

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 138 787 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

04.10.2001 Bulletin 2001/40

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

(21) Numéro de dépôt: **01400763.7**

(22) Date de dépôt: **23.03.2001**

(84) Etats contractants désignés:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**

Etats d'extension désignés:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **29.03.2000 FR 0003956**

(71) Demandeurs:

- **SOCIETE D'EXPLOITATION DE PRODUITS
POUR LES INDUSTRIES CHIMIQUES,
S.E.P.I.C.
75321 Paris Cédex 07 (FR)**
- **Bioxal
75007 Paris Cedex 07 (FR)**

(72) Inventeurs:

- **Le Rouzic, Daniel
95120 Ermont (FR)**
- **Gamet, Jean-Claude
71460 St Martin du Tartre (FR)**
- **Lauriot, Jean-Marc
71150 Demigny (FR)**

(74) Mandataire: **Conan, Philippe Claude et al**

**L'Air Liquide
D.S.P.I.
75, quai d'Orsay
75321 Paris Cedex 07 (FR)**

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

(57) Procédé de désinfection à l'acide peracétique, de solutions de sucre circulant dans une unité d'extraction du sucre de la betterave à sucre, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de traitement des cossettes,

par une solution aqueuse comprenant entre environ 0,01% en poids et 1% en poids d'acide peracétique et de préférence entre 0,3% en poids et 0,5% en poids d'acide peracétique.

EP 1 138 787 A1

Description

[0001] L'invention relève du domaine de l'extraction industrielle du sucre des betteraves à sucre.

[0002] Les procédés industriels d'extraction du sucre des betteraves à sucre, comprennent une ou plusieurs étapes de désinfection à cause de la présence de germes telluriques, comme la flore lactique apportée avec les cossettes. La présence de cette flore, qui prolifère aisément à la température mise en oeuvre du procédé, se traduit, lorsqu'elle se développe de façon incontrôlée, par une acidification du milieu, qui induit une hydrolyse du saccharose et donc une perte de rendement qui peut aller jusqu'à 1% du sucre produit.

[0003] Depuis les origines de l'industrie du sucre, on utilise le formol comme désinfectant. Mais la prise en compte de la toxicité du produit désinfectant et de ses produits de dégradation, les exigences relatives à la qualité du sucre obtenu, ont conduit les industriels à s'intéresser à d'autres produits potentiellement désinfectants comme les dérivés d'ammonium quaternaire ou d'amines, les composés iodés, les composés soufrés, les dithiocarbamates, l'acide benzoïque ou ses dérivés, 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.

[0004] 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.

[0005] R. NYSTRAND (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.

[0006] La demande de brevet européen EP 0 678 123 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 peroxy-

de d'hydrogène sur acide peracétique inférieur ou égal à 10, qui est introduite dans la fraction centrale des diffuseurs. Ce procédé, parce qu'il implique l'utilisation de deux solutions de concentrations différentes, engendre des problèmes de mise en oeuvre aux opérateurs de l'unité de production.

[0007] La demande de brevet européen EP 0 943 692 publiée le 22 septembre 1999 divulgue un procédé n'utilisant qu'une seule solution d'acide peracétique dans laquelle le ratio molaire peroxyde d'hydrogène sur acide peracétique est inférieur ou égal à 4, en introduisant en au moins un point 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 ou les tambours de diffusion, de façon à maintenir une concentration en acide peracétique à une valeur comprise entre 10 et 300 ppm (parties par million) et de préférence entre 20 et 50 ppm, les betteraves étant éventuellement aspergées avec ladite solution avant découpage en cossettes.

[0008] La demanderesse a cherché à améliorer l'efficacité des procédés décrits ci-dessus, sans engendrer de nouveaux effets secondaires négatifs.

[0009] L'invention a pour objet un procédé de désinfection à l'acide peracétique, de solutions de sucre circulant dans une unité d'extraction du sucre de la betterave à sucre, caractérisé en ce qu'il comprend, une étape de traitement des cossettes par une solution aqueuse comprenant entre environ 0,01% en poids et 1% en poids d'acide peracétique et de préférence entre 0,3% en poids et 0,5% en poids d'acide peracétique.

[0010] Le traitement mentionné ci-dessus est généralement effectué par pulvérisation ou par aspersion de ladite solution. Il peut également être effectué par immersion desdites cossettes dans la solution diluée. Le traitement est effectué de préférence, par aspersion de ladite solution, en sortie du coupe-racines sur les cossettes fraîchement découpées.

[0011] Selon une première variante du procédé tel que défini précédemment, on introduit une solution aqueuse d'acide peracétique ayant un ratio molaire peroxyde d'hydrogène sur acide peracétique, inférieur ou égal à 4, 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 ou les tambours de diffusion.

[0012] Selon une deuxième variante du procédé tel que défini précédemment, une solution d'acide peracétique est en outre introduite en continu dans les circuits d'eaux recyclées en diffusion, en particulier dans les eaux de presse à une concentration initiale comprise entre 1 ppm et 100 ppm, de préférence entre 3 ppm et 50 ppm d'acide peracétique.

[0013] Selon une troisième variante du procédé tel que défini précédemment, le procédé comprend une étape de traitement des betteraves avant découpage en cossettes par une solution aqueuse d'acide peracétique comprenant entre environ 0,1% en poids et 0,3%

en poids d'acide peracétique.

[0014] Le traitement mentionné ci-dessus est généralement effectué par pulvérisation ou par aspersion de ladite solution. Il peut également être effectué par immersion desdites des betteraves dans la solution diluée.

[0015] De façon générale, le procédé et ses variantes tels que définis ci-dessus, fonctionnent en continu, sur toute une campagne de d'extraction soit, environ 3 à 6 mois par an.

[0016] Le traitement à l'acide peracétique, objet du procédé et de ses variantes tels que définis précédemment, est généralement mis en oeuvre avec une seule composition commerciale. Une telle composition est sous forme d'une solution aqueuse contenant de 5% 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 environ 15% en poids d'acide peracétique et 23% en poids de peroxyde d'hydrogène. On procède alors de façon automatique ou manuelle aux dilutions nécessaires, près des points d'introduction et /ou de traitement de l'unité de production de sucre.

[0017] A certains endroits de l'installation, la composition commerciale est introduite en continu sans dilution préalable, en contrôlant le débit d'introduction par la mesure de la concentration initiale souhaitée en acide peracétique dans le circuit au lieu d'introduction.

[0018] L'utilisation d'une seule solution commerciale dans le procédé et ses variantes tels qu'ils sont définis précédemment, constitue aussi l'un des objets de la présente invention.

[0019] Selon un dernier aspect du procédé tel que défini précédemment, la quantité totale d'acide peracétique utilisée au cours des différentes étapes de traitement est comprise entre environ 20 g et 40 g par tonne de betteraves pressée.

[0020] L'exemple suivant illustre l'invention sans toutefois la limiter.

[0021] 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 grammes d'acide peracétique par tonne de betteraves, pendant trois semaines 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 en divers points de l'installation, de la façon suivante :

- aspersion en continu d'une solution diluée d'acide peracétique à une concentration de 0,1% à 0,3% en poids sur les betteraves nettoyées avant le coupe racines,
- aspersion en continu d'une solution diluée d'acide peracétique à une concentration de 0,3% à 0,5% en poids sur les cossettes fraîches en sortie du coupe racines,
- injection en continu dans le circuit d'eaux recyclées

en diffusion, comprenant les eaux de presse, de la solution de BACTIPAL® 15/23, au débit nécessaire à l'obtention d'une concentration initiale d'au moins 3 ppm en peracétique.

[0022] Ce procédé permet de maîtriser l'infection en diffusion, la pureté du jus vert, la consommation en sels de chaux et la coloration du sucre blanc. On a constaté une augmentation minimum de 2% de la teneur en matière sèche des pulpes pressées.

[0023] Lorsque l'on compare ce procédé à celui décrit dans la demande de brevet européen EP 0 943 692, on s'aperçoit que le procédé objet de la présente invention, permet d'économiser 1000 tonnes de fuel pour une sucrerie traitant 11000 tonnes de betteraves par jour.

[0024] Ces résultats montrent que le procédé mis en oeuvre, permet une amélioration notable du procédé d'extraction du sucre, ceci grâce notamment à l'aspersion en continu des cossettes fraîches avec une solution comprenant de 0,3% à 0,5% en poids, d'acide peracétique, le traitement dans sa totalité, nécessitant de 20 g à 40 g d'acide peracétique par tonne de betteraves introduites en amont dudit procédé

Revendications

1. Procédé de désinfection à l'acide peracétique, de solutions de sucre circulant dans une unité d'extraction du sucre de la betterave à sucre, **caractérisé en ce qu'il** comprend une étape de traitement des cossettes, par une solution aqueuse comprenant entre environ 0,01% en poids et 1% en poids d'acide peracétique et de préférence entre 0,3% en poids et 0,5% en poids d'acide peracétique.
2. Procédé tel que défini à la revendication 1, **caractérisé en ce que** le traitement est effectué par aspersion de ladite solution sur les cossettes, en sortie du coupe-racines.
3. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** l'on introduit en outre, une solution aqueuse d'acide peracétique ayant un ratio molaire peroxyde d'hydrogène sur acide peracétique inférieur ou égal à 4, 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 ou les tambours de diffusion.
4. Procédé tel que défini à l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** l'on introduit en outre une solution d'acide peracétique en continu dans les circuits d'eaux recyclées en diffusion, en particulier dans les eaux de presse à une concentration initiale comprise entre 1 ppm à 100 ppm, et de préférence entre 3 ppm et 50 ppm d'aci-

de peracétique.

5. Procédé tel que défini à l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une étape de traitement des betteraves avant découpage en cossettes par une solution aqueuse d'acide peracétique comprenant entre environ 0,1% en poids et 0,3% en poids, d'acide peracétique. 5
- 10
6. Utilisation d'une solution aqueuse unique, contenant de 5% 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 plus particulièrement environ 15% en poids d'acide peracétique et 23% en poids de peroxyde d'hydrogène pour mettre en oeuvre le procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 5. 15
- 20
7. Procédé tel que défini à l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** la quantité totale d'acide peracétique utilisée au cours des différentes étapes de traitement est comprise entre environ 20 g et 40 g par tonne de betteraves pressée. 25

30

35

40

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 01 40 0763

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
D,X	WO 94 16110 A (BRITISH SUGAR PLC ;SIMMS ROBERT ASHLEY (GB); BOWLER GARRY IAN (GB)) 21 juillet 1994 (1994-07-21)	1-3	C13D1/00 C13D1/08
Y	* revendications 1-8; exemples 1,2 *	4,6	
A	* page 2, ligne 1-9,21-29,33 - page 4, ligne 6,11-20 *		
A	* page 5, ligne 1-4,26-28 * & EP 0 678 123 A (SOLVAY INTEROX LTD) 25 octobre 1995 (1995-10-25)	5,7	
D,Y	EP 0 943 692 A (SEPPIC SA) 22 septembre 1999 (1999-09-22)	4,6	
A	* revendications 1-3,5,6 *		
A	* colonne 2, ligne 11-47; exemple 1 *	1-3,5,7	
A	R PEHRSSON ET AL: "The use of peracetic acid formulations in the disinfection of beet sugar extracton plants" ZUCKERINDUSTRIE - SUGAR INDUSTRY - INDUSTRIE SUCRIERE,DE,BARTENS, BERLIN, vol. 120, no. 7, 1 juillet 1995 (1995-07-01), pages 593-597, XP002091667 ISSN: 0344-8657	1-6	
	* page 594, alinéas 1,3,7 *		
	* page 595, alinéa 5 *		
	* page 596, alinéas 3,4 *		
	* page 597, alinéas 1,2 *		
A	EP 0 456 627 A (EKA NOBEL AB) 13 novembre 1991 (1991-11-13)	1-7	
	* page 3, ligne 11-41,47-51; revendications 1,3,4,6; exemple 3 *		
	--- -/--		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 7 août 2001	Examineur Tallgren, A
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 03 92 (P04C02)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 01 40 0763

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
D,A	R NYSTRAND: "disinfectants in beet sugar extraction" ZUCKERINDUSTRIE - SUGAR INDUSTRY - INDUSTRIE SUCRERE, DE, BARTENS, BERLIN, vol. 110, no. 8, 1985, pages 693-698, XP002091668 ISSN: 0344-8657 * page 696, alinéa 4; tableaux 1,3-5 * * page 694, alinéa 2 * * page 693, alinéas 1,5,16 *	1-7	
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 83, no. 18, 3 novembre 1975 (1975-11-03) Columbus, Ohio, US; abstract no. 149459c, J.HERCIK ET AL.: "Use of peracetic acid for disinfection in sugar industry" page 136; XP002091669 * abrégé *	1	
A D,A	& LISTY CUKROV, vol. 91, no. 6, 1975, page 126-132	2-7	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7)
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		7 août 2001	Tallgren, A
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 03 92 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 01 40 0763

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

07-08-2001

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9416110 A	21-07-1994	AT 151115 T	15-04-1997
		CA 2152908 A	21-07-1994
		CN 1117298 A	21-02-1996
		CZ 9501757 A	13-12-1995
		DE 69402408 D	07-05-1997
		DE 69402408 T	30-10-1997
		EP 0678123 A	25-10-1995
		ES 2103570 T	16-09-1997
		FI 953310 A	05-07-1995
		HU 72109 A, B	28-03-1996
		JP 2780136 B	30-07-1998
		JP 8502899 T	02-04-1996
		PL 309724 A	13-11-1995
		RU 2117705 C	20-08-1998
		SK 83095 A	08-05-1996
		US 5565231 A	15-10-1996
EP 0943692 A	22-09-1999	FR 2776303 A	24-09-1999
EP 0456627 A	13-11-1991	SE 502211 C	18-09-1995
		AT 124090 T	15-07-1995
		DE 69110545 D	27-07-1995
		DE 69110545 T	11-01-1996
		DK 456627 T	16-10-1995
		ES 2073727 T	16-08-1995
		GR 3017009 T	30-11-1995
		SE 9001697 A	11-11-1991

EPO FORM P0480

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82