

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 943 692 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
15.10.2003 Bulletin 2003/42

(51) Int Cl.7: **C13D 1/00, C13D 1/08**

(21) Numéro de dépôt: **99400529.6**

(22) Date de dépôt: **04.03.1999**

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

Verfahren zur Desinfektion von Zuckerlösungen mit Peressisäure

Process for disinfecting sugar solutions with a solution of peracetic acid

(84) Etats contractants désignés:
BE DE GB

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

(43) Date de publication de la demande:
22.09.1999 Bulletin 1999/38

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

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

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

(56) Documents cités:
EP-B- 0 678 123

- **R.PEHRSSON ET AL.:** "The use of peracetic acid formulations in the disinfection of beet sugar extracton plants" **ZUCKERINDUSTRIE**, vol. 120, no. 7, juillet 1995, pages 593-597597, **XP002091667** berlin
- **CHEMICAL ABSTRACTS**, vol. 83, no. 18, 3 novembre 1975 Columbus, Ohio, US; abstract no. 149459c, **J.HERCK ET AL.:** "Use of peracetic acid for disinfection in sugar industry" page 136; colonne 1; **XP002091669 & LISTY CUKROV.**, vol. 91, no. 6, 1975, pages 126-132,
- **R.NYSTRAND:** "disinfectants in beet sugar extraction" **ZUCKERINDUSTRIE**, vol. 110, no. 8, 1985, pages 693-698, **XP002091668** berlin

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).

EP 0 943 692 B1

Description

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

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

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

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

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

fuseurs.

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

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

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

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

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

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

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

[0013] Une solution d'acide peracétique commercialisée par la société SEPPIC sous le nom BACTIPAL® 15/23, comprenant 15% d'acide peracétique et 23% de peroxyde d'hydrogène a été utilisée en continu à une concentration de 25 à 40 ppm en acide peracétique une quinzaine de jours dans une sucrerie lors d'une campagne d'extraction de sucre de la betterave à sucre, en l'aspergeant sur les betteraves avant découpage, et en l'introduisant en continu aux points suivants de l'installation:

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

[0014] L'analyse du produit final conduit aux résultats suivants :

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

[0015] Ces résultats montrent que le procédé mis en oeuvre permet une amélioration notable du procédé d'extraction du sucre, ceci grâce notamment à l'introduction en continu d'une concentration initiale en acide peracétique dans tout le liquide recirculant dans l'installation à un niveau compris entre 25 et 40 ppm, ce que ne décrit, ni ne suggère, l'état de la technique.

Revendications

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

4. Procédé tel que défini l'une des revendications 1 à 3 dans laquelle, la solution d'acide peracétique est en outre pulvérisée sur les betteraves avant découpage en cossettes.

5. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 4, dans lequel la solution mise en oeuvre est préparée à partir d'une composition commerciale qui contient de 10% à 30% en poids et, de préférence, de 15% à 25% en poids d'acide peracétique, de 15% à 25% en poids de peroxyde d'hydrogène et de 15% à 25% d'acide acétique. et particulièrement à partir d'une composition aqueuse contenant environ 15% en poids d'acide peracétique et 23% en poids de peroxyde d'hydrogène.

6. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 5, dans lequel la solution mise en oeuvre est introduite en continu dans les circuits de l'installation d'extraction, de manière à maintenir une concentration initiale en acide peracétique comprise entre 10 et 300 ppm et de préférence entre 20 et 50 ppm.

Claims

1. Process for disinfecting sugar solutions circulating in a sugar beet sugar extraction plant, using peracetic acid, **characterized in that** only one aqueous peracetic acid solution with a hydrogen peroxide/peracetic acid molar ratio of less than or equal to 4 is used, by introducing it into at least one point in the plant upstream of the diffusion drum or drums, and into at least one point in the circuit for the waters derived from the pressing of the pulps before recycling into the diffusion drum.
2. Process as defined in Claim 1, in which the peracetic acid solution is also introduced into the sugar solution transfer circuit.
3. Process as defined in either of Claims 1 and 2, in which the peracetic acid solution is also introduced into the transfer circuits for the distillation residues, which are optionally recycled into the diffusers.
4. Process as defined in one of Claims 1 to 3, in which the peracetic acid solution is also sprayed onto the beets before they are chopped into beet chips.
5. Process as defined in one of Claims 1 to 4, in which the solution used is prepared from a commercial composition containing from 10% to 30% by weight and preferably from 15% to 25% by weight of peracetic acid, from 15% to 25% by weight of hydrogen peroxide and from 15% to 25% of acetic acid, and particularly from an aqueous composition containing about 15% by weight of peracetic acid and 23%

by weight of hydrogen peroxide.

6. Process as defined in any one of Claims 1 to 5, in which the solution used is introduced continuously into the circuits of the extraction plant, so as to maintain an initial peracetic acid concentration of between 10 and 300 ppm and preferably between 20 and 50 ppm.

10

Patentansprüche

1. Verfahren zur Desinfektion mit Peressigsäure von Zuckerlösungen, die in einer Vorrichtung zur Extraktion des Zuckers aus Zuckerrüben zirkulieren, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine einzige wäßrige Peressigsäurelösung mit einem Molverhältnis von Wasserstoffperoxid zu Peressigsäure zum Einsatz kommt, das weniger oder gleich 4 beträgt, indem sie an mindestens einem Punkt der Anlage stromaufwärts der Diffusionstrommel und an mindestens einem Punkt des Kreislaufs des Wassers eingeführt wird, das aus dem Pressvorgang der Pulpe vor dem Zurückführen zu der Diffusionstrommel stammt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Peressigsäurelösung außerdem in die Transportkreisläufe der Zuckerlösung eingeführt wird.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei die Peressigsäurelösung außerdem in die Transportkreisläufe der Reststoffe aus der Destillation eingeführt wird, die möglicherweise zu den Diffusoren zurückgeführt werden.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Peressigsäurelösung außerdem über die Zuckerrüben vor der Zerschnittzelung versprüht wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die verwendete Lösung aus einer handelsüblichen Zusammensetzung hergestellt wird, die 10 bis 30 Gew.-% und vorzugsweise 15 bis 25 Peressigsäure enthält, 15 bis 25 Gew.-% Wasserstoffperoxid und 15 bis 25 Gew.-% Essigsäure und insbesondere aus einer wässrigen Zusammensetzung, die ungefähr 15 Gew.-% Peressigsäure und 23 Gew.-% Wasserstoffperoxid enthält.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die verwendete Lösung kontinuierlich derart in die Kreisläufe der Extraktionsanlage eingeführt wird, dass eine anfängliche Konzentration von Peressigsäure zwischen 10 und 300 ppm und vorzugsweise zwischen 20 und 50 ppm aufrechterhalten wird.