



MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

N° 888.493

Classif. Internat.: C13D

Mis en lecture le: 21 -10- 1981

Le Ministre des Affaires Économiques,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention ;*

*Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle ;*

*Vu le procès-verbal dressé le 21 avril 19 81 à 10 h. 00*

au Service de la Propriété industrielle;

## ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite : THE GREAT WESTERN SUGAR COMPANY,  
1530 16th Street, Denver, Colorado (Etats-Unis d'Amérique),

repr. par Langner Parry, c/o Mr. Frank Seifert, 11, 't Vliet  
je, 2800 Mechelen,

un brevet d'invention pour: Procédé d'augmentation de l'efficacité de  
l'extraction du sucre d'un tissu végétal en contenant,  
en utilisant du gaz carbonique,  
(Inv. : A. H. Freytag et R.D. Cooke)

qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet  
déposées aux Etats-Unis d'Amérique le 22 avril 1980,  
n° 142.664 et le 14 octobre 1980, n° 196.548 au nom de  
A.H. Freytag et R.D. Cooke dont elle est l'ayant cause.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et  
périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit  
de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention  
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui  
de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 21 octobre 19 81

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur

L. SALPETEUR

B R E V E T D ' I N V E N T I O N

---

Procédé d'augmentation de l'efficacité de l'extraction du sucre d'un tissu végétal en contenant, en utilisant du gaz carbonique.

---

Société dite : THE GREAT WESTERN SUGAR COMPANY

---

Priorité conventionnelle des demandes de brevet déposées aux Etats-Unis d'Amérique le 22 avril 1980 sous le n° 142 664 et le 14 octobre 1980 sous le n° 196 548 par Arthur H. FREYTAG et Rodney D. COOKE.

---

↳ (Inv. A.H. Freytag et R.D. Cooke)

La présente invention concerne des procédés de récupération du sucre à partir de tissu végétal contenant du sucre, et plus particulièrement, un procédé permettant d'augmenter l'efficacité de l'extraction du sucre en mettant le tissu végétal contenant du sucre en contact avec l'eau de diffusion en présence d'une quantité efficace de gaz carbonique.

Dans les procédés classiques de fabrication du sucre, comme le traitement des betteraves à sucre ou de produits similaires pour obtenir du saccharose pratiquement pur, les betteraves à sucre sont généralement lavées pour enlever la saleté, les feuilles, les mauvaises herbes et les autres matières étrangères puis sont ensuite découpées en rubans longs et fins appelés cossettes. Dans les procédés industriels, les cossettes sont typiquement transportées dans un diffuseur continu, par exemple un diffuseur de type en pente ayant une auge allongée orientée en pente ascendante, où les cossettes sont transportées vers le haut dans l'auge par des rouleaux comportant des séries de plaques perforées, ou des dispositifs similaires. L'eau d'alimentation pour la diffusion, comprenant par exemple l'eau du condensé d'usine et de l'eau d'appoint à des températures supérieures à environ 50°C, est typiquement introduite dans le diffuseur à son extrémité supérieure et descend par percolation sous l'effet de son propre poids à travers les cossettes jusqu'à l'extrémité inférieure du diffuseur où les cossettes sont initialement introduites dans le diffuseur. Dans le diffuseur, le sucre et les autres matières solubles, comme les impuretés, diffusent hors des cossettes et dans l'eau de diffusion. L'eau de diffusion enrichie en sucre, appelée jus de diffusion ou jus brut, est typiquement extraite à l'extrémité inférieure du diffuseur, tandis que les cossettes épuisées, appelées pulpes, sont typiquement enlevées à l'extrémité supérieure. Ainsi, dans un processus de diffusion type, les cossettes pratiquement épuisées sont en contact avec de l'eau d'alimentation de diffusion contenant une quantité relativement faible de matières solides dissoutes au voisinage ou à "l'extrémité pulpes" d'un diffuseur, tandis que les cossettes fraîches de teneur en sucre

relativement élevée sont en contact avec de l'eau de diffusion contenant une quantité relativement importante de matières solides dissoutes, comme le sucre et les impuretés solubles dans l'eau, au voisinage ou à "l'extrémité jus" 5 du diffuseur. Bien que le procédé de diffusion précédent ait été décrit en se rapportant à un diffuseur type continu, en pente et à contre-courant, les mêmes principes s'appliquent également à d'autres systèmes de diffusion connus dans le domaine, par exemple les systèmes de diffusion du type en 10 chaîne, etc., et les autres systèmes utilisés dans des procédés de diffusion pour obtenir du sucre à partir d'un tissu végétal contenant du sucre.

Le jus de diffusion obtenu dans un procédé industriel de fabrication de sucre comprend typiquement 15 environ 10 % à environ 15 % de sucre, qui peut représenter jusqu'à 98 % du sucre initialement contenu dans les cossettes. En outre, le jus de diffusion comprend typiquement des sucres qui ne sont pas du saccharose ainsi que 20 d'autres matériaux qui ne sont pas des sucres, tant comme impuretés dans la solution que sous forme d'autres matériaux en suspension colloïdale. La présence de sucres autres que le saccharose et d'autres impuretés non-sucres solubles dans l'eau et dissoutes, gêne de façon importante la cristallisation ultérieure de saccharose pratiquement pur à partir du 25 jus de diffusion. Il est donc nécessaire et courant, dans l'industrie, de traiter le jus de diffusion pour enlever les impuretés solubles et pour enlever les matières solides non dissoutes avant de recueillir du saccharose cristallisé à partir du jus. Typiquement, le jus de diffusion est 30 initialement traité par de la chaux pour provoquer la coagulation et la précipitation d'une partie substantielle des matières solides non dissoutes, comme les colloïdes, pour provoquer la précipitation d'une partie des impuretés solubles, et pour provoquer l'adsorption des autres impuretés 35 sur les cristaux de carbonate de calcium formés pendant le processus de purification. Le jus chaulé est ensuite traité par du gaz carbonique, dans une étape appelée première carbonatation, pour mieux coaguler et précipiter les matières

me

solides non dissoutes et les impuretés solubles, et le jus est soumis à une première séparation des matières solides coagulées et précipitées, par exemple par filtration, décantation, etc. Le jus est ensuite à nouveau traité par du gaz carbonique, dans une étape appelée seconde carbonatation, d'une manière conçue pour faire précipiter la chaux restant dans le jus sous forme de carbonate de calcium. Le jus est ensuite filtré puis éventuellement soumis à un traitement par l'anhydride sulfureux, et le filtrat purifié est appelé jus dilué. Même après purification du jus de diffusion ou jus brut, le jus dilué produit industriellement contient une quantité importante d'impuretés solubles dans l'eau qui gênent la cristallisation ultérieure du saccharose.

Après purification, le jus dilué est typiquement évaporé pour chasser l'excès d'eau et concentrer ainsi le sucre dans le jus, alors appelé jus épais ou concentré. Le jus épais est ensuite typiquement soumis à une ébullition ou concentré de toute autre manière par élimination d'eau, pour concentrer encore le sucre dans le jus et provoquer la cristallisation du sucre dans le jus. Le sucre cristallisé peut ensuite être lavé, séché et préparé par la suite pour le conditionnement, tout cela d'une manière classique.

Pour rendre optimal un procédé de production de sucre, il est nécessaire pour des raisons économiques de rendre maximale l'extraction globale du sucre, au moins en partie en concevant la diffusion du sucre d'une manière telle qu'elle permet d'obtenir la quantité la plus importante possible de façon économique de saccharose tout en minimisant la quantité d'impuretés solubles dans l'eau dans le jus de diffusion. Ainsi, l'efficacité d'extraction d'un procédé de diffusion dépend des aptitudes du procédé à extraire autant de saccharose que possible à partir des cossettes, de l'aptitude du procédé à minimiser l'extraction simultanée d'impuretés solubles dans l'eau indésirables, et de l'aptitude du procédé à rendre les impuretés solubles dans l'eau extraites susceptibles d'une élimination ultérieure à partir du jus contenant du sucre.

Les solutions préalablement suggérées pour

4  
augmenter l'efficacité de fabrication du sucre globale du sucre comprennent des essais permettant de diminuer la quantité d'impuretés dans l'eau d'alimentation de diffusion, de réduire le pH de l'eau d'alimentation de diffusion par addition d'acides chlorhydrique et sulfurique, de stériliser l'eau d'alimentation de diffusion, de rendre optimales les températures de diffusion et les dimensions des cossettes, etc., Bien que ces solutions aient permis d'améliorer l'efficacité de récupération globale du sucre, une amélioration plus poussée de l'efficacité d'extraction du sucre est encore désirée et si elle était obtenue, permettrait d'avoir un effet économique important dans une entreprise industrielle de préparation de sucre.

Il a été suggéré dans le brevet des E.U.A. N° 2.801.940, que la quantité de matières colloïdales, comme l'arabane, la pectine et les matériaux protéinés, extraites des betteraves à sucre par de l'eau contenant de l'ammoniac peut être réduite par addition d'une quantité suffisante de gaz carbonique dans un système de diffusion à l'extrémité pulpes d'un diffuseur pour obtenir des conditions au moins neutres. Ainsi, ce brevet suggère l'obtention d'une extraction réduite des matières insolubles colloïdales à partir des betteraves à sucre avec de l'eau contenant de l'ammoniac, par un prétraitement de l'eau de diffusion par addition de gaz carbonique dans un diffuseur à un moment où la majeure partie du sucre a déjà été extraite de la betterave et où ce matériau épuisé est en contact avec l'eau d'entrée ou eau d'alimentation. Cette référence décrit en outre que l'addition de gaz carbonique à l'extrémité jus d'un diffuseur est inefficace et non nécessaire car, à l'extrémité jus, les cossettes fraîches contiennent des quantités substantielles de bétaine, d'acides-amino et d'autres substances solubles qui présentent une capacité de tampon et contrarient les effets de l'eau alcaline contenant de l'ammoniac, sur l'extraction des matières colloïdales insolubles à partir des cossettes de betterave à sucre. Cette référence ne décrit pas que l'extraction des impuretés solubles dans l'eau à partir d'un tissu végétal contenant du

sucre pourrait être réduite par addition de gaz carbonique à un quelconque point d'un procédé de diffusion. En fait, le procédé selon cette référence décrit l'addition de gaz carbonique à l'eau de diffusion à un endroit du procédé de diffusion où la majeure partie du sucre et des impuretés solubles dans l'eau ont déjà été extraits de la betterave et sont donc déjà contenus dans le jus de diffusion ou jus dilué. Le procédé décrit dans cette référence n'a jamais obtenu d'acceptation commerciale car les matières colloïdales et les autres solides non dissous sont facilement enlevés du jus de diffusion par coagulation, filtration, etc., et ne présentent pas un problème courant dans l'industrie. Il reste toutefois le problème de l'obtention d'un jus de pureté accrue et de réduction de l'extraction des impuretés solubles dans l'eau.

On a trouvé que l'efficacité de l'extraction de sucre à partir d'un tissu végétal contenant du sucre dans un procédé de diffusion peut être accrue de façon significative et inattendue, en mettant le tissu végétal contenant du sucre en contact, près de l'extrémité jus d'un procédé de diffusion, avec de l'eau de diffusion en présence d'une quantité efficace de gaz carbonique. Le tissu végétal contenant du sucre est mis en contact avec l'eau de diffusion en présence de gaz carbonique près de l'extrémité jus du procédé, là où le tissu végétal frais ou partiellement extrait vient en contact avec le jus de diffusion contenant une quantité substantielle de sucre extrait soluble dans l'eau, et avant un endroit du procédé de diffusion où une partie substantielle des impuretés solubles dans l'eau a déjà été extraite à partir du tissu végétal. Une efficacité accrue de l'extraction du sucre est obtenue par la mise en oeuvre de la présente invention, à un prix de revient relativement faible.

Selon la présente invention, le tissu végétal contenant du sucre est mis en contact, près de l'extrémité jus d'un processus de diffusion, avec de l'eau de diffusion en présence d'une quantité de gaz carbonique permettant d'augmenter l'efficacité de l'extraction du sucre à partir

me

du tissu végétal.

telle qu'utilisée ici, l'expression "extraction de sucre" désigne le rapport de la quantité nette de sucre recueillie dans un procédé de fabrication, de raffinage ou de récupération de sucre, par rapport à la quantité de sucre entrant dans le procédé tel qu'il est contenu dans le tissu végétal. L'expression "extraction de sucre accrue" désigne l'augmentation du rapport de la quantité nette de sucre recueillie dans le procédé de fabrication, de raffinage ou de récupération du sucre par rapport à la quantité de sucre entrant dans le procédé. L'expression "pureté apparente" désigne le pourcentage de sucre déterminé par polarisation directe sur les matières solides dissoutes, la quantité de matières solides dissoutes étant déterminée par des méthodes réfractométriques, comme cela est courant dans le domaine. La "pureté vraie" désigne le pourcentage de saccharose vrai par rapport à la substance sèche soluble totale. Le saccharose peut être déterminé par la méthode d'inversion et les substances sèches solubles totales par séchage, comme cela est courant dans le domaine, ou bien la pureté vraie peut être déterminée par chromatographie en phase gazeuse. Les "impuretés" désignent le non-sucre constitué par les matières solides non dissoutes, comme la bétaine, la glutamine, l'asparagine, les purines, les pyrimidines, l'ammoniac, divers cations et anions comme les nitrates et chlorures, etc. L'expression "extrémité jus" désigne l'extrémité du procédé de diffusion où l'on enlève du procédé le jus brut enrichi en sucre. Par exemple, dans un procédé de diffusion à contre-courant, le jus de diffusion brut est enlevé de l'appareil de diffusion à l'extrémité jus tandis que les cossettes y sont introduites.

On peut traiter selon la présente invention tout tissu végétal contenant du sucre. De préférence, le tissu végétal comprend une concentration relativement élevée du sucre que l'on désire récupérer à partir du jus de diffusion. Il est envisagé à l'heure actuelle que le sucre le plus couramment recueilli sera le saccharose. Cependant, on peut recueillir par le procédé de la présente invention d'autres

Mc

mono- et disaccharides. Les tissus végétaux contenant du sucre particulièrement préférés à l'heure actuelle comprennent les tissus végétaux provenant des betteraves à sucre, de la canne à sucre, du sorgho à sucre, et d'autres sources de 5 saccharose moins abondantes. A titre d'illustration, les modes de réalisation particulièrement préférés à l'heure actuelle de l'invention seront décrits ici en se rapportant à l'extraction et à la récupération du saccharose à partir de la betterave à sucre.

10 Les betteraves à sucre sont cultivées, ramassées, lavées et découpées en cossettes pour une diffusion ultérieure, toutes ces opérations étant effectuées d'une manière classique. Le tissu végétal contenant du sucre est ensuite mis en contact, près de l'extrémité jus d'un procédé de 15 diffusion, et de préférence au moins au point où le contact initial se fait entre les cossettes et le jus de diffusion, avec de l'eau de diffusion en présence d'une quantité de gaz carbonique permettant d'augmenter l'efficacité du procédé de diffusion. Dans un mode de réalisation particulièrement 20 préféré, le gaz carbonique que l'on utilise est initialement introduit dans l'eau de diffusion sous forme gazeuse. Il est cependant considéré que la forme initiale du gaz carbonique utilisé n'est pas déterminante pour la mise en oeuvre satisfaisante de la présente invention. Par exemple, on peut 25 utiliser de la neige carbonique ou du  $\text{CO}_2$  solide comme matériaux qui, en solution, peuvent être modifiés pour produire du gaz carbonique ou pour produire en solution les mêmes groupements, ligands ou ions que ceux produits quand on fait barboter du gaz carbonique dans le mélange complexe 30 constituant la composition de l'eau de diffusion. Les paramètres exacts de l'invention sont souples en ce qu'il apparaît que les effets bénéfiques de la présente invention sont obtenus en mettant les cossettes de betterave en contact de façon classique avec de l'eau de diffusion qui 35 est modifiée de façon non classique pour contenir du gaz carbonique dissous aux températures utilisées. Ceci est obtenu dans un mode de réalisation particulièrement préféré de la présente invention, en faisant barboter dans l'eau de

diffusion une quantité de gaz carbonique aux températures et volumes d'eau de diffusion utilisés, en excès de la quantité qui serait normalement soluble dans cette eau dans les mêmes conditions.

5 Il est donc envisagé que la mise en oeuvre de la présente invention pourrait également utiliser des carbonates, bicarbonates et autres composés qui, une fois dissous, dispersés ou présents de toute autre façon dans l'eau de diffusion, donneraient d'une quelconque manière, ou en  
10 combinaison avec d'autres matériaux et produits chimiques, le contact nécessaire du  $\text{CO}_2$  dissous ou du  $\text{CO}_2$  gazeux avec les cossettes quand elles sont initialement mises en contact avec l'eau de diffusion. L'utilisation d'une quantité  
15 efficace de gaz carbonique, telle qu'envisagée ici comme il sera mieux décrit par la suite, s'est révélée améliorer le rendement global et augmenter l'efficacité de l'extraction du sucre dans un procédé d'extraction de sucre par ailleurs classique.

Pour obtenir les résultats désirés, le tissu  
20 végétal contenant du sucre est mis en contact avec le jus de diffusion en présence de gaz carbonique près de l'extrémité jus d'un procédé de diffusion, c'est-à-dire près de la partie du procédé de diffusion où le jus brut est enlevé de l'appareil de diffusion, où le tissu végétal contenant du  
25 sucre frais est introduit d'abord dans le diffuseur, et où le tissu végétal est en contact avec de l'eau de diffusion ou du jus brut contenant une quantité substantielle de matières solides dissoutes comprenant le sucre. A ce point d'un procédé de diffusion dans la mise en oeuvre de la  
30 présente invention, on a trouvé de façon surprenante qu'il reste dans le tissu végétal une quantité importante des impuretés solubles dans l'eau. Ainsi, dans un appareil de diffusion utilisant des cellules multiples, le gaz carbonique peut être introduit dans l'appareil dans une seule cellule  
35 la plus proche de l'extrémité jus ou dans une série de cellules à cette extrémité de l'appareil. On a trouvé que l'introduction de gaz carbonique dans au moins la moitié des cellules de l'appareil les plus proches de l'extrémité jus

donne les résultats désirés. On a en outre déterminé que l'introduction de gaz carbonique, uniquement près de l'extrémité pulpes d'un procédé de diffusion là où une partie substantielle des impuretés solubles dans l'eau ont déjà diffusé hors du tissu végétal et dans l'eau de diffusion, ne donne pas les résultats désirés de l'invention.

Bien que le mécanisme précis d'obtention des caractéristiques ci-dessus ne soit pas totalement élucidé à l'heure actuelle, on a trouvé que d'autres facteurs peuvent affecter le rendement dans la mise en oeuvre de l'invention. Ces facteurs comprennent des variables comme la nature et la qualité des cossettes de betteraves à sucre, la nature et le type de l'équipement de diffusion utilise, etc., qui peuvent avoir un effet sur la quantité de gaz carbonique nécessaire dans une application particulière. Pour toutes les raisons précédentes, il est difficile d'estimer avec précision les limites inférieures des quantités de gaz carbonique qui seront efficaces pour obtenir les résultats désirés dans tous les cas. La détermination de ces limites inférieures précises fait partie du domaine de la conception et du choix en fonction des facteurs appropriés dans une application particulière. Cependant, on a trouvé que, dans une installation de récupération industrielle réelle de saccharose, une quantité aussi faible qu'environ 0,7 kilogramme de gaz carbonique par tonne de cossettes de betteraves à sucre, que l'on fait barboter dans l'eau de diffusion de l'installation est suffisante pour augmenter l'efficacité de l'extraction du saccharose, tandis qu'une quantité de 0,125 kilogramme de gaz carbonique par tonne de betteraves à sucre ne permet pas d'augmenter l'efficacité de l'extraction du saccharose. Un mode de réalisation particulièrement préféré consiste donc à ajouter à l'eau de diffusion au moins environ 0,25, de préférence au moins environ 0,5 et mieux encore au moins environ 0,625 kilogramme de gaz carbonique par tonne de tissu végétal contenant du sucre. Des quantités équivalentes sur le plan fonctionnel de gaz carbonique solide ou d'autres matériaux qui, en solution, peuvent être modifiés pour produire du gaz carbonique ou pour produire les mêmes moitiés, ligands ou

ions que l'on obtient quand on fait barboter du gaz carbonique dans l'eau de diffusion, peuvent également être utilisés.

Dans un mode de réalisation particulièrement  
5 préféré, le gaz carbonique est dispersé de façon uniforme dans l'eau de diffusion près de l'extrémité jus du procédé. Une dispersion uniforme peut être obtenue en introduisant le gaz carbonique dans le diffuseur à une série d'endroits près de l'extrémité jus à la partie inférieure du diffuseur,  
10 en utilisant des buses de dispersion de gaz aux endroits d'approvisionnement de gaz carbonique, et/ou par d'autres moyens appropriés.

Eventuellement, dans certains cas, il peut être  
indiqué de traiter de façon supplémentaire l'eau de  
15 diffusion, par exemple par un acide minéral ou un acide organique approprié, pour abaisser le pH de l'eau de diffusion. Les acides appropriés dans ce but comprennent l'acide sulfurique et l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique étant préféré à l'heure actuelle en raison de sa  
20 facilité relative d'élimination ultérieure et de son faible prix. L'eau de diffusion peut être traitée par l'acide choisi, en ajoutant l'acide à l'alimentation d'eau de diffusion et/ou en ajoutant l'acide directement dans l'eau de diffusion dans le diffuseur. Quand on utilise un traitement  
25 supplémentaire par un acide, on ajoute une quantité suffisante d'acide dans l'eau de diffusion ou dans la source d'eau de diffusion pour abaisser le pH de l'eau à environ 5,0 à environ 6,5, de préférence environ 5,2 à environ 6,0, et mieux encore à environ 5,4 à environ 5,6. Les facteurs  
30 optimaux pour les divers types et diverses conditions d'installation particulières et pour diverses variables du processus sont facilement déterminables et l'on peut effectuer des réglages des variables du processus pendant le fonctionnement du processus dans la mise en oeuvre de la  
35 présente invention.

Après contact du tissu végétal contenant du sucre avec de l'eau de diffusion en présence d'une quantité efficace de gaz carbonique, comme décrit ici, le jus de diffusion résultant peut être traité d'une manière classique

MC

pour recueillir le sucre à partir du jus de diffusion.

On a trouvé que le contact du tissu végétal contenant du sucre avec l'eau de diffusion contenant une quantité efficace de gaz carbonique, près de l'extrémité jus  
5 d'un procédé de diffusion, donne une efficacité d'extraction nettement accrue. L'efficacité accrue provient au moins en partie de la pureté accrue des jus de diffusion et dilués résultants et en outre, dans certains cas, de l'extraction stimulée de sucre à partir des tissus végétaux. On a en  
10 outre trouvé que l'on obtient une efficacité accrue d'extraction d'une manière moins coûteuse et plus sûre que par les procédés antérieurs utilisant seulement un traitement par l'acide chlorhydrique ou sulfurique et/ou un traitement par l'éthylène, sur l'eau de diffusion.

15 Les exemples suivants illustrent les principes précédents.

#### EXEMPLE I

On traite trois échantillons de cossettes de betteraves à sucre en ajoutant 300 g de cossettes, par  
20 échantillon, à 1400 ml d'eau du robinet utilisée pour la diffusion, à une température de 58°C. On laisse le sucre des cossettes de l'échantillon N° 1 diffuser dans l'eau de diffusion sans traitement supplémentaire. On ajuste à 5,5 le  
25 pH de l'eau de diffusion de l'échantillon N° 2 par addition d'acide chlorhydrique puis on fait barboter de l'éthylène gazeux dans l'eau de diffusion à un débit d'environ 10 l/mn. Dans l'échantillon N° 3, on fait barboter du gaz carbonique pratiquement pur dans l'eau de diffusion à un débit d'environ  
30 10 l/mn. A des intervalles de 10 minutes, on prélève des parties aliquotes de 150 ml de l'eau de diffusion de chaque échantillon pour analyser la teneur en sucre par polarimétrie. Les résultats sont indiqués dans le Tableau I.

IZ  
TABLEAU 1

		Teneur en sucre (%)		
	<u>Temps (mn)</u>	<u>Echantillon 1</u>	<u>Echantillon 2</u>	<u>Echantillon 3</u>
5	10	18,87	20,53	20,98
	20	20,76	22,26	22,86
	30	21,52	22,94	23,50
	40	22,08	23,33	23,89
	50	22,19	23,55	24,01
10	60	22,33	23,62	24,19

Comme le montre le Tableau 1, les échantillons traités par l'éthylène/acide et par le gaz carbonique présentent tous deux des teneurs en sucre supérieures dans 15 l'eau de diffusion par rapport au témoin (Echantillon N° 1), l'extraction de sucre la plus importante étant obtenue à partir de l'échantillon traité par le gaz carbonique.

EXEMPLE II

On répète le mode opératoire de l'Exemple 1 mais 20 on ajuste à 6,0 le pH de l'eau de diffusion de l'Echantillon N° 3, avant traitement de l'échantillon par du gaz carbonique. Les résultats sont indiqués dans le Tableau 2 :

TABLEAU 2

		Teneur en sucre (%)		
	<u>Temps (mn)</u>	<u>Echantillon 1</u>	<u>Echantillon 2</u>	<u>Echantillon 3</u>
25	10	12,75	13,85	14,70
	20	14,40	15,60	16,80
	30	15,00	16,30	17,65
30	40	15,50	16,90	18,30
	60	15,80	17,30	19,00

A nouveau, comme l'indique le Tableau 2, les échantillons traités par l'éthylène et un acide et par 35 l'acide carbonique présentent tous deux des teneurs en sucre supérieures dans l'eau de diffusion par rapport au témoin. Cependant, dans cet exemple, il apparaît que le pré-traitement de l'eau de diffusion de l'échantillon N° 3 pour

MC

abaïsser son pH entraîne une augmentation encore plus prononcée de l'extraction du sucre pendant le traitement ultérieur au gaz carbonique de l'échantillon.

### EXEMPLE III

5 On introduit des cossettes de betteraves à sucre dans un diffuseur pilote en pente ayant une capacité de traitement de 9 kilogrammes de cossettes de betteraves à sucre par heure. Le diffuseur pilote comporte des commandes de la température, de la vitesse d'alimentation et de la  
10 vitesse des rouleaux, et comporte en outre des orifices dans le corps du diffuseur conçus pour permettre le barbotage d'un gaz dans l'eau de diffusion. On effectue avec le diffuseur pilote trois essais séparés durant chacun huit heures. Dans le premier essai (témoin), on transporte 9 kilogrammes de  
15 cossettes de betteraves à sucre par heure dans l'installation pilote et on les soumet à un écoulement à contre-courant d'eau de diffusion. Dans le second essai, on répète le mode opératoire du premier essai mais on ajuste le pH de l'eau de diffusion à 5,5 avec de l'acide sulfurique avant d'introduire  
20 l'eau de diffusion dans le diffuseur pilote et on ajoute 20 ml/mn d'acide sulfurique 0,024 N à l'eau de diffusion dans le diffuseur. Dans le troisième essai, on suit le mode opératoire du second essai, mais on n'ajoute pas d'acide dans l'eau de diffusion dans le diffuseur mais on introduit du gaz  
25 carbonique dans le diffuseur à un débit de 30 l/mn et on le fait barboter dans le gaz de diffusion. Les autres conditions de fonctionnement de l'installation pilote sont données dans le Tableau 3.

TABIEAU 3

Traitement	Entrée de l'eau de diffusion		Températures de diffusion (°C)		pH de diffusion		
	Débit (ml/mm)	Temp. (°C)	Côté pulpes	Côté jus	Jus SDR*	Sortie des pulpes	Sortie des jus
Témoins	160	83	74	77	12,80	0,93	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	138	88	74	76	12,13	1,10	5,4
CO <sub>2</sub>	161	87	77	71	13,13	1,29	6,1

\* "SDR"

Solides dissous mesurés par réfractométrie

\*\* Pulpes (% - pol.) Pourcentage de sucre restant dans les pulpes mesuré par polarimétrie

\*\*\* H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> est ajouté à deux endroits dans le diffuseur pour augmenter le débit total à environ 160 ml/mm.

MC

Les résultats des essais du diffuseur pilote sont donnés dans le Tableau 4.

TABLEAU 4

5	Traitement	Cossettes			Jus dilué	
		Teneur en sucre (%)	Pureté apparente (%)	Sucre restant dans les pulpes (%)	Pureté apparente (%)	Pureté réelle (%)**
10	Témoin	13,02	91,94	1,24	90,40	87,44
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	12,98	91,11	1,03	90,80	87,29
	CO <sub>2</sub>	14,06	91,71	1,21	93,58	88,63

15 \*\* telle que mesurée par chromatographie en phase gazeuse.

Comme le montre le Tableau 4, la pureté du jus dilué du diffuseur pilote est nettement accrue par rapport à celle du témoin et de l'échantillon utilisant de l'eau de diffusion traitée par de l'acide sulfurique, lorsque l'on introduit du gaz carbonique dans l'eau de diffusion dans le diffuseur pilote.

EXEMPLE IV

Dans cet exemple, on introduit des cossettes de betteraves à sucre dans un diffuseur Silver Slope d'échelle industrielle, comme décrit dans McGinnis : Beet-Sugar Technology, Second Edition, at pages 144-145, et on les traite d'une manière industrielle classique mais en ajoutant du gaz carbonique dans le système de diffuseur. Le diffuseur utilisé comprend deux auges à cossettes côte à côte et six chemises de vapeur d'eau qui divisent les auges en six "cellules" qui sont appelées cellules 1 à 6 ; la cellule 1 étant placée près de l'extrémité inférieure de réception des cossettes du diffuseur et la cellule 6 étant située près de l'extrémité supérieure de décharge des cossettes du diffuseur. Le corps du diffuseur est conçu pour permettre l'injection de gaz carbonique dans l'eau de diffusion, dans chaque auge à cossettes à six endroits au total : entre les cellules 1 et

2, entre les cellules 2 et 3 et entre les cellules 3 et 4. On fait fonctionner le diffuseur pendant plusieurs semaines de la façon cyclique suivante. Pendant une période de 16 heures, on fait fonctionner le diffuseur d'une manière  
5 classique et on recueille comme témoin les données concernant le processus de diffusion. Pendant une période ultérieure de 8 heures, on introduit du gaz carbonique dans le système de diffusion à un débit total de 77 kg/heure, 54 kg/heure de gaz  
10 carbonique étant fournis par des orifices d'injection aux six endroits des auges de diffusion et 23 kg/heure de gaz carbonique étant introduits et dispersés dans le réservoir d'alimentation en eau de diffusion. La pression du gaz  
15 carbonique aux six orifices d'injection est maintenue à 4,14 bars. Après la période de huit heures, on suppose que le système de diffusion s'est stabilisé en ce qui concerne le  
traitement par le gaz carbonique. Pendant la période de 16 heures qui suit, on poursuit l'introduction de gaz carbonique dans le système de diffusion et on recueille les données  
20 pour déterminer les effets du traitement par le gaz carbonique sur le procédé de diffusion.

Des échantillons sont prélevés du système de diffusion toutes les demi-heures et sont analysés en utilisant des techniques classiques pour déterminer les  
25 puretés apparentes, la teneur en sucre des cossettes et la teneur en eau des pulpes. Les résultats donnés comme des moyennes sur 16 heures, sont donnés dans le Tableau 5.

TABLEAU 5

Essai	Pureté apparente du jus de diffusion (%)		Pureté apparente du jus dilué (%)		Seconde carbonatation Pureté apparente (%)	
	Témoin	CO <sub>2</sub>	Témoin	CO <sub>2</sub>	Témoin	CO <sub>2</sub>
1	84,21	89,47	88,10	92,10	88,94	90,79
2	86,50	88,44	89,41	90,30	88,98	91,81
3	84,69	87,74	87,86	91,38	91,62	93,22
4	88,36	89,17	90,14	91,10	91,02	91,69
5	87,58	88,03	90,97	91,86	91,33	91,45
6	88,27	88,64	91,33	91,36	91,02	91,40
7	88,33	88,23	92,19	92,37	91,02	91,40
8	90,01	88,13	92,29	92,16	92,85	92,37
9	88,35	88,23	91,89	91,60	91,32	91,77
10	86,61	88,74	91,37	91,97	90,85	91,32
11	88,26	91,26	91,96	91,63	90,30	93,00
12	89,88	90,01	90,73	91,20	90,50	92,75
13	90,11	89,10	91,36	90,40	91,10	93,50

17

Essai	Pureté apparente des cassettes (%)		Sucre dans les cassettes (%)		Teneur en eau des pulpes (%)	
	Témoin	CO <sub>2</sub>	Témoin	CO <sub>2</sub>	Témoin	CO <sub>2</sub>
1	84,24	85,89	15,15	15,65	77,94	77,18
2	86,84	84,96	15,41	15,14	78,76	78,03
3	84,99	87,71	15,08	15,72	77,89	76,01
4	87,97	87,92	16,20	16,67	79,19	77,11
5	88,15	89,35	16,10	16,82	78,35	77,12
6	83,65	85,33	16,19	16,14	79,10	78,05
7	85,79	85,02	16,19	16,18	77,74	76,83
8	87,46	86,99	16,31	16,49	78,20	77,09

me

TABLEAU 5 (suite)

Essai	Pureté apparente des cossettes (%)		Sucre dans les cossettes (%)		Teneur en eau des pulpes (%)	
	Témoins	CO <sub>2</sub>	Témoins	CO <sub>2</sub>	Témoins	CO <sub>2</sub>
9	83,65	87,07	15,78	15,99	77,22	76,93
10	86,35	86,53	15,43	15,31	77,65	77,19
11	86,27	85,99	15,71	15,76	77,83	77,96
12	86,81	86,50	16,89	16,24	80,28	79,59
13	86,68	86,83	15,78	16,42	80,00	77,35

MC

## Les moyennes, différences et significations

statistiques pour les résultats sont données dans le Tableau 6.

TABLEAU 6

Quantité	Traitement		Différence	Signification	
	Témoin	CO <sub>2</sub>			
5	Pureté apparente (Z)				
10	Jus de diffusion	87,78	88,86	1,08	0,070 N.S.
	Jus dilué	90,74	92,42	1,68	0,005 T.S.
	Jus de 2 <sup>nde</sup> carbonatation	90,82	92,08	1,27	0,005 T.S.
15	Pureté des cossettes	86,07	86,62	0,57	— N.S.
	Teneur en sucre des cossettes	15,86	16,04	0,18	— N.S.
20	Teneur en eau des pulpes	78,47	77,47	1,00	0,001 T.S.
	N.S. - non significatif à un niveau de 0,05				
	T.S. - très significatif à un niveau de 0,01				

25

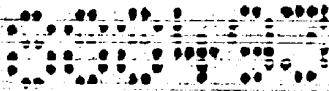
Comme le montrent les Tableaux 5 et 6, le traitement par le gaz carbonique dans une installation industrielle de diffusion donne une pureté apparente du jus de diffusion améliorée, une pureté apparente améliorée du jus dilué et une pureté apparente améliorée du jus de seconde carbonatation. En outre, le traitement par le gaz carbonique donne des pulpes ayant une teneur en eau réduite, ce qui permet une meilleure économie dans le pressage ultérieur des pulpes.

35

## EXEMPLE V

On remplit deux séries de récipients de 0,5 l, chaque série comprenant six récipients, avec 250 ml d'eau du robinet et on les maintient à 60°C. On identifie les récipients

MC



de chaque série comme les cellules 1, 2, 3, 4, 5 et 6 respectivement. On ajoute à l'eau de chaque cellule 1 150 g de cossettes de betteraves à sucre fraîchement préparées. A des intervalles de 10 minutes, on transfère les cossettes de 5 chaque cellule 1 dans la cellule correspondante 2 et l'on ajoute dans l'eau de chaque cellule 1 150 g supplémentaires de cossettes fraîchement préparées. On suit ce mode opératoire jusqu'à ce que les cossettes aient atteint chaque cellule 6. A des intervalles de 10 minutes par la suite, on ajoute à 10 chaque série un récipient supplémentaire de 0,5 litre contenant 250 ml d'eau du robinet à 60°C, les nouveaux récipients devenant les cellules 6 de chaque série et les autres cellules descendant dans la série. La cellule initiale de chaque série étant enlevée de la position de la cellule 1 est enlevée des 15 séries pour l'analyse de l'eau de diffusion. Dans une des séries de cellules, on introduit continuellement du gaz carbonique en excès dans la cellule 1 de la série (c'est-à-dire du côté jus du procédé de diffusion). Dans la seconde série de cellules; on introduit continuellement du gaz 20 carbonique en excès dans la cellule 6 de la série (c'est-à-dire du côté pulpe du procédé).

On analyse la pureté apparente du jus dilué en utilisant une modification de la méthode de Carruther dans les cellules enlevées des séries à des intervalles de 10 minutes. 25 Les résultats sont donnés dans le Tableau 7 :

TABLEAU 7

<u>Minutes écoulées depuis le début de l'échantillonnage</u>		<u>CO<sub>2</sub> introduit dans la cellule 6 (côté pulpe)</u>	<u>CO<sub>2</sub> introduit dans la cellule 1 (côté jus)</u>
5	10	96,39	97,23
	20	87,71	87,82
	30	82,48	91,39
	40	89,18	92,01
	50	84,44	90,90
10	60	92,57	91,34
	70	84,35	94,08
	80	87,01	92,87
Moyenne		88,02	92,21

15 Les résultats du Tableau 7 montrent que l'introduction de gaz carbonique près de l'extrémité jus du procédé de diffusion entraîne une augmentation de la pureté du jus dilué de plus de 4 points par rapport à l'introduction du gaz carbonique près du côté pulpes du procédé.

20

EXEMPLE VI

On répète le mode opératoire de l'Exemple V mais l'eau dans chaque cellule de chaque série est ajustée à un pH de 9,5 par addition d'hydroxyde d'ammonium avant le contact des cossettes et de l'eau. Les résultats sont donnés dans le

25 Tableau 8.

TABLEAU 8

<u>Minutes écoulées depuis le début de l'échantillonnage</u>		<u>CO<sub>2</sub> introduit dans la cellule 6 (côté pulpe)</u>	<u>CO<sub>2</sub> introduit dans la cellule 1 (côté jus)</u>
30	10	100,00	101,00
	20	81,89	88,20
	30	82,74	80,07
	40	82,96	85,07
	50	86,83	89,59
35	60	82,43	87,81
	70	83,88	87,56
	80	84,26	87,26
Moyenne		85,62	88,32

Mc

**EXEMPLE VIII**

On répète le mode opératoire de l'Exemple VI en utilisant trois séries de cellules. Dans une série de cellules, on introduit du gaz carbonique en excès dans l'eau de la cellule 1 de la série (c'est-à-dire près de l'extrémité jus). Dans une seconde série de cellules, on introduit du gaz carbonique en excès dans l'eau de la cellule 6 de la série (c'est-à-dire du côté pulpe). Dans la dernière série, on ajoute du gaz carbonique dans aucune cellule de la série.

10 Les résultats sont donnés dans le Tableau 9.

**TABLEAU 9**

	Minutes écoulées depuis le début de l'échantillonnage	Pas d'addition de CO <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> introduit dans la cellule 6 (côté pulpe)	CO <sub>2</sub> introduit dans la cellule 1 (côté jus)
15	10	80,20	82,75	86,66
	20	84,64	81,75	89,08
	30	86,44	83,48	92,69
	40	88,30	86,10	93,31
20	50	85,62	85,66	94,37
	60	89,92	86,20	92,09
	Moyenne	85,85	84,32	91,37

Comme le montre le Tableau 9, l'addition de gaz carbonique dans la cellule 6, c'est-à-dire du côté pulpes d'un procédé de diffusion, apparaît abaisser la pureté apparente du jus dilué par rapport à celle obtenue sans addition de CO<sub>2</sub> d'environ 1,5 point, tandis que l'addition de gaz carbonique à la cellule 1, c'est-à-dire du côté jus d'un procédé de diffusion, élève la pureté apparente du jus dilué d'environ 5,5 points.

Me

REVENDEICATIONS

1. Procédé d'extraction de sucre à partir d'un tissu végétal contenant du sucre, dans lequel le tissu végétal est mis en contact avec de l'eau de diffusion à laquelle on a ajouté du gaz carbonique, caractérisé en ce qu'on met le tissu végétal contenant du sucre en contact, près de l'extrémité jus d'un procédé de diffusion, avec de l'eau de diffusion en présence d'une quantité de gaz carbonique permettant d'augmenter l'efficacité de l'extraction du sucre à partir du tissu végétal.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on fait barboter le gaz carbonique dans l'eau de diffusion.
3. Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'on disperse le gaz carbonique dans l'eau de diffusion avant de mettre le tissu végétal en contact avec l'eau de diffusion.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1, 2 et 3, caractérisé en ce que on met en contact avec du gaz carbonique le tissu végétal provenant de betteraves à sucre, de canne à sucre, de sorgho à sucre ou de leurs mélanges.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'on fait barboter dans l'eau de diffusion au moins environ 0,25 kg et de préférence 0,4 kg de gaz carbonique par tonne de tissu végétal.
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'on fait barboter 0,5 kg de gaz carbonique par tonne de tissu végétal.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'on ajuste le pH de l'eau de diffusion à environ 5,0-6,5, de préférence environ 5,2-6,0.
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'on ajuste le pH de l'eau de diffusion en ajoutant de l'acide sulfurique à l'eau de diffusion.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'on met le tissu

Mc

végétal en contact avec l'eau de diffusion en présence d'un agent comprenant le gaz carbonique, le gaz carbonique dissous, les matériaux sur lesquels on peut agir dans l'eau de diffusion pour obtenir les mêmes groupements, ligands ou ions que ceux produits quand on fait barboter le gaz carbonique dans l'eau de diffusion, ou leurs mélanges, en quantité suffisante pour augmenter l'efficacité de l'extraction du sucre à partir du tissu végétal.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'on met le tissu végétal en contact avec l'eau de diffusion en présence d'une quantité de gaz carbonique permettant d'inhiber l'extraction, au cours du procédé de diffusion, des impuretés solubles dans l'eau provenant du tissu végétal.

ORIGINAL EN VINGT-CINQ  
PAGES COMPORTANT ZERO MOT  
NUL ET ZERO MOT RAJOUTE.

Par procuration de la Société dite:  
THE GREAT WESTERN SUGAR COMPANY  
La société LANGNER PARRY  
C/O M. Frank Seifert  
11't Vlietje - 2800 MECHELEN -  
BELGIQUE

le 17 avril 1987

M. Coumans