l'evaporazione, già decalcificato, avente una concentrazione di 70 °Bx, e un contenuto di saccarosio dell'89% in peso rispetto al totale della sostanza secca. La soluzione rigenerante viene diluita a 60 °Bx con sugo leggero decalcificato e addizionata con NaOH fino ad ottenere una concentrazione di 40 g di NaOH per litro di soluzione.

0,89 Bv a 0,89 Bv/h di tale soluzione rigenerante vengono raffreddati a 55°C e utilizzati per la rigenerazione della resina.

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Maranesi & C. s.r.l.

In seguito viene effettuato un secondo trattamento di rigenerazione della resina con 1 Bv a 2 Bv/h di una seconda soluzione rigenerante ottenuta con il medesimo sugo denso, e con la medesima procedura, eccetto che non viene addizionata con NaOH.

Infine viene effettuato un trattamento di postrigenerazione con 15 Bv, a 4Bv/h di una soluzione zuccherina formata da un sugo denso (thick juice) di fabbrica prelevato subito dopo l'evaporazione, già decalcificato, avente una concentrazione di 70 °Bx, e un contenuto di saccarosio dell'89%, ad una temperatura di 85 °C, senza diluizione, senza aggiunta di NaOH e senza raffreddamento.

La resina viene quindi lavato con 2 Bv di un sugo leggero (thin juice) contenente 10,5 meq/l di calcio (294 mg CaO/l) a 85 °C e 4 Bv/h.

Alla fine del lavaggio la velocità di flusso di percolazione del sugo leggero è di 9-10 Bv/h. Il sugo leggero trattato viene raccolto in frazioni, di cui viene analizzato il contenuto di calcio. La tabella 3 riporta i risultati di questo esempio.

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Marconi & C. s.n.c.

Tabella 3

Litri di sugo leggero percolati su 1 litro di resina	Bv/h	Concentrazione di calcio nel percolato		Capacità utile resina
		meq/l	mg CaO/l	meq/l res.
0-11,7	9,8	0,55	15,5	117
0-30,8	9,6	0,54	15,2	306
0-59,2	9,3	0,49	13,7	591
0-88,1	9,5	0,48	13,5	881
0-107,3	9,6	0,47	13,3	1072
0-126,4	9,6	0,49	13,7	1263
0-136,1	9,5	0,56	15,8	1351
0-142,4	9,4	0,65	18,3	1402

Perciò la capacità utile della resina risulta essere in questo esempio di 1402 meq di calcio per litro di resina.

Il riciclo del rigenerante esausto viene effettuato come nell'esempio 2 per il primo e per il secondo trattamento di rigenerazione mentre il rigenerante esausto del trattamento di postrigenerazione può essere riciclato alla cristallizzazione. L'effluente dalla fase di lavaggio con sugo leggero avente alto Bx (superiore a 40 Bx) può essere inviato a valle della concentrazione, mentre quello avente basso Bx (inferiore a 40 Bx) può essere inviato a monte della concentrazione come nell'esempio 2.

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maroscci & C. s.r.l.

L'invenzione è suscettibile di numerose modifiche e varianti, così ad esempio i ricicli possono essere sostituiti da altri equivalenti.

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Maronoci & C. s.n.c.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento di trattamento con una resina scambiatrice di ioni cationica di una soluzione zuccherina derivata da barbabietola e ottenibile da un trattamento di carbonatazione con $Ca(OH)_2$ e CO_2, in cui, dopo detto trattamento con detta resina scambiatrice di ioni, detta soluzione zuccherina è sottoposta a un successivo trattamento di concentrazione, e infine alla separazione, per cristallizzazione di zucchero da un melasso; caratterizzato dal fatto che detta resina scambiatrice di ioni è rigenerata con una soluzione rigenerante comprendente NaOH e detta soluzione zuccherina prelevata a valle di detto trattamento di concentrazione e a monte di una separazione di detto melasso, in un punto in cui una concentrazione è compresa tra 60 e 80 °Bx, preferibilmente tra 65 e 75 °Bx e un contenuto di saccarosio è compreso tra 65% e 94%, preferibilmente tra 85% e 92% in peso rispetto al totale della sostanza secca.

2. Procedimento secondo la rivendicazione 1 in cui in detta soluzione rigenerante, detta soluzione zuccherina è diluita fino ad una concentrazione compresa tra 40 e 70 °Bx, preferibilmente tra 50 e 60 °Bx; detta soluzione rigenerante avendo una temperatura compresa tra 40 e 70°C, preferibilmente tra 50 e 60°C; preferibilmente detta diluizione essendo effettuata con sugo leggero prelevato a monte di detta concentrazione.

3. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui detta soluzione rigenerante ha una

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Maranesi & C. s.r.l.

concentrazione di NaOH compresa tra 0,5 e 2 equivalenti, preferibilmente tra 0,7 e 1,2 equivalenti per litro.

4. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti comprendente un pretrattamento della resina con una soluzione zuccherina prelevata a monte di detto trattamento di concentrazione e raffreddata a una temperatura compresa tra 40 e 70 °C, preferibilmente tra 50 e 60 °C.

5. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui detta resina scambiatrice di ioni è un copolimero solfonato stirene-divinilbenzene, con un contenuto di divinilbenzene compreso tra 8% e 20%, preferibilmente tra 12% e 16%.

6. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui detta soluzione rigenerante viene impiegata in un volume compreso tra 0,5 e 2,5, preferibilmente tra 0,7 e 2,0 litri per litro di resina; dopo detta rigenerazione, detta soluzione rigenerante essendo riciclata a una linea di trattamento di detta soluzione zuccherina, in un punto disposto a monte di detto trattamento con resina scambiatrice di ioni.

7. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui un secondo trattamento di rigenerazione di detta resina è eseguito con una seconda soluzione rigenerante comprendente una soluzione zuccherina prelevata a valle di detto trattamento di concentrazione e a monte di una separazione di detto melasso, in un punto in cui una concentrazione è compresa

tra 60 e 80 °Bx, preferibilmente tra 65 e 75 °Bx e un contenuto di saccarosio è compreso tra 65% e 94%, preferibilmente tra 85% e 92% in peso rispetto al totale della sostanza secca; detta soluzione zuccherina essendo diluita fino ad una concentrazione compresa tra 40 e 65 °Bx, preferibilmente tra 50 e 60 °Bx.

8. Procedimento secondo la rivendicazione 7 in cui detta seconda soluzione rigenerante viene impiegata in una quantità compresa tra 0,5 e 3 litri per litro di resina, preferibilmente tra 1 e 1,5 litri per litro di resina, e ha una temperatura compresa tra 40 e 70°C, preferibilmente tra 50 e 60°C; dopo detto secondo trattamento di rigenerazione, detta seconda soluzione rigenerante essendo preferibilmente riciclata a una linea di trattamento di detta soluzione zuccherina, in un punto disposto a monte di detto trattamento con resina scambiatrice di ioni.

9. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui, dopo detta rigenerazione e preferibilmente dopo detta seconda rigenerazione, una postrigenerazione di detta resina scambiatrice di ioni cationica è eseguita con una soluzione zuccherina prelavata a valle di detto trattamento di concentrazione, in un punto in cui una concentrazione è compresa tra 60 e 80 °Bx, preferibilmente tra 65 e 75 °Bx e un contenuto di saccarosio è compreso tra 65% e 94%, preferibilmente tra 85% e 92% in peso rispetto al totale della sostanza secca; detta soluzione zuccherina essendo impiegata preferibilmente con un volume compreso 2 e 20 litri per litro di resina, più

preferibilmente tra 5 e 15 litri per litro di resina, e con una temperatura preferibilmente compresa tra 85°C e 90 °C; dopo detta postrigenerazione, detta soluzione zuccherina essendo preferibilmente riciclata a valle di detto trattamento di concentrazione.

10. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui, dopo detta rigenerazione e preferibilmente dopo detta seconda rigenerazione e detta postrigenerazione, un lavaggio è effettuato con una soluzione zuccherina prelevata a monte di detta resina scambiatrice di ioni, e avente una temperatura compresa tra 30 e 95 °C e preferibilmente compresa tra 85 e 90 °C.

11. Procedimento secondo la rivendicazione 10, in cui un effluente esausto di detto lavaggio, avente una concentrazione tra 30 e 50 °Bx è riciclato a valle di detta concentrazione e un effluente esausto di detto lavaggio avente una concentrazione inferiore a 30 °Bx è riciclato a monte di detta concentrazione.

12. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui detto procedimento è condotto ad una temperatura compresa tra 30 e 95°C, preferibilmente tra 85 e 90 °C.

13. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui una soluzione rigenerante esausta avente un pH superiore a 8,7, preferibilmente superiore a 9,0 è riciclata a detto trattamento di carbonatazione.

14. Ogni nuova caratteristica o nuova combinazione di caratteristiche descritta o rivendicata.

p. RESINDION S.r.l.

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ingg. Zini, Maranesi & C. s.r.l.