

289863

3 JU



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

a favor de Don André Pierre Osmond BIZET, de nacionalidad francesa, residente en Saint-Maur (Seine, Francia), 7 Avenue La Fontaine por "PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LA CRISTALIZACIÓN DEL AZÚCAR".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a la cristalización del azúcar en azucarería y refinería, y más particularmente, a un procedimiento para mejorar el rendimiento de esta cristalización.

5. Después del tratamiento de los jarabes azucarados, tanto si se trata de azúcar de remolachas como de caña, se procede a un determinado número de cristalizaciones sucesivas de estos jarabes para extraer de los mismos el máximo de azúcar posible. Este número de tratamientos o precipitaciones es variable, pero ordinaria-
- 10.

69 JUL



289863

mente del orden de tres. En la última precipitación queda, después de la cristalización y la centrifugación, un jarabe denominado melaza cuya concentración en azúcar es variable, pero que ordinariamente se sitúa entre el 47 y el 53% de la cantidad de melaza.

5. Esta concentración en azúcar varía en función del contenido en materia seca de la melaza. Dicha concentración es generalmente de 58 a 62% de la cantidad de materia seca contenida en la melaza. Asimismo puede sobrepasar las cifras indicadas más arriba. Esto sucede en ciertas regiones remolacheras o ciertos años en diferentes factorías, cuando las aguas madres de las últimas cristalizaciones presenta una alta viscosidad debida a una alta alcalinidad o pH.

10. Este resultado es debido al compromiso que se encuentra entre, por una parte el rápido descenso de la velocidad de cristalización del azúcar con el descenso de la pureza y el aumento de la viscosidad de los desagües, y por otra parte la necesidad de obtener una producción compatible con el desembolso de la instalación, de explotación y de mano de obra, que imponen una velocidad de trabajo diario constante, definida por la cantidad y la capacidad de los aparatos de cristalización de que se dispone en la factoría.

15. La cantidad de azúcar inmovilizado en la melaza obtenida por los procedimientos clásicos de azucarería y refinería puede alcanzar un valor elevado, del orden de 12 a 16% de la cantidad de azúcar entrada en fá-

3 JUL



289863

brica.

- Esto ha conducido a numerosos técnicos a la búsqueda de medios tanto para reducir la cantidad de azúcar inmovilizado en la melaza que se retira en el curso de la fabricación como la de azúcar en los productos en pleno tratamiento, ciertas impurezas llamadas "melazígenas", o reemplazando ciertos elementos contenidos en los productos en curso por otros elementos menos melazígenos, como para extraer después del trabajo de la azucarería, en un taller complementario de ésta, una parte del azúcar contenido en la melaza.
- 5.
- 10.

Al primer método utilizado corresponden los procedimientos de intercambio iónico, que pueden dividirse en dos categorías:

15. (a) Los procedimientos de desmineralización en el curso de los cuales se retiran las impurezas minerales y orgánicas por el paso de los jarabes o de los residuos a través de intercambiadores iónicos, catiónicos y aniónicos. Estos procedimientos permiten reducir la
20. cantidad de melaza;

- (b) Procedimientos de intercambio iónico como el reemplazo de una parte del potasio o el sodio por calcio, o el intercambio de una parte del potasio o del sodio por magnesio, lo que permite obtener melazas menos
25. ricas en azúcar.

Al segundo método corresponden los procedimientos llamados de "azucarería", en los que se busca la combinación del azúcar con bases alcalino-térreas: como

3 JUN

289863



la cal, la barita, por ejemplo. Los sacaratos son inmediatamente descompuestos para extraer la sacarosa.

- Los procedimientos (a) que en los últimos años han tenido un cierto éxito, parecen que ya no se desarrollan actualmente debido al elevado coste de producción (esto se explica por el elevado coste de instalación, un consumo de ácidos y bases elevado para la regeneración de las resinas, la vida limitada de ciertas resinas, cuyo coste de reemplazo es muy elevado, las grandes pérdidas de azúcar que dan un rendimiento claramente inferior al teórico (pérdidas por hidrólisis del azúcar y por fermentación bacteriana).
- 5.
- 10.

- Los procedimientos (b) permiten obtener sólo una pequeña reducción del azúcar en la melaza, del orden de 10%, de donde se deriva el pequeño rendimiento del procedimiento.
- 15.

- Los procedimientos denominados de "Azucarería" exigen importantes instalaciones y un consumo elevado de vapor, debiendo diluirse las melazas hasta un contenido aproximado de 9% en materias secas.
- 20.

- Además de estos procedimientos que han sido objeto de una investigación sistemática, se ha propuesto en diversas patentes la extracción del azúcar de la melaza por utilización de disolventes orgánicos (en general alcohol metílico), y de ácidos, como el sulfúrico.
- 25.

Estos últimos procedimientos se basan en la eliminación del potasio en forma de sulfato, con precipitación de azúcar.



Estos procedimientos, que no han sido objeto de explotación industrial no se utilizan por las dificultades inherentes, tales como:

5. 1. Importantes pérdidas de disolvente por las cantidades importantes que se emplean, de 100 a 200 % de la cantidad de melaza.
10. 2. Bajo rendimiento en azúcar por el hecho de que se utilizan melazas que contienen una cantidad de agua relativamente elevada, del orden de 23%; ésta retiene, a causa de la solubilidad del azúcar, una cantidad importante del mismo.
15. 3. Los azúcares no extraídos de la melaza se transforman en su mayor parte en reductores, y una parte de los disolventes que puede subsistir en la melaza residual los hacen inutilizables para otra cosa que usos industriales (destilación).
20. 4. El azúcar obtenido se presenta en forma pulverulenta, o sea como un polvo impalpable, que contiene impurezas que lo inutilizan para el consumo directo. Para utilizar este azúcar debe redisolverse, eliminar las impurezas contenidas en la solución (sulfatos y reductores) por tratamiento químico y efectuar cristalizaciones sucesivas para obtener un azúcar de tamaño y pureza determinados.
25. 5. La realización del procedimiento es bastante delicada, ya que hace falta separar netamente el tiempo de precipitación de los sulfatos de la del azúcar para evitar a toda costa la mezcla del azúcar y de las sales.

-3 JUL 19

289853



La recuperación del azúcar por centrifugación es bastante delicada ya que el azúcar obtenido es excesivamente fino.

5. Se ha hablado de precipitación de azúcar y no de cristalización, ya que esta última se entiende por una formación de granos de azúcar dirigida en número y en grosor; mientras que en los procedimientos citados más arriba, se trata de una precipitación instantánea, espontánea y desordenada, que se produce en el seno de la masa, como una verdadera explosión. En estos procedimientos no se puede dirigir la sobresaturación de las aguas madres, ni el crecimiento de los cristales de azúcar, aunque se siembre la solución con azúcar como en los procedimientos de azucarería o de refinería.

10. 6. Estos procedimientos exigen una instalación con un material importante además de la azucarería.

15. La presente invención tiene por finalidad proveer un procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar en una cristalización de la azucarería o de la refinería, y más particularmente en la última cristalización, de manera que el rendimiento en azúcar recuperable en esta cristalización aumente grandemente, disminuya considerablemente la duración de esta cristalización y quede suprimida la necesidad de tratar las melazas en una instalación especial, y el contenido de éstas en azúcar
20. disminuya hasta un valor tal que no justifique otro tratamiento para recuperar el azúcar.

25. La invención tiene por objeto un procedimiento para mejorar la cristalización de azúcar en un estadio

- 3 JUL



289863

- de la misma en una azucarería o refinería, caracteriza-
da especialmente por el hecho que se regula el pH del ja-
rabe proveniente del estadio anterior a un valor compren-
dido entre 6,2 y 7,8; y el Brix de este jarabe a un va-
lor comprendido entre 62 y 75, se calienta al vacío el
jarabe regulado de esta forma hasta alcanzar un Brix lo
más elevado posible, preferentemente superior a 93,5 se
diluye la masa proveniente de la fase de calentamiento, y
que contiene cristales de azúcar en suspensión, con un
agente líquido que no disuelva la sacarosa, se deja cris-
talizar la masa así diluida y se separa el azúcar cris-
talizado de la melaza restante.

- En el curso de la descripción detallada que si-
gue irán apareciendo más características y ventajas de
la invención.

- Para una buena comprensión de la misma deben
recordarse las definiciones siguientes:

- Se llama Brix de una solución de azúcar, el
peso en gramos de materias secas contenidas en la solu-
ción por 100 g de ésta. La pureza de la solución se refie-
re como el porcentaje de sacarosa respecto a las materias
secas de dicha solución, lo que puede escribirse, llaman-
do S al peso de sacarosa y B al Brix:

$$\text{Pureza} = \frac{S}{B} 100$$

- De acuerdo con la invención, se lleva el jara-
be proveniente de la anterior fase de cristalización a un
pH y Brix determinados antes de llevarlo a calentamiento.

Se ha observado, en efecto, que el hecho de rea-

-3 JUL



289863

lizar este calentamiento a un pH prácticamente constantes y suficientemente bajo, permite aumentar la velocidad de cristalización del azúcar en el calentamiento y malaxado consecutivos y obtener en estas operaciones la formación de granos de azúcar perfectamente regulares lo que facilita en particular las operaciones de centrifugado.

5. Se ha descubierto que, para obtener estos resultados, el Brix del jarabe debe mantenerse entre 62 y 75, y de preferencia entre 68 y 74. Este Brix, netamente inferior al del jarabe proveniente de la cristalización precedente, permite obtener una cocción fácil, sin que por esto aumente anormalmente el tiempo de cristalización ni el gasto de combustible a causa del aumento de evaporación.

10. En efecto, el Brix del jarabe es normalmente, antes del tratamiento de acuerdo con la invención, del orden de 80 a 85, y el volumen de agua a evaporar aumenta por este tratamiento.

15. Se ha descubierto, por otra parte, que un pH aproximadamente constante, comprendido entre 6,2 y 7,8 y de preferencia entre 6,4 y 6,8 en la última cristalización permite obtener el rendimiento óptimo de la cristalización.

20. Esta regulación del pH y del Brix se realiza ya añadiendo al jarabe un líquido de reacción ácida que puede ser una solución acuosa de un ácido como el sulfúrico o el fosfórico, ya añadiendo a este jarabe agua y

25.

289863



5. haciendo pasar un gas ácido como el anhídrico sulfuroso, o bien añadiendo al jarabe una solución azucarada proveniente de un jarabe de la fabricación que es acidulado por paso a través de resinas intercambiadoras iónicas. La cantidad de agua contenida en el líquido ácido debe calcularse en función del Brix del jarabe procedente de la anterior fase de cristalización, de manera que el Brix del jarabe diluido y acidulado esté comprendido dentro de los límites predeterminados. El Brix más favorable para la realización de la invención es aproximadamente 68.

10. El jarabe neutralizado y diluido pasa enseguida a la fase de cocción del procedimiento, donde es tratado en los aparatos ordinarios utilizados para la evaporación al vacío, a fin de llevar el Brix al valor más elevado posible compatible con la pureza del jarabe, la naturaleza de la instalación y la potencialidad de la factoría.
15. Este Brix debe alcanzar, preferentemente, al fin de la cocción un valor superior a 93,5, y más concretamente entre 95 y 97,5, a fin de llevar a cabo la cristalización siguiente por enfriamiento con el mínimo de agua.
20. La temperatura de cocción debe ser la más baja posible, y de preferencia entre 60 y 75°C, a fin de reducir al mínimo la descomposición del azúcar por el calor y evitar la coloración de los productos en curso de calentamiento y ebullición.
25. Después de esta cocción, se produce una primera cristalización por evaporación, y se hace pasar en seguida la masa concentrada o cocida, que contiene el azúcar cristalizado en suspensión, a la fase

-3 JUL 1

289863



siguiente de cristalización por enfriamiento, fase que se efectúa ordinariamente en uno o más malaxadores como en las instalaciones habituales de azucarería o refinería.

5. Igualmente se puede acidular el jarabe durante la misma cocción introduciendo en la masa un ácido o un producto de reacción ácida, de preferencia en solución acuosa. Esta adición puede efectuarse en continuo o discontinuo por inyección de una solución acuosa de un ácido, por ejemplo, en cantidades suficientes para dar un pH bien determinado durante la cocción. También es posible en ciertos casos, encontrar ventajoso proceder a un ligero acidulado del jarabe antes de la cocción y continuarlo durante el curso de la misma. Este acidulado puede igualmente efectuarse en parte o en su totalidad en el momento de la colada en el malaxador.
- 10.
- 15.

20. Anteriormente se ha descrito la cocción como si se efectuara en un aparato clásico de cocción, pero se comprende igualmente bajo este término la evaporación del jarabe efectuada a presión reducida en presencia o no de cristales de azúcar en un evaporador rápido del tipo de película, en un malaxador-concentrador, etc.

25. En este momento se presenta un jarabe azucarado (que proviene del tratamiento de las remolachas o de las cañas de azúcar) cuya consistencia y viscosidad llegan a ser tales en el curso del enfriamiento que la velocidad de cristalización en el seno de la masa se retrasa notablemente hasta el punto que supone una reducción

ESQUE

289863



sensible del rendimiento comercial de la operación e impide el desarrollo normal de la centrifugación ulterior, que permite separar el azúcar cristalizado de la melaza si se lleva demasiado lejos el enfriamiento.

5. Para remediar este inconveniente se puede, bien detener la evaporación, sobre todo a fin de conservar en el jarabe una cantidad de agua suficiente, bien añadir agua durante el enfriamiento, por ejemplo en el mezclador de espera en el que se vacía el jarabe cocido de la última cristalización, a fin de obtener una pasta que tenga la viscosidad requerida por el malaxado y la centrifugación.

En los procedimientos clásicos, la cantidad de agua añadida es tal que generalmente no se pasa de una relación $\frac{\text{no azúcar}}{\text{agua}} = 3$ en la última cristalización.

15. Es bien evidente que esta importante cantidad de agua disuelve una parte igualmente importante que no cristaliza y que se encontrará en la melaza, lo que explica en gran parte el gran contenido en azúcar de la misma, del orden del 50%. El rendimiento de la operación (cocción + malaxado), o sea la relación azúcar obtenido azúcar contenido en el jarabe que entra en el aparato de cocción, es, en los procedimientos clásicos, de 50 a 55% y como máximo, de 62%.

25. De acuerdo con la invención, se cuece, como se ha dicho anteriormente, hasta tener en la masa el mínimo de agua, y se diluye esta masa cocida con un agente diluyente que no disuelva la sacarosa y que se añade en cantidades suficientes para asegurar una buena migración de

23 JUL

289863



- los cristales durante la cristalización y una buena centrifugación de la masa después de la cristalización. Este agente diluyente que no disuelva prácticamente el azúcar y lo haga menos soluble en la mezcla agua diluyente,
5. para una misma temperatura, que en el agua sola, hace que cristalice una mayor cantidad del mismo durante el enfriamiento, y como que, gracias a este diluyente, el jarabe es bastante más fluido, es posible rebajar la temperatura de enfriamiento de la masa bastante más que en los procedimientos clásicos, lo que permite aumentar aún la cantidad de azúcar cristalizado y el rendimiento de la operación. En fin, que la acción insolubilizante del agente diluyente acelera claramente la cristalización y permite efectuarla en 10-15 horas, en vez de las 30-50 horas habituales, lo que es de gran importancia para la marcha general de la fábrica.
- 10.
- 15.

- Por este procedimiento, se cristaliza el máximo de sacarosa libre, o sea cristalizable, lo que hasta ahora no se ha alcanzado en azucarería. Además, el diluyente puede ser ácido o acidulado, de modo que al ser añadido cristalizará una cantidad de sacarosa que hasta ahora era considerada como incristalizable por el hecho de que una parte de la sacarosa no está libre, sino enlazada a moléculas complejas a través de sustancias minerales y orgánicas. La sacarosa descomplejada por la acción del ácido cristalizará a medida que se destruyen los complejos. Estas moléculas que forman compuestos con un elevado peso molecular, provocan una viscosidad elevada. Su des-
- 20.
- 25.

289863



5. trucción disminuirá la viscosidad del jarabe, lo que aún favorecerá más la cristalización. En resumen, el jarabe con un diluyente no ácido permitirá cristalizar el máximo de sacarosa libre en la melaza, y el jarabe con diluyente ácido liberará moléculas suplementarias de sacarosa que hasta ahora estaban combinadas en forma de moléculas complejas.

10. Mediante la adición del agente diluyente, se alcanzan relaciones $\frac{\text{no azúcar}}{\text{agua}}$ muy elevadas, del orden de 5 a 7, extremadamente interesantes para la cristalización y que corresponden prácticamente a las de la masa cocida a la salida del aparato de cocción, ya que el diluyente no aporta prácticamente nada de agua, como se verá más adelante. De donde se comprende el interés que supone obtener el Brix más elevado posible de esta masa a la salida del aparato de cocción.

15. El agente diluyente debe ser un líquido que no disuelva prácticamente la sacarosa y que además debe poseer las siguientes propiedades:

20. (a) Debe mezclarse fácilmente con la masa cocida, lo que lleva a evitar todo líquido que pueda separarse de la masa en cristalización por una diferencia de densidades; por esto puede convenir un diluyente que forme una emulsión con las aguas madres de la masa, bajo la condición de que la misma dure todo el tiempo del malaxado y un cierto tiempo después, hasta el momento de la centrifugación.

25. (b) Debe fluidificar la masa cocida disminu-

289863

-3 JUL



yendo la viscosidad del jarabe; la mezcla diluyente jarabe debe ser claramente más fluida que el jarabe sólo a una misma temperatura, lo que permite a los granos de azúcar moverse más fácilmente en el seno de esta mezcla después de la agitación en el cristizador;

5.

(c) Debe ser fácilmente recuperable de la melaza por una operación clásica de separación industrial, como decantación, centrifugación, destilación, etc, o bien aumentar el valor comercial de la melaza (por ejemplo para la fabricación de alcohol por fermentación).

10.

(d) No debe comunicar ningún olor al azúcar obtenido por disolución del azúcar de la última cristalización y recristalización ulterior.

15.

(e) Debe limpiar los granos de azúcar presentes en la masa; en efecto, en el procedimiento clásico los granos de azúcar son envueltos por una película de jarabe de viscosidad muy elevada que se adhiere al grano e impide considerablemente la migración del azúcar; el hecho de tener un grano continuamente lixiviado por el agente diluyente permite obtener un crecimiento más rápido de los granos por el hecho de la disminución de la

20.

tensión interfacial entre los granos de azúcar, y obtener igualmente azúcar rojo de pureza muy elevada en comparación a los azúcares obtenidos habitualmente, lo que evidentemente es muy interesante para el rendimiento general de la fábrica.

25.

(f) Debe ser de obtención industrial y tener un precio bajo.

200263

-3 JUL



5: El agente diluyente comprende esencialmente un líquido orgánico que presente las propiedades mencionadas y que puede ser, por ejemplo, un alcohol como el etanol, o el metanol, un glicol como la glicerina, un aceite como el de parafina, un hidrocarburo aromático, como el benceno, una esencia, un éster, etc., o bien mezclas de estos compuestos.

10: Este líquido orgánico puede ser utilizado solo en cantidades variables según las condiciones de cristalización y la temperatura deseada al fin del malaxado, pero preferiblemente comprendidas entre el 0 y 30% del peso de la masa cocida a tratar.

15: Puede añadirse de una sola vez al principio del enfriamiento, o mejor en varias veces durante este enfriamiento.

Además, se ha comprobado que puede aumentarse la cristalización descendiendo el pH de las aguas madres durante el enfriamiento o aún de una manera continua.

20: Con esta manera de realización, el agente diluyente comprende, además del líquido orgánico anterior, un compuesto ácido que permite descender el pH de esta masa. De preferencia se emplean dos mezclas sucesivas que contengan, una el líquido orgánico y un ácido débil, como anhídrido sulfuroso, ácido acético o fórmico, que permita rebajar el pH de la masa a un valor comprendido entre 4,5 y 5,5, y de preferencia 4,7 y 5, y la otra el líquido orgánico y un ácido fuerte como el sulfúrico, fosfórico o clorhídrico, que permite descender el pH a 3-4. Este

25:

289863-3 JUL



descenso intermitente del pH puede ser reemplazado por un descenso progresivo en el curso del enfriamiento de la masa cocida.

Se opera de la forma siguiente:

5. Se prepara separadamente la primera mezcla del ácido débil en el líquido orgánico y la segunda mezcla del ácido fuerte en el líquido orgánico (los ácidos que se utilizan son concentrados a fin de no aumentar sensiblemente el contenido en agua del agente diluyente). Se
10. añade a la masa cocida, al principio del enfriamiento, por ejemplo cuando esta masa está a 65-78°C, la mezcla que contiene el ácido débil y después, al cabo de varias horas, cuando la temperatura ha descendido por ejemplo alrededor de 60°C (55-65°C) y la primera mezcla ha sido
15. prácticamente absorbida, se añade la mezcla que contiene el ácido fuerte; actuando de esta forma se evita una formación importante de productos invertidos que se produciría si se añadiera directamente el ácido fuerte.
La cantidad de agente diluyente (primera + segunda mezcla) está comprendida en peso entre 0 y 30%, y de preferencia entre 8 y 20% del peso de la masa cocida, según el pH deseado y la temperatura final de enfriamiento prevista.
20. Así, si se desea, se puede utilizar sólo la mezcla líquido orgánico ácido débil como agente diluyente, pero en este caso el pH de la masa será rebajado menos y no se obtendrá una cristalización tan completa.
- 25.

En ciertos casos, en los que no se desea alcan-

289863³ JUL



zar en la cristalización considerada el rendimiento máximo, que es posible obtener con el diluyente orgánico que contiene un producto ácido, es posible utilizar como diluyente ya una solución acuosa de un ácido o de un producto de reacción ácida, ya un producto azucarado como un jarabe o una melaza saturados o no, que contengan el mencionado producto ácido, o bien un líquido azucarado acidulado por su paso a través de resinas intercambiadoras iónicas.

En este caso, se procederá a la acidulación en el malaxado por la adición del diluyente ácido del tipo mencionado manteniendo de forma preferible el pH entre 5,5 y 7,5, y mejor aún entre 6,0 y 6,8 para las últimas masas cocidas. Como se ha dicho, puede hacerse variar el valor del pH en el curso del enfriamiento, debiendo disminuir este pH con la temperatura de la masa cocida, pero sin salirse de los límites indicados más arriba. Por ejemplo, el pH de las aguas madres de la masa cocida puede ser alrededor de 7 en el momento de la colada en el malaxador, y se rebajará progresivamente durante el malaxado hasta un valor de aproximadamente 6,5 al final del enfriamiento por adición del diluyente ácido, ya durante todo el tiempo del malaxado, ya especialmente al final del mismo. Esta adición puede efectuarse en continuo o bien en discontinuo.

El hecho de acidular la masa cocida a fin de tener en esta variante un valor de pH comprendido entre los límites de 5,5 y 7,5 y más concretamente entre 6,0 y 6,8, durante el curso del enfriamiento y sobre todo a

289853

-3 JUL



baja temperatura, por ejemplo, inferior a 65°C , no produce prácticamente nada de inversión de la sacarosa, sino que permite obtener un rendimiento de cristalización más elevado que por los procedimientos clásicos. En el caso de la adición del diluyente ácido del tipo anterior, se obtiene un rendimiento en azúcar superior al que se tendría en los procedimientos clásicos, pero inferior al que se obtiene por el uso del diluyente orgánico.

5. Conviene remarcar que utilizando, en el curso del malaxado, nada más que el diluyente ácido del tipo descrito en la variante anterior, no se puede rebajar el pH de las aguas madres hasta un valor tan bajo como el que se puede alcanzar con un diluyente orgánico acidulado, ya que se expondría a provocar una inversión del azúcar que disminuiría el rendimiento.

10. Es sin embargo posible, de acuerdo con la invención, evitar esta destrucción parcial de la sacarosa en el curso del acidulado empleando junto con el diluyente ácido un agente inhibidor como el formol. Este inhibidor tiene la ventaja suplementaria de que impide o disminuye el ataque del jarabe acidulado sobre las paredes del aparato empleando para el malaxado o la centrifugación.

15. La temperatura se deja descender hasta el valor deseado durante el malaxado, por ejemplo de 20 a 35°C (en lugar de los $45-55^{\circ}\text{C}$ en el procedimiento clásico), después se centrifuga la masa para separa el azúcar y la melaza que contiene el agente diluyente. Entonces puede someterse el azúcar a los tratamientos ulteriores clási-

20.

25.

-3.02



289883

cos de afino, si así se desea.

5. La melaza obtenida puede someterse a un tratamiento que permita separar y recuperar, si se diera el caso, el agente diluyente, a fin de reciclar este agente en el proceso. Este tratamiento puede ser una decantación, si este agente no separa de la melaza por diferencia de densidad una destilación o bien otro medio apropiado.

10. Si el líquido orgánico es etanol, puede igualmente dejarse en la melaza, lo que aumenta el valor de la misma si debe ser empleada para la producción de alcohol por fermentación.

15. Las melazas obtenidas por el procedimiento de la invención contienen una cantidad de azúcar comprendida entre el 75 y el 50% del contenido en las melazas obtenidas por otros procedimientos. El azúcar obtenido es muy puro y su rendimiento en azúcar refinado puede variar entre el 92 y 96%, y en general es del orden del 95%. El tiempo de malaxado es reducido a 10-15 horas y todo el procedimiento se lleva a cabo en instalaciones convencionales de azucarería. Sólo se recomienda revestir interiormente los aparatos de cristalización de una materia resistente a los ácidos en el caso en que se utilice un agente diluyente que comprenda uno o más ácidos.

25. No es necesario separar las sales minerales formadas en el curso del proceso ya que las mismas se encuentran en solución o bien se encuentran en cantidades reducidas bajo la forma de granos muy finos y que pasan fácilmente entre los granos de azúcar retenidos en las cen-

-3 JUL

289863



trifugadoras y las perforaciones de las telas o chapas perforadas de las mismas.

5. Dado el rendimiento elevado de la cristalización última, es posible, gracias al procedimiento de la invención, reducir el número de cristalizaciones de la azucarería, o de la refinería, o al menos no aumentarlas. En ciertos casos, pueden ser suficientes dos cristalizaciones.

10. En fin, el procedimiento de la invención permite efectuar la cristalización del azúcar a un pH dirigido durante toda o parte de la cristalización, lo que no sucedía en los procedimientos anteriormente conocidos.

Seguidamente se describe, a título puramente ilustrativo y no limitativo del alcance de la invención, un ejemplo de realización del proceso de la invención.

15.

EJEMPLO:

20. Se trata un jarabe, proveniente de la fase anterior de cristalización de una azucarería, cuyo Brix es 83,5 y el pH de 7,1 y se añade una solución acuosa de ácido sulfúrico al 30% en SO_4H_2 que rebaje su Brix a 68 y su pH a un valor de 6,8. Se cuece al vacío este jarabe neutralizado y diluido a una temperatura de 65-70°C hasta alcanzar un Brix de 96,5. La masa cocida presenta entonces una pureza de 80 y su relación $\frac{\text{no azúcar}}{\text{agua}}$ es de 25. 5,5; su contenido en azúcar es de 77,2% y su pH de 6,6.

En el malaxador de descarga de la masa cocida se introduce un agente diluyente constituido, por una parte por una mezcla de etanol y ácido acético, y por



289863

otra parte por una mezcla de etanol y ácido sulfúrico, -cuyas composiciones son las siguientes por 100 kg de masa cocida:

Primera mezcla:

5. Etanol 96° 10,5 kg
Ácido acético 96% 3 kg

Segunda mezcla:

- Etanol 96° 1,5 kg
Ácido sulfúrico 60° Bé 0,300 kg.

10. Se añade la primera mezcla a la masa cocida cuando ésta se encuentra a una temperatura del orden de 65°C y el pH de la masa, después de la absorción de esta mezcla, baja hasta 5, aproximadamente.

15. Después de la absorción prácticamente completa de la primera mezcla, se añade la segunda, siendo entonces la temperatura de la masa de 60°C; el pH de la masa cocida baja hasta 3,5 aproximadamente, después de la absorción de la segunda mezcla.

20. Así que la masa está a una temperatura de unos 30°C, es centrifugada y se obtiene una melaza con las características siguientes:

Brix	29,7
Azúcar	10,4
Pureza	35

25. El rendimiento de la cristalización (aparato de cocción + malaxador) es del 86,5%.

Se han extraído 77,2 0,865 = 66,8 kg de azúcar por 100 kg de masa cocida, cuyo azúcar presenta un ren-

-3 JU



289863

dimiento de 95% en el refinado.

5. En el procedimiento clásico, el rendimiento total de la cristalización (aparato de cocción + malaxador) habría sido como máximo del 62%; o sea, una extracción de azúcar por 100 kg de masa cocida = $77,2 \times 0,62 = 47,9$ kg.

Inmediatamente se destila la melaza obtenida para recuperar el ácido acético y el alcohol etílico que son reutilizados para la composición de la primera mezcla.

10. Bien entendido, la invención no está limitada a las maneras de realización descrita, que solamente se han dado a título ilustrativo. En particular, la misma ha sido descrita como aplicada a la última cristalización de una azucarería o refinería, pero el procedimiento es igualmente aplicable a otras masas cocidas obtenidas en el curso de la cristalización, en particular masas cocidas de
15. afinado, debiendo ajustarse los pH en función de la naturaleza de la masa tratada.

- . -

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

20. 1. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, en el curso de una de las fases de la misma en una azucarería o refinería, caracterizado por el hecho de que se regula el pH del jarabe procedente de la fase

73 JUL

289863



- anterior de cristalización a un valor comprendido entre 6,2 y 7,8 y el Brix de este jarabe a un valor comprendido entre 62 y 75, se cuece al vacío el jarabe así regulado hasta alcanzar al final de la cocción el Brix más elevado posible, de preferencia superior a 93,5, se fluidifica la masa proveniente de la fase de cocción y que contiene cristales de azúcar en suspensión, con un agente diluyente que no disuelva la sacarosa, se deja cristalizar la masa así fluidificada y se separa el azúcar cristalizado de la melaza restante.
5. 10. 2. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se regula el pH y el Brix del jarabe de la cristalización precedente añadiéndole agua y un producto ácido.
15. 3. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se regula el pH de jarabe azucarado durante la cocción del mismo, por adición de un producto ácido.
20. 4. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que se añade dicho producto ácido continua o discontinuamente durante la dicha cocción.
25. 5. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado porque el producto ácido es ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido clorhídrico, anhídrido sulfuroso, mezclas de los mismos o un líquido azucarado

-3 JUL



y acidulado por paso a través de intercambiadores iónicos.

5. 6. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la cocción se efectúa a una temperatura de 75-78°C.
7. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1 caracterizado por el hecho de que la cocción del jarabe se efectúa de forma que se alcance un Brix de 95-97,5 al cabo de la misma.
10. 8. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el agente diluyente es una solución acuosa de un ácido, un jarabe azucarado acidulado, saturado o no, o un líquido azucarado y acidulado con cristales de azúcar en suspensión.
15. 9. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el agente diluyente comprende un líquido orgánico.
20. 10. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1 ó 8, caracterizado por el hecho de que el agente diluyente comprende una mezcla de un líquido orgánico y un ácido débil.
25. 11. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 8, caracterizado por el hecho de que el agente diluyente comprende dos mezclas, la primera compuesta por un líquido orgánico y un ácido débil, y la segunda compuesta por un líquido orgánico y

-3 JUL

289863



un ácido fuerte.

5. 12. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que primero se añade la primera mezcla para rebajar el pH de la masa cocida a 4,5-5,5, añadiéndose seguidamente la segunda mezcla para rebajar el pH hasta 3-4.

10. 13. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que se añade la mencionada primera mezcla cuando la masa se encuentra a una temperatura de 65-78°C, y se añade la segunda mezcla, después que la primera ha sido absorbida prácticamente del todo, cuando la temperatura de la masa está comprendida entre 55 y 70°C, y se separa el azúcar de la melaza por centrifugación, cuando la temperatura de la masa es de 20-35°C.

20. 14. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según una de cualquiera de las reivindicaciones 9 a 13, caracterizado por el hecho de que el citado líquido orgánico es elegido de entre los alcoholes ésteres, hidrocarburos aromáticos, esencias y aceites.

15. 15. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 14, caracterizado por el hecho de que el líquido orgánico es etanol o metanol.

25. 16. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, caracterizado por el hecho de que el ácido débil es ácido acético o fórmico.

289863

9 JUL



17. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado por el hecho de que el ácido fuerte es ácido sulfúrico, fosfórico o clorhídrico.
5. 18. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el agente diluyente es ácido y se añade continua o discontinuamente durante el enfriamiento de la masa.
10. 19. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la cantidad de agente diluyente añadido a la masa es, en peso, de 0 a 30% de la mencionada masa cocida.
15. 20. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 17, caracterizado por el hecho de que dicho diluyente ácido se añade a la masa en cantidades totales, tales que el pH de la misma se mantiene entre 5,5 y 7,5 y preferiblemente entre 6,0 y 6,8.
20. 21. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el agente diluyente, es ácido y de que se junta un inhibidor a la masa, conjuntamente con este diluyente ácido.
25. 22. Procedimiento para mejorar la cristalización del azúcar.

Todo ello según queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veinti-

9 JUL 1963

289863



siete hojas foliadas escritas a máquina por una sola cara

Barcelona, 3 de julio de 1963.

André Pierre Osmond ELZET.

p.2.