

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

INVENTARIO

SOLICITUD DE

PCT

**PATENTE DE INVENCION
PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL**

08-19684

21. EXPEDIENTE No.

54. TITULO: ADSORBENTE Y METODO PARA LA PURIFICACION DE
JUGOS CRUDOS DE AZUCAR

52. CLASIFICACION INTERNACIONAL: C13D 3/00

71. SOLICITANTE: SÜD-CHEMIE AG

DOMICILIO: Lenbachplatz 6, D-80333 München,
ALEMANIA

74. APODERADO: Dra. MARGARITA CASTELLANOS A.

22. BOGOTA, D.C.,

26 FEB. 2008

PETITORIO



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 08-019684- -00000-0000

Fecha: 2008-02-26 14:45:45 Dep. 2020 NUECREACION
Tra. 11 PATENTEIYII Eje: 379 FASENACIONALII
Act. 411 PRESENTACION Folios: 108

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

27 Feb 2008

SOLICITUD DE PATENTE EN COLOMBIA

①

☒ Patente de Invención.

☐ Patente de Modelo de Utilidad.

☐ Capítulo I

☒ Capítulo II

②

SOLICITANTE (71)

Nombre: SUD-CHEMIE AG

Dirección: Lenbachplatz 6
D-80333 München
Republica Federal de
Alemania

Domicilio: D-80333 München
República Federal de
Alemania

Lugar de Constitución: República Federal
de Alemania

Teléfono: Fax:
E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Número Cual

③

REPRESENTANTE
O APODERADO (74)

Nombre: MARGARITA CASTELLANOS A.

Dirección: CALLE 94A No. 7A-09

Teléfono: 610 7420 Fax: 610 0706

E-mail: info@castellanosyco.com

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐
Cual

Número 39'779.654 TPA 70,819

INVENTOR (ES) (72)

Werner Zschau
Burgselberg 4
D-82237 Steinebach
Alemania

José Antonio Ortiz Niembro
Calzada San Ignacio Sur # 13
Col. Arboledas de San Ignacio
72590 Puebla
México

Rosalina Condemarin
Av. Jorge Basadre 1593 Dpto. 902
Lima 027
Perú

⑤

PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/EP2006/007337 Fecha 25/07/2006

Publicación Internacional No. WO 2007/017102 A1 Fecha 15/02/2007

⑥

Título (54)

ADSORBENTE Y METODO PARA LA PURIFICACION DE JUGOS CRUDOS DE
AZUCAR

⑦

Clasificación Internacional (51)

C13D 3/00

⑧

Prioridad

(33) País de Origen

(32) Fecha

(31) Número de Solicitud

SI ☒ NO ☐

EP

27/07/2005

05016334.4

⑨

Comprobante de pago No.

08-16,150

Fecha

Febrero 25 de 2008

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

10

Anexos

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☒ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso, junto con la sustitución del mismo a mi favor
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud internacional (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☒ Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA).
- ☒ Traducción del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.
- ☒ Otros Tarjeta Propietario y Extracto para la Publicación

11 FIGURA CARACTERISTICA



12 Solicito la concesión de la patente.

NOMBRE: MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO
FIRMA: *Margarita Castellanos Abondano*
C.C. No. 39.779.654 Usaquén - TPA 70.819 C.S.J.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 08-019684- -00000-0000

Fecha: 2008-02-26 14:45:45 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 108

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 08 - 16,150
FECHA : FEBRERO 25 DE 2008

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
ALVARO CASTELLANOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	280384	25/02/2008	1,653,000.00

***** CONCEPTO *****

NT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	501,000.00
	TOTAL :	\$ 501,000.00

SON: QUINIENTOS UN MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

4

CASTELLANOS & CO LTDA

A B O G A D O S
Calle 94 A No. 7 A-09
Bogotá, D.C. - COLOMBIA

Señor

Jefe de la División de Nuevas Creaciones

Superintendencia de Industria y Comercio

Ministerio de Comercio, Desarrollo, Industria y Turismo

E. S. D.

Ref.: **PODER** conferido por la sociedad **SÜD-CHEMIE AG**

Yo, **XIMENA CASTELLANOS ABONDANO**, mayor de edad, identificada y domiciliada como aparece al pié de mi firma, atentamente manifiesto a Uds. que sustituyo en la Dra. **MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO**, el poder que me confirió la sociedad **SÜD-CHEMIE AG**, con domicilio en **Lenbachplatz 6, Manchen, REPUBLICA FEDERAL DE ALEMANIA**, debidamente legalizado por el Ministerio de Relaciones Exteriores, bajo el No. **426792** el día **1° de Junio de 1993**, con las mismas facultades que me fueron conferidas, para tramitar la solicitud de Patente PCT. Entrada en Fase Nacional, en Colombia, para: **"ADSORBENTE Y MÉTODO PARA LA PURIFICACIÓN DE JUGOS CRUDOS DE AZÚCAR"**.

Del Señor Jefe,

Acepto


Ximena Castellanos Abondano
C.C. No. **39.773.330** de Usaquén
T.P.A. No. **58.236** del C.S.J.
Carrera 9 No. 93-09 - Bogotá, D.C.
Teléfonos: 6107420 - 6107480


Margarita Castellanos Abondano
C.C. No. **39.779.654** de Usaquén
T.P.A. No. **70.819** del C.S.J.
Carrera 9 No. 93-09 - Bogotá, D.C.
Teléfonos: 6107420 - 6107480

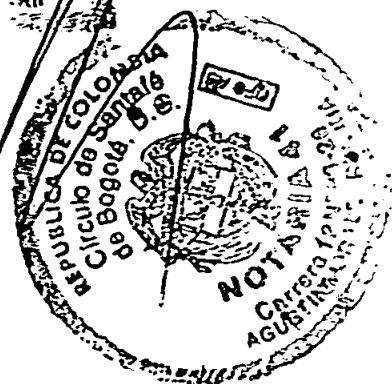
Bogotá, D.C.
XCA/MCA/P1576

**AUTENTICACION DE FIRMA
MEDIANTE COMPARECENCIA PERSONAL**
(Art. 84 C.P.C. mod. Decr. 2282 de 1989, art. 1 mod. 38)

Ante el Notario Cuarenta y Uno (41) del círculo de esta ciudad compareció personalmente:
Ximena Castella
 identificado con C.C. **39.773.335**
 expedida en **US** y tarjeta profesional de abogado(a) No. **57256** del Consejo Superior de la Judicatura, con documento dirigido a **SIC** y declaró que la firma puesta en este escrito es suya.

Ximena Castella
 Firma del declarante

En Bogotá D.C. a **19 FEB. 2008**
 AUTORIZÓ ESTA DILIGENCIA EL SUSCRITO **RIC**

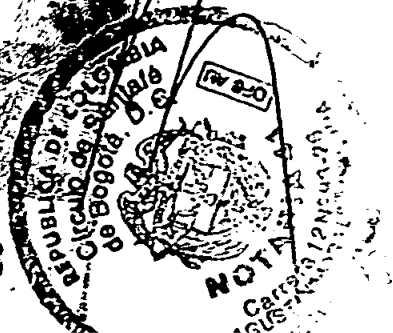


**AUTENTICACION DE FIRMA
MEDIANTE COMPARECENCIA PERSONAL**
(Art. 84 C.P.C. mod. Decr. 2282 de 1989, art. 1 mod. 38)

Ante el Notario Cuarenta y Uno (41) del círculo de esta ciudad compareció personalmente:
Margarita Castella
 identificado con C.C. **39.779.659**
 expedida en **US** y tarjeta profesional de abogado(a) No. **70819** del Consejo Superior de la Judicatura, con documento dirigido a **SIC** y declaró que la firma puesta en este escrito es suya.

Margarita Castella
 Firma del declarante

En Bogotá D.C. a **19 FEB. 2008**



0869/1993

P O D E R - POWER OF ATTORNEY

COLOMBIA

Conste que yo/nosotros suscritor/s (Be it known that I/we undersigned)

310C

SUD-CHEMIE AG

domiciliado/s en (residing at):

Lenbachplatz 6, München, Rep. Fed. de Alemania

Por el presente nombro/amos a (do hereby appoint):

Ximena Castellanos A. y/o Margarita Castellanos A.
y/o Manfredo S. Baumatz y/o Manfredo C. Muchall

conjunta o separadamente mi/nuestro apoderado verdadero y legal con poder amplio y suficiente para recabar de las oficinas y autoridades nacionales que correspondan, la obtención de Registros, Renovaciones, Traspasos, Fusiones, Cambios de Nombre, Licencias de Uso y Cancelaciones de Marcas de Fabrica, de Comercio, de Servicio, de Nombres Comerciales, Expresiones o Señales de propaganda, Modelos y Diseños Industriales, Ornamentales y/o de Utilidad, Patentes de Invención, Especialidades farmacéuticas, como cualquier otra forma de Propiedad Industrial y/o intelectual y ejerciten las acciones civiles y/o penales contra todas aquellas personas o sociedades que fabriquen, imiten, usurpen, usen o exploten indebidamente mi/nuestras marcas, patentes de invención y modelos y diseños industriales, ornamentales y/o de utilidad debidamente registrados o los productos u objetos protegidos por las mismas o ejecuten cualesquier actos de competencia desleal o ilícita en perjuicio del otorgante; para aceptar las cesiones de marcas y patentes, modelos y diseños que se hagan al otorgante; para que se opongan judicial y/o administrativamente a todo registro y/o solicitud de registro de cualquier derecho de propiedad industrial y/o intelectual que fuere perjudicial a mi/nuestros legítimos intereses, incluyendo el de marcas que se confundan con alguna, o algunas de las marcas que tengo/tenemos registradas o registraren en lo sucesivo o que fueren de dominio público, para que pidan judicialmente la nulidad de aquellas marcas, patentes, modelos o diseños que infrinjan los derechos reconocidos al otorgante por las leyes; para que intervengan en los juicios de oposición al registro de marcas y/o patentes y/o modelos que deban iniciarse o se hayan iniciado ya, o en cualesquier otros que se refieran a los objetos para los que este mandato se extiende, a cuyo efecto le faculto/amos para que en su nombre y representación dé/den ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al objeto indicado, elevar solicitudes, hacer declaraciones y reclamos, formular descripciones, enmiendas, comparecer ante las autoridades administrativas y judiciales de cualquier fuero, instancia o jurisdicción, incluyendo la penal; dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al efecto indicado, presentando escritos, demandas, contestaciones, solicitudes, protestas, declaraciones, apelaciones, peritos, testigos y demás elementos de prueba; para que soliciten y obtengan indemnizaciones y resarcimientos de daños y perjuicios y hagan uso de todos los derechos y recursos que las leyes le conceden para el mejor desempeño del presente poder, practicando tanto las gestiones judiciales como extrajudiciales que la otorgante misma haría personalmente y para responder a todas las reclamaciones o demandas que se presenten por causa de la solicitud o registro; oblar todos los impuestos y efectuar pagos determinados por la ley, justificar explotaciones, tramitar prórrogas y excusas de implantación de privilegios, obtener pruebas; recibir todos los documentos y valores dando el descargo respectivo, llenar cualesquiera otros requisitos y tomar en fin todas las medidas que creyeran conducentes al resguardo de mis/nuestros intereses; quedando facultados para tomar intervención como demandantes o demandados ante los Jueces que sean competentes, pudiendo transigir, someter a árbitros, desistir, percibir, apelar, recurrir de casación y de amparo y ejercitar todas las demás facultades que resulten necesarias; y por la presente declaro/declaramos desde ahora válido y bueno cuanto dicho(s) apoderado(s) hiciera(n) en mi/nuestro beneficio, dándole(s) asimismo facultad para sustituir el presente poder si lo juzgare(n) conveniente y en caso necesario revocar dichas sustituciones, y sin que este poder quede revocado por otro posterior si no se manifiesta expresamente.

jointly or singly as our true and legal attorneys with ample and sufficient Power to apply to the proper national Offices and Authorities, for obtaining Registrations, Renewals, Assignments, Mergers, Change of Name, Licences of use and Cancellation of Trademarks, Tradenames, Service Marks, Commercial Names, Advertising Slogans and Signs, Industrial Ornamental and/or Utility, Models and Designs, Patents of Invention, Pharmaceutical Preparations, as any other form of Industrial and/or Intellectual Property, and exercise civil and/or penal actions against persons and corporations which manufacture, counterfeit, usurp, use or exploit illegally my/our Trademarks, Patents of Invention and Industrial Ornamental and/or Utility Models and Designs, duly registered or the products or articles protected by same; to execute any actions against unfair or illegal competition to detriment of grantors, accept the assignment of Trademarks and Patents, Models and Designs in favor of the grantors; to oppose by means of administrative and/or judicial actions the registration and/or application for registration of any industrial and/or intellectual Property that might be detrimental to my/our lawful interests, including Trademarks confusingly similar to my/our registered Trademark/s or that might be registered or belong to public domain; to apply to the judicial authorities for nullity of those trademarks, patents, models and designs that infringe the rights granted by law; to intervene on my/our behalf in legal proceedings in opposition cases filed against the registration of trademarks and/or Patents and/or Models, that has to be or is already initiated, or in any other case, over which the power is exercised; to which end, I (we) hereby authorize him/them to take in our name and representation all steps before said authorities for the object stated, to file petitions, make declarations and objections, prepare descriptions and amendments; to appear before administrative authorities and before Courts of any Judicial Power, Instance or Jurisdiction, including penal injunction proceedings; to take before said authorities all steps necessary to such effect, by presenting briefs, demands, pleadings, petitions, declarations, appeals; to name experts and witnesses and to give any kind of evidences; to apply for and obtain indemnities for damages and reparations and make use of all the rights and resources that are conceded by law for better accomplishment of the present Power, taking all judicial and extrajudicial measures that the grantors themselves would personally take; to answer for any claims or suits that may arise from the application or registration; to pay all taxes and installments and effect all other payments prescribed by law; to perform workings, to request extensions and exemptions of implantation of Patents, to procure proofs; to receive all documents and securities, giving proper receipts, to comply with all other requirements and in short, take all those measures which they may deem fit for the protection of my/our interests; and I/we authorize said grantee/s to act on our behalf as complainant as well as defendant before the competent Judges, with full power to make arrangements, submit to arbitrators, to desist, to collect, to appeal, to make motions of vacate and to file actions for relief, with all such powers as may be required; and I/we hereby declare from now as valid and good all that the said grantee/s may do for my/our benefit, authorizing him/them also to substitute the present if he/they think(s) proper and revoke such substitutions, if necessary, whereas the present power shall not be revoked by a posterior one, unless the revocation is expressly stated.

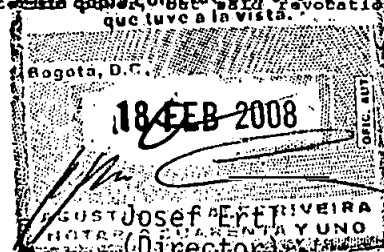
Munich, 30 de Marzo de 1993

Munich, 30th March 1993

SUD-CHEMIE AG

Lenbachplatz 6
Postfach 20 22 40 - 8000 München 2

Dr. Michael Schneider
(Member of the Board
of Managing Directors)



DECLARACION NOTARIAL
(Individual)

A los días del mes de de 19...
comparecí personalmente ante
mi Notario Público
.....
a quien(es) doy fe de conocer y
me consta que es (son) la(s) persona(s)
descrita(s) y firmante(s) del documento
que precede, declarando ante mi que
otorga(n) el mismo para los fines y
propósitos que en él expresan

El Notario Público

(Sociedades)

El infrascrito Notario certifica:
que la firma que antecede y dice
1) Michael Schneider.....
2) Josef Ertl.....

es auténtica, que el signatario es
Miembro de la Junta Directiva.....

..... de Sud-Chemie AG.....

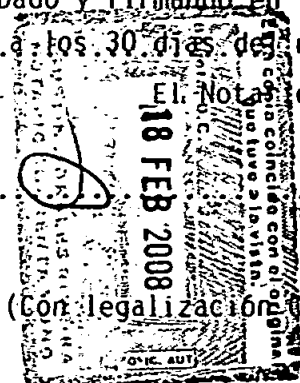
que tiene facultad para otorgar este
poder, y que dicha compañía existe y
está organizada en Munich.....

conforme a las leyes de la.....
República Federal de Alemania.....

Todos los hechos anteriores le constan
por haber examinado los documentos
respectivos y de todo ello da fe

Dado y firmando en ..Munich.....
a los 30 días del mes de Marzo /93...

El Notario Público



(Con legalización consular)

NOTARIAL CERTIFICATE
(individual)

on this day of 19 ...
personally appeared before
me a Notary Public
.....
to me known, and known to
the person(s) described in and who
executed the foregoing document, and
he (they) duly acknowledged to me that
he (they) executed same for the uses
and purposes therein expressed.

Notary Public

(Corporations)

The undersigned Notary Public certifies
that the preceding signature reading

1) Dr. Michael Schneider.....
2) Josef Ertl.....

are
is authentic, that the signed ~~is~~ are
Member of the Board of Directors
respectively "Prokurist".....

..... of
Südchemie Aktiengesellschaft.....

and that ~~he is~~ they are
empowered to grant this
power, and that said company exists and
is organized in Munich.....

in accordance with the laws of the...
Federal Republic of Germany.....

All the foregoing fact are known to the
Notary due his having examined the
respective documents to which he, the
Notary, attests

Granted and signed at Munich.....
this 30th day of March 1993.....

Notary Public



(With Consular legalization)



CONSULADO GENERAL DE COLOMBIA

MUNICH

No. 107

El Cónsul General de Colombia

C E R T I F I C A T E

Que el señor doctor MANFRED A S A M---, quién autentica la firma del signatario en el presente documento, ejercía en la fecha allí indicada las funciones de Notario Público en Munich, República Federal de Alemania.

Que la firma SÜD-CHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, registrada bajo el No. HRB en el registro comercial del Juzgado Municipal de Munich, Republica Federal de Alemania-----
está constituida y ejerce su objeto social de conformidad con las leyes de la República Federal de Alemania.

Que los señores Dr. Michael S C H N E I D E R y Josef E R T L-

quien (es) firman el presente documento tiene (n) facultad legal suficiente para representar a la mencionada firma y otorga poderes en su nombre.

Que ha tenido a la vista la documentación que prueba lo anterior.

Munich, 13 de MAYO de 1993



JOSE JACQUIN GORI
Cónsul General de Colombia

Derechos para la Nación	US \$	<u>06,--</u>	
Fondo Rotatorio	US \$	<u>100,--</u>	
Tasa consular	US \$	1 x DM	2,50

Colombia- No. 426792

MINISTERIO RELACIONES EXTERIORES
AREA DE NEGOCIOS GENERALES

HACE CONSTAR

Que el señor (a): Jose Adalberto Gori

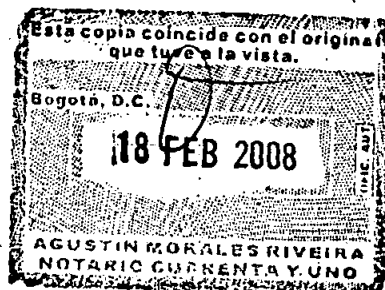
Cuya firma aparece al pie del presente documento, desempeñaba en esa fecha las funciones de encargado.

Santafé de Bogotá, D. C.
6 JUN. 1993

La Oficina de Legalización no asume responsabilidad alguna por el contenido de este documento.

Ep.

GLADYS RIVERA LACE HERRERA
LEGALIZACIONES



Traducción oficial del idioma alemán del Registro Notarial A 0869/1993 adjunto al Poder suscrito por Michael Schneider y Josef Ertl el día 30 de Marzo de 1993 actuando en nombre y representación de la compañía Süd-Chemie AG domiciliada en Munich, República Federal de Alemania, documento el cual lleva el sello de legalización No. 426792 del Ministerio de Relaciones Exteriores Area de Negocios Generales, sello fechado en Santafé de Bogotá, D.C., el 1º de Junio de 1993 y firmado por Gladys Mireya Páez Herrera de Legalizaciones.

Registro Notarial No. A 0869/1993

Por medio del presente documento se confirma la autenticidad de las firmas que aparecen anteriormente, ejecutadas en mi presencia y pertenecientes a

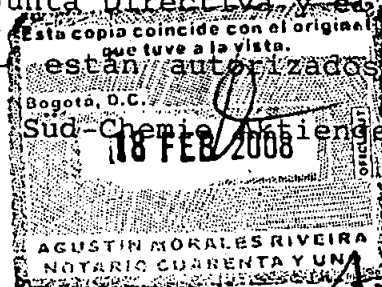
- 1) Señor Doctor Michael Schneider,
Químico Diplomado en Ottobrunn-Riemerling,
- 2) Señor Josef Ertl,
Jefe de Departamento en Baldham,

a quienes yo, el suscrito Notario, conozco personalmente y quienes tienen su domicilio de negocios en 8000 Munich 2, Lenbachplatz 6.

Al mismo tiempo, después de la revisión llevada a cabo el día de hoy en el Registro Comercial HRB 1019 del Juzgado Municipal de Munich, certifico además que los Señores Dr. Michael Schneider y Josef Ertl -el primero en su calidad de miembro de la Junta Directiva y el segundo en su calidad de apoderado- están autorizados para la representación de la compañía Süd-Chemie AG Gesellschaft con domicilio en Munich.

Munich, 30 de Marzo de 1993

Dr. Manfred Asam, Notario (firma y sello)



Adolf Watzke
Traductor oficial
Reg. 2433 MINJUSTICIA

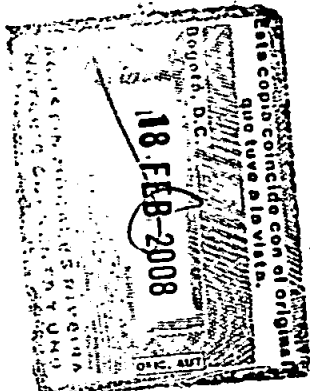
MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

HD
122970
WA-72-16
CUYA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO DESEMPENA
LAS FUNCIONES INDICADAS

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

98 MAR 24 *WUP* 44

JEFE DE LEGALIZACIONES
SANTAFE DE BOGOTA D.C.



(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
15 February 2007 (15.02.2007)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2007/017102 A1

(51) International Patent Classification:
C13D 3/00 (2006.01)

(21) International Application Number:
PCT/EP2006/007337

(22) International Filing Date: 25 July 2006 (25.07.2006)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
05016334.4 27 July 2005 (27.07.2005) EP

(71) Applicant (for all designated States except US): SÜDCHEMIE AG [DE/DE]; Lenbachplatz 6, 80333 München (DE).

(72) Inventors; and

(75) Inventors/Applicants (for US only): ZSCHAU, Werner [DE/DE]; Burgselberg 4, 82237 Steinebach (DE). CON-DEMARIN, Rosalina [PE/PE]; Av. Jorge Basadre 1593, Dpto. 902, Lima 027 (PE). ORTIZ NIEMBRO, José-Antonio [MX/MX]; Calzada San Ignacio Sur #13, Col. Arboledas de San Ignacio, MX-72590 Puebla (MX).

(74) Agent: WESTENDORP, Michael; Splanemann Reitzner Baronetzky Westendorp, Rumfordstr. 7, 80469 München (DE).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:
— with international search report

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.



WO 2007/017102 A1

(54) Title: ADSORBENT AND METHOD FOR PURIFICATION OF CRUDE SUGAR JUICES

(57) Abstract: The invention is directed to a process for obtaining white sugar from sugar cane by treating the crude sugar juice with acid activated bentonite selected from the group of smectites, whereby the acid activated bentonite mixture replaces the traditional environmental unfriendly sulfitation process, wherein the mineral bentonite together with aluminium and iron sulfates, phosphoric and sulfuric acid and acid salt solutions allows to obtain a high quality white sugar.

DESCRIPTION

ADSORBENT AND METHOD FOR PURIFICATION OF CRUDE SUGAR JUICES

This invention relates to a method for purification of crude sugar juices obtained by extraction of sugar containing plants and an adsorbent which is in particular suited for the purification of crude sugar juice.

Sugar is produced in industrial scale from sugar beets and sugar cane. For extracting the sugar the canes are milled such that the plant cells of the cane are ruptured by pressure to release the sugar-bearing juice. Hot water may be added to the crushed cane to improve extraction of the sugar compounds. For releasing the sugar from sugar beets, the beets are chopped into small pieces that are then cooked with a small amount of water. The crude sugar juice is then released by pressing the mixture through a mill.

The crude sugar juices obtained from sugar cane and sugar beets are similar in composition and, therefore, can be further purified in basically the same way.

The crude sugar juice is turbid and dirty, greenish in colour and acetic. It contains, besides the requested sugar (sucrose), other components which have to be removed during sugar refining. The so called non-sugar components (NS compounds) comprise organic compounds, for example invert sugar, raffinose and ketoses, organic acids, proteins, polypeptides, amino acids, enzymes etc., as well as inorganic compounds, for example salts of potassium, sodium, calcium and magnesium with anions chloride, phosphate, sulfate and nitrate. Phosphates in the crude juice are present in two forms, as inorganic phosphates and as organic phosphates. The origin of the inorganic phosphates is due to addition of fertilizers in the treatment of the cultivation soils. Their concentration in the crude sugar juice is below 0.4 wt.-%. The organic phosphates are contained in the crude juice as gums in an amount of about 0.30 - 0.60 wt.-% and in the form of other phosphatides in an amount of about 0.03 - 0.05 wt.-%. Besides the a.m. ions the crude sugar juice contains oxalate, bicarbonate and carbonate ions. The crude juice reacts acidic and the low pH value catalyses the hydrolysis of sucrose, thereby reducing the yield of solid sugar.

For purification the crude juice is first mixed with calcium hydroxide (lime) in order to increase the pH to a value of from about 6.0 to 8.0. The calcium ions introduced react with carbonate ions, oxalate ions and other NS compounds present in the crude sugar juice to form a precipitate. To support precipitation of colloidal components, organic polymers are often added to the crude sugar juice to act as flocculants. These precipitates often form very hard scales / incrustations that adhere quite firmly to the metallic surfaces of the vessels used in the purification of the sugar juice and are hard to remove.

In order to produce white sugar plantation, after or simultaneously with the lime treatment excess calcium hydroxide is pre-

12

cipitated as insoluble CaSO_3 by introducing gaseous SO_2 into the crude juice. This treatment is called sulfitation. The precipitates formed during sulfitation act as crystal germs and as surface for adsorption of other precipitation products. The sulfur dioxide needed for this step is produced in affiliated plants by burning of sulfur. The gaseous effluence formed during burning as well as by release of gases not adsorbed during the sugar juice treatment makes the process environmental unfriendly.

The slurry formed during the sulfitation has to be filtered to separate the purified sugar juice from the precipitated matter. The filter cake contains significant amounts of sugar juice and therefore has to be washed and dehydrated. The dehydrated filter cake may be used as lime fertilizer. For unproblematic use of this lime fertilizer, the moisture content has to be reduced to get a free-flowing powder after milling.

The thin juice obtained after these purification steps is concentrated by evaporation of water. A brown colouring of the thick juice is often observed due to caramelization of the sugar and other reactions. The solid sugar is then recovered from the thick juice by crystallization. A small residual amount of the thick juice, which cannot be crystallized, is used as low-graded liquid sugar.

US 5,262,328 discloses a non-toxic composition for the clarification of crude sugar-containing juices, in particular sugar cane juice, and related products. The purified juice may then be analysed for its sucrose content. The composition consist of A) aluminium chloride hydroxide, B) lime and C) activated bentonite. The bentonite contains calcium aluminium silicate. Preferably the composition also contains a polymeric flocculating agent. Components A) and B) are admixed, one with the other in concentrations sufficient, when added to the crude sugar-bearing juice, to neutralize its acetic character. Component C), in a

dry form, is added to the mixture of A) and B). After admixture of components A) and B) to the crude juice the pH of the solution will range from about 6 to about 8, and preferably will be approximately 7. Component C) is a bentonite activated by introducing into the raw bentonite a suitable amount of an activator solution, e.g. a sodium carbonate solution, and then drying the material. Further, an acid activated bentonite may be used wherein a mineral acid, such as hydrochloric acid or sulfuric acid is added to a suspension of the raw clay in water and the mixture is heated to about 100°C for several hours. The heated mixture is diluted with cold water and washed, for example in a filter press, to remove excess acid almost completely. The activated bentonite is dried to a convenient moisture content, for example 8 % to 15 % by weight, and then pulverized to suitable size. The acid treatment eliminates alkali metals and calcium and reduces the content of magnesium, iron and aluminium. Further, bentonites, particularly those naturally occurring bentonites which already comprise substitutable bound alkali ions, can be activated by treatment with magnesium salts, e.g. magnesium sulfate, or magnesium salts in combination with alkali salts. The contaminants contained in the crude sugar juice are absorbed on the bentonite containing calcium aluminium silicate. The absorbed contaminants may then be encapsulated by a reaction of the bentonite with the lime. The composition, on addition to the crude cane juice, reacts very quickly by merely shaking or stirring to form a feathery or gelatinous precipitate which is readily separated from the sugar-containing solution by filtration. An optically clear solution with low colour is obtained which can be directly read on a polarimeter to determine the sucrose content.

In DE 197 48 494 A1 is disclosed a method for purification of crude juices obtained in the raffination of sugar. The crude juice is treated with a mixture of calcium hydroxide and a clay

material selected from the group of smectites and kaolines, wherein the amount of calcium hydroxide in the mixture is less than about 70 wt%. The clay mineral, residual calcium hydroxide and calcium salts precipitated from the sugar juice are then separated from the purified thin juice. The bentonite used may be activated by acid, e.g. by spraying 3 wt.-% concentrated sulfuric acid on a calcium bentonite. The addition of calcium hydroxide for neutralization of the crude juice may be performed before, together with, or after addition of the (acid activated) bentonite. In one example the raw juice is neutralized by addition of a $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution to give a pH of 8.0. An acid-activated bentonite is added followed by separation of the purified juice from the solid matter. In a further example at first the crude juice is treated with an acid-activated bentonite and the mixture is then neutralized by addition of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution to adjust a pH of 7. The purified juice is then separated from the solid matter.

It is an objective of this invention to provide an improved method for purification of crude sugar juices obtained by extraction of sugar-containing plants which can be performed in an environmental friendly manner and which allows to perform a rapid and efficient purification of crude sugar juice.

This objective is solved by a method according to claim 1. Preferred embodiments are defined in the depending claims.

According to the invention a method for purification of crude sugar juices obtained by extraction of sugar-containing plants is provided wherein:

- a crude sugar juice is provided;
- the crude sugar juice is mixed with an adsorbent obtained by activating a clay by depositing on the clay:

- an acid;
- an iron salt;
- and an aluminium salt;

to obtain a mixture;

- the pH is adjusted within a range of 6.0 to 8.0 by addition of $\text{Ca}(\text{OH})_2$; and
- a purified sugar juice is separated from the mixture.

In the method according to the invention an adsorbent is used which has an exceptionally high adsorption capacity for contaminants of the crude sugar juice due to the high surface of the clay and the ions deposited on its surface.

According to the invention, first a crude sugar juice is provided. The term "crude sugar juice" as used in connection with the method of the invention is to be understood as every sugar juice having a more intense colour or a higher content of contaminants than the purified sugar juice. The crude sugar juice may be obtained directly by extraction from sugar-containing plants. However, the crude sugar may have been purified already but still has an insufficient colour intensity or contains an unacceptable amount of contaminants. The crude sugar juice preferably has a sucrose content of more than 10 g/l, in particular more than 14 g/l, particularly preferred 15 g/l to 50 g/l, most preferred 15 g/l to 20 g/l. The crude sugar juice is preferably obtained from sugar cane.

The crude sugar juice is coloured and contains contaminants to be removed by the method according to the invention. The colour of the crude sugar juice is mainly due to chlorophylls, anthocyanines, polyphenols, rubbers, waxes, phosphatides and other compounds, like acyclic and aromatic anions, which are highly hydrated and of high molecular weight. Most of the coloured con-

16

taminants as well as colloids and proteins contained in the crude sugar juice, are of anionic nature. On the adsorbent are deposited cations, in particular protons of the acid, aluminium ions and iron ions. With addition of the adsorbent the cations present on the clay surface may react with the coloured anionic components of the crude sugar juice, e.g. by complex formation, thereby producing insoluble compounds of high molecular weight. Aluminium ions deposited on the clay surface form quite stable complexes with the hydroxide groups of polyphenols and hydroxyketones. Further, polyphenols react with the iron cations (Fe^{2+}) present on the activated clay. The contaminants are precipitated on the clay surface and may further react with calcium ions introduced with the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -solution. The $\text{Ca}(\text{OH})_2$ preferably is added as an aqueous solution having a concentration of at least 4 g/l, preferably 5 - 6 g/l. pH-adjustment of the crude sugar juice by addition of calcium hydroxide may be performed before, together with, or after addition of the activated clay.

The adsorbent used in the method according to the invention has a high adsorption capacity and therefore may bind large amounts of contaminants to its surface. The adsorbent acts as a flocculate for fine particles dispersed in the crude sugar juice and therefore those fine particles may be removed by simple filtration or settling. Furthermore, the adsorbent adsorbs excess calcium hydroxide as well as precipitated calcium salts formed during the refinement. The amount of calcium hydroxide added to the crude sugar juice can be decreased in comparison to the known sulfitation process. Further, the addition of the adsorbent improves sedimentation of the precipitate formed during purification of the crude sugar juice such that a turbidity reduction of up to 98% may be achieved. As a further advantage of the method according to the invention, the sedimentation speed increases and therefore the purification of the crude sugar juice requires less time in the clarifying tank.

The precipitate formed may then be separated from the sugar juice by conventional methods, e.g. by filtration, sedimentation or settling. The filter cake may be washed with water to remove sugar juice retained in the filter cake. The filter cake may then be dried and milled to be used as a fertilizer. Advantageously, the filter cake does not contain environmental unfriendly contaminants.

By the method according to the invention the colour intensity of the crude sugar juice can be reduced to about 20 to 25 % of the intensity of the crude sugar juice.

According to a preferred embodiment, the adsorbent is obtained by activating the clay by an acid selected from the group of phosphoric acid and sulfuric acid. Other acids may be used as well. But, as the refined sugar is intended for consumption by man, use of sulfuric acid and phosphoric acid does not pose any health problems. The activation may be performed by only using sulphuric acid or phosphoric acid or by using a mixture of sulphuric acid and phosphoric acid.

According to a preferred embodiment, at least part of the acid used for activating the clay is formed by phosphoric acid. The crude sugar juice contains bicarbonate, carbonate and oxalate anions which may react with calcium ions introduced by the addition of Ca(OH)_2 during neutralization of the crude sugar juice to form a precipitate that adheres to the walls of the vessel in the form of hard scales. The adsorbent used in this embodiment contains phosphate anions loosely bound to its surface. The phosphate ions have a higher affiliation for the calcium contained in the juice than the respective bicarbonate, carbonate or oxalate anions and the speed of formation of calcium phosphate ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) is higher than the speed of formation of calcium carbonate and calcium oxalate. Therefore, calcium phosphate is formed instead of calcium oxalate or calcium carbonate and

hard incrustations on the walls of the vessels are avoided completely or the amount of their formation may be at least reduced. As a further advantage, the calcium phosphate forms a soft sludgy complex which can be removed easily by agitation or high flow. Scales/incrustations eventually formed on the metallic surface of the vessel therefore can be removed easily.

According to a further embodiment of the method of the invention the pH-adjustment is performed in a stepwise manner. The crude sugar juice is first adjusted to a pH of 5.0 to 7.0, preferably 5.5 to 6.5 by addition of a suitable base, preferably calcium hydroxide. Then, the adsorbent is added followed by adjustment of the pH within a range of 6.0 to 8.0 by addition of $\text{Ca}(\text{OH})_2$. The pH-level in the first alkalization step is lower than in the second alkalization step, i.e. more acidic.

According to a further embodiment of the method according to the invention the adsorbent is obtained by additionally depositing calcium ions on the clay. Calcium ions form precipitates with many organic anions and, therefore, may further improve removal of contaminants from the crude sugar juice.

The adsorbent used in the method according to the invention is obtained by at least depositing an acid, aluminium and iron ions and optionally calcium ions on the surface of a clay. The clay may be a high performance bleaching earth (HPBE). Such HPBE is produced by boiling a clay obtained from a natural source and purified the usual way to remove coarse particles with acid. By boiling the clay with the acid, aluminium ions are extracted from the clay. HPBE have larger pores than natural clays and the pore volume is mainly formed by pores having a pore diameter of about 10 to 100 nm (D_{50}). Such HPBE may be obtained from commercial sources. Besides HPBE natural clays may be used which are activated by acid deposited on their surface. Such clays are designated SMBE (Surface Modified Bleaching Earth). SMBE is pre-

ferred in the method according to the invention. The clays for producing the adsorbent, in particular the natural clays used in the embodiment of SMBE, are preferably selected of the group of smectite clay minerals and kaolin grouped minerals. Preferably, bentonite is used as the starting clay. Bentonite mainly comprises montmorillonite. Montmorillonite belongs to the group of smectitic clays and has the formula $(Al_{3.2}Mg_{0.8})(Si_8)O_{20}(OH)_4(CO_3)_{0.8}$. Other suitable smectites are hectorite, nontronite, vermiculite and illite.

Because of their ion exchange capacity and due to their large surface area, the smectite clay minerals and kaolin grouped minerals may break the colloids contained in the crude sugar juice and simultaneously adsorb the thereby formed precipitate. The activated bentonite therefore acts in a similar manner as the calcium sulfite in the known sulfitation process.

The clay is activated by depositing on its surface at least an acid, aluminium and iron ions and optionally calcium ions. The activation may be performed by simply mixing the clay with a solution of an appropriate acid, iron salt and aluminium salt. However, the adsorbent may also be obtained by e.g. spraying a solution containing the acid, the iron salt, the aluminium salt and optionally the calcium salt on the clay. Conveniently, an aqueous solution is used to deposit the acid, the iron salt, the aluminium salt and optionally the calcium salt onto the clay. The activated clay may then be dried and milled according to known procedures to obtain the adsorbent. The particle size of the activated clay is preferably selected within a range of 10 to 200 μm (D_{50}).

Based on the weight of the adsorbent the iron salt, calculated as Fe_2O_3 , is preferably applied in an amount of 0.1 to 2 wt%, in particular in an amount of 0.2 wt% to 1.0 wt%, most preferred in an amount of 0.4 to 0.7 wt.-%. The amount of aluminium, calcu-

lated as Al_2O_3 , is preferably selected within a range of 1 to 8 wt.-%, in particular 2 to 6 wt.-%, most preferred 3 to 5 wt.-%. The amount of calcium applied onto the clay, calculated as CaO , is preferably selected within a range of 0.1 to 2 wt.-%, in particular 0.2 to 1.5 wt.-%, most preferred 0.8 to 1.2 wt.-%.

The adsorbent and the crude sugar juice are preferably mixed at a temperature of 10 °C to 50°C, preferably 25 °C to 35 °C, in particular preferred at about room temperature.

After mixing the adsorbent and adjusting the pH the mixture is agitated for preferably 10 to 30 minutes.

To improve the clarification of the crude sugar juice, the mixture is preferably heated to a temperature between 80 °C and the boiling point of the mixture. The duration of the heating depends on the colorization degree of the crude sugar juice and the amount of activated clay added to the mixture. Preferably, heating is performed for a period of 5 minutes to 2 hours, in particular 15 to 45 minutes.

For a purification of the crude sugar juice it is not necessary to add large amounts of the adsorbent and therefore losses caused by sugar retained in the filter cake may be minimized. Usually, the amount of adsorbent added to the mixture is selected within a range of 0.05 wt% to 1 wt%, preferably 0.15 to 0.5 wt%, based on the crude sugar juice.

Preferably, clays with a specific surface area of at least 30 m^2/g , preferably about 50 to 200 m^2/g and a cation exchange capacity of at least 20 meq/100 g, preferably 30 to 100 meq/100 g, are used for the preparation of the adsorbent. After activation the specific surface of the clay is reduced by about 3 to 8 %.

The adsorbent used in the process according to the invention removes contaminants contained in the crude sugar juice quite efficiently. A further treatment of the mixture with SO_2 or CO_2 as in the methods according to the state of the art therefore is not necessary to remove excess calcium ions used for pH-adjustment. In a preferred embodiment the method according to the invention does not comprise any SO_2 -treatment or CO_2 -treatment of the crude sugar juice or of the mixture obtained by addition of the adsorbent to the crude sugar juice and adjustment of the pH by addition of calcium hydroxide. The adsorbent does not contain any hazardous components and therefore may be handled by the workers without difficulties. Further, no hazardous waste is produced by the process. The filter cake may be used as a fertilizer such that no problems as to deposition occur.

The invention is further directed to an adsorbent that is in particular suited for purification of crude sugar juices. The adsorbent is comprising a clay, water extractable iron ions and aluminium ions, wherein a suspension of 25 g of the adsorbent in 250 ml distilled water has a pH within a range of 1 to 3, preferably 1,5 to 2. The amount of water extractable iron ions, calculated as Fe_2O_3 , is preferably within a range of 0.1 to 2 wt.-%, in particular 0.2 to 1 wt.-%, and most preferred 0.4 to 0.7 wt.-%. The amount of water extractable aluminium ions, calculated as Al_2O_3 , is preferably within a range of 1 to 8 wt.-%, in particular 2 to 6 wt.-%, and most preferred 3 to 5 wt.-%.

According to a preferred embodiment the adsorbent comprises water extractable phosphate ions. The amount of phosphate ions, calculated as H_3PO_4 , is preferably within a range of 1 to 10 wt.-%, in particular 2 to 8 wt.-%, most preferred 2.5 to 5 wt.-%.

According to a still further preferred embodiment the adsorbent comprises water extractable calcium ions. The amount of calcium ions, calculated as CaO, is preferably within arrange of 0.1 to 2.0 wt.-%, in particular 0.2 to 1.5 wt.-%, most preferred 0.8 to 1.2 wt.-%.

The following non-limiting examples and comparative data further illustrate the method of this invention for the clarification of sugar bearing juices.

METHODS

Specific surface area:

The specific surface area was determined by the BET-method with nitrogen with the single point method according to DIN 61131.

Ion exchange capacity

The ion exchange capacity was determined according to the following method:

The dried clay was heated under reflux with excess aqueous NH_4Cl . The mixture was then cooled to room temperature and settled for 16 hours. The solid material was separated by filtration and the filter cake was washed with water, dried and milled. The NH_4 -content in the clay mineral was determined according to Kjeldahl.

pH value:

25 g of the sample are suspended in 250 ml of distilled water and the suspension is boiled for 5 minutes. The resulting sus-

pension is filtered and the filtrate is cooled to room temperature. The pH-value is determined by a pH-electrode.

Bulk density

A graduated cylinder which has been cut at the 1.000 ml mark is weighed to give w_{tara} . Then the sample is filled into the cylinder with the help of a powder funnel such that a cone is formed on top of the cylinder. The cone is removed with the help of a ruler and sample adhering to the outside of the cylinder is removed. The cylinder is then weighed again to give w_{brutto} . The bulk density is calculated as $d_{\text{bulk}} = w_{\text{brutto}} - w_{\text{tara}}$.

Moisture content

About 500 g of the sample to be analysed are given into a weighed glass dish and the dish is put into a drying oven adjusted to 110 °C. After 2 hours the glass dish is transferred into an exsiccator and cooled to room temperature. The moisture content is calculated according to the following formula

$$M = \frac{m_0 - m_d}{m_0} \cdot 100$$

where

M = moisture content;

m_0 = initial mass of the sample

m_d = mass of the sample after drying.

Colour density:

The colour density of the sugar juices was measured according to ICUMSA method GS 1 - 7 (1994).

Sedimentation speed and silt height on 20 minutes:

The sedimentation speed was determined according to the following method:

In a 500 ml beaker are introduced 400 g of crude sugar juice and the pH of the juice is determined with a pH-electrode. Then 0.6 - 0.8 g of the adsorbent are added and the mixture is stirred for 5 minutes. By dropwise adding lime suspension the pH-level is adjusted between 7 and 7.3. The alkalized sugar juice is heated to 100 °C and then 5 ppm of the flocculant (Quemiflock AH 1000, Quemi SAS, Italy) are added with vigorous stirring. 100 ml of the hot sugar juice are transferred into a graduated test tube which is held at a constant temperature of 90 °C. The initial level of the sedimentation corresponds to the filling height of the sugar juice in the graduated test tube. When the sugar juice starts to coagulate and flocculate shows, the sedimentation starts. Every minute the level of the phase border between the turbid mud phase and the clear sugar juice is noted until approaching 20 minutes. The height of the mud phase at the reading of 20 minutes corresponds to the silt height after 20 minutes. The sedimentation speed is calculated according to the following formula:

$$V_s = \frac{h_i - h_{20 \text{ min}}}{20 \text{ min}}$$

Where:

V_s = sedimentation speed;

h_i = height of the sugar juice in the graduated test tube;

$h_{20 \text{ min}}$ = silt height after 20 minutes.

Bright juice turbidity:

The bright juice turbidity was determined according to the following method:

A 5 cm diameter Buchner funnel is covered with a filter paper and covered with 2,0 g of kieselguhr. The crude sugar juice is diluted to a sugar content of approximately 5 to 8 g/l. About 100 ml of the diluted sugar juice is filtered through the funnel with the first few ml being dropped away. The absorbance A_f of the filtrate is measured at 420 nm with a barrel of 1 cm in a spectrometer against a target of distilled water. The absorbance A_0 of the diluted but not filtered sugar juice is also determined at 420 nm with a barrel of 1 cm against a target of distilled water. The turbidity index TI is calculated according to the following formula:

$$TI = \frac{A_0 - A_f}{D} \cdot 1000$$

Where

A_0 = Original sugar cane juice absorbance

A_f = filtered sugar cane juice absorbance

TI = turbidity index

D = dilution factor = sugar concentration in the raw
juice/sugar concentration in the sample

Amount of water extractable anions:

Into a 2.000 ml glass flask are weighed in about 100 g of the test sample and then 1.000 ml of distilled water are added. The suspension is shaken gently for 24 hours at room temperature. Then, the suspension is filtered and the filtrate collected. The concentration of the individual anions is determined by AAS.

Amount of water extractable phosphate

The amount of phosphate is determined according to DIN 38414, part 12.

Example 1: Preparation of the adsorbent

800 kg of a Clay (Mercedes clay, Süd-Chemie Peru, Lima, Peru) were given into a rotating drum and then 2,0 kg of H_3PO_4 (96%) and 12 kg H_2SO_4 (conc.) were sprayed onto the clay. Then, a solution of 1,15 kg Fe_2SO_4 and 11,6 kg $Al_2(SO_4)_3$ in 50 l of distilled water were sprayed on the clay. Finally, a solution of 0.2 kg $CaCl_2$ in 5 l of distilled water was sprayed onto the clay. The adsorbent was dried by continuously introducing hot air (90 °C) into the drum. The dried adsorbent was then milled in a plug mill to give an adsorbent having the properties summarized in table 1:

Table 1: features of the adsorbent:

moisture content (%)	Residual on 65 µm sieve (%)	pH	Bulk density (g/l)
11,3 %	9,3	1.9	750

Example 2:

In order to study the influence of the pH of the alkalisation, the clarifier agent and the flocculants dose, a complete factorial experimental design was carried out starting from a sample of blended juice taken in the factory.

The following parameters were determined for every sample:

- sedimentation speed;
- silt height on 20 minutes;
- colour; and
- bright juice turbidity.

The experiments were done at two pH levels, two different amounts of acid active bentonite mixture added and two different flocculant doses. The values used for the different levels ("inferior level" and "superior level") are summarized in table 2.

Table 2

Factors		Inferior Level (-)	Superior Level (+)
pH	(X ₁)	7.3 ± 0.1	7.9 ± 0.1
Adsorbent of example 1	(X ₂)	0.15 wt.-%	0.20 wt.-%
Flocculant	(X ₃)	2.5 ppm	5 ppm

The flocculant used was Quemiflock AH 1000 of Quemi SAS (Italy) and is a polyacrylamide of high molecular weight.

1000 ml of a crude sugar juice where adjusted to the respective pH-level by dropwise addition of Ca(OH)₂ (0,4 %). Then the flocculate and the adsorbent were added with vigorous stirring. The mixture was heated to 80 to 100 °C for 30 min. A sample of the hot sugar juice was taken to determine the sedimentation speed and silt height. The mixture was settled for 2 hours. Then, samples were taken from the supernatant to determine colour and turbidity.

Each experiment was done two times. The averaged values measured are summarized in table 3.

Table 3

Run	X ₁	X ₂	X ₃	Colour (ICU)	Turb.	Speed Sed. (cm/min)	H. Sed. (cm)
1	-	-	-	71.5	50	2.97	5.95
2	+	-	-	70	48	2.75	6.50
3	-	+	-	92.5	30	2.90	5.50
4	+	+	-	84	27	1.43	6.40
5	-	-	+	68	14	3.17	5.70
6	+	-	+	68.5	31	3.14	6.05
7	-	+	+	85	30	3.10	5.75
8	+	+	+	79.5	36	2.56	6.75

Table 3 shows that the 7th run offers the best results as for:

Colour: 85 ICU; the purified sugar juice shows a low degree of colouration; the filter sample is clear;

Turbidity: 30 units; at first sight particles in suspension are not observed in the filtered sample;

Speed of sedimentation: 3.1 cm/min; a fast sedimentation of the particles is observed with a good and quick clotting and flocculation;

Height of the silt on 20 minutes of the sedimentation start: 5.75 cm. Big and dense floccules form that allow a good compaction of the silt.

Example 3:Decolourisation and subsequent neutralisation:

For these tests, a crude sugar juice was obtained from a Peruvian sugar cane which was burned, washed and crushed by pressing in a mill. The samples were taken in the production line of a factory on three consecutive days each.

To the samples of crude sugar juice having a pH level of approximately 5.2 and a sucrose content of approximately 14 wt% was added 0.15 (M-1)/ 0.20 wt% (M-2) of the adsorbent obtained in example 1. The mixture was agitated for 5 minutes. Then, the mixture was neutralized to a pH value of 7.3 by addition of a $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution with agitation at room temperature. Subsequently, the mixture was heated to a temperature of 100°C for 30 minutes. The mixture was settled for 2 hours. Turbidity and colour were determined on a sample taken from the clear supernatant. The absorbency of the filtered solution is measured at a wave length of 420 nm and the ICUMSA colour of the solution is calculated.

As comparison a sample of the same sugar juice, however purified by the sulfitation method, was analysed. For calculating the colour reduction the sample purified by the sulfitation method was taken as 0 % (benchmark).

The results are summarized in table 4.

Table 4

	ICUMSA co- lour	% abs	pH value	colour reduction (%)
Raw sugar solution non treated			5,2	
M-1-1, 0.15 wt%	7450	0.43	5.9	19.89
M-1-2, 0.15 wt%	6998	0.39	5.8	24.75
M-1-3, 0.15 wt%	6781	0.41	5.7	27.08
M-2-1, 0.20 wt%	6408	0.37	6.0	31.09
M-2-2, 0.20 wt%	6171	0.38	6.1	33.64
M-2-3, 0.20 wt%	5780	0.35	6.1	37.85
sulfitated clarified juice, 0.016 wt%	9300	0.40	6.3	0

The samples purified by the method according to the invention show a lower ICUMSA number when compared to the ICUMSA number of a sample treated by the classical sulfitation process. Lower ICUMSA numbers correspond to a less intense colour of the sample.

Example 4:

Decolourisation and neutralization by steps

For these tests, a sugar cane from Peru was used. The crude sugar juice was obtained from sugar cane which was burned, washed and crushed by pressing in a mill. Also, two neutralization ways were employed for these tests.

a) direct neutralization

To 200 g of the crude sugar juice with a pH value of 5.4 and a sucrose content of approx. 14 wt% was added 0.15 wt% (M-1) / 0.20 wt% (M-2) of the adsorbent obtained in example 1. The mixture was agitated at room temperature for 5 minutes and then was neutralized to a pH value of 7.3 by addition of a 5.6 wt.-% Ca(OH)_2 solution. Subsequently, the mixture was heated to 100°C for 30 minutes and then settled for 2 hours.

b) neutralisation by steps

Crude sugar juice with a pH level of 5.1 and a sucrose content of approx. 15 wt% was adjusted to a pH-level of 6.8 by dropwise addition of a 5.6 wt.-% Ca(OH)_2 solution with stirring at room temperature. Then, 0.15 wt% (M-1) / 0.20 wt% (M-2) of the adsorbent obtained in example 1 were added with stirring. Subsequently, the pH-level of the samples was adjusted to 7.2 by adding more 5.6 wt.-% Ca(OH)_2 solution. The mixture was heated to 100°C for 30 minutes and then settled for 2 hours. Samples were taken from the clear supernatant. The absorbency of the filtered solution was measured at a wavelength of 420 nm and the ICUMSA colour of the solution is calculated.

For comparison, a sample obtained by purification according to the sulfitation process was analysed. The ICUMSA colour of this sample was defined as being 0 % (benchmark).

The results are summarized in table 5.

Table 5

	ICUMSA color	% abs	pH value	% red. color
Direct neutraliza- tion				
M-1, 0.15 %	7574	0.417	6.5	9.1
M-2, 0.20 %	6932	0.396	6.2	16.8
Neutralization by steps				
M-1, 0.15 %	5776	0.318	6.4	30.7
M-2, 0.20 %	4905	0.268	6.3	41.1
sulfitated clarified juice	8332	0.476	6.7	0

With both neutralization methods a purified sugar juice was obtained that was brighter in colour than the sugar juice purified by the sulfitation method. An even better reduction in colour was obtained for the process using a neutralization by steps.

Example 5:

Decolourisation and direct neutralization

For these tests, a sugar cane from Bolivia was used. The crude sugar juice was obtained from sugar cane which was mechanically cut, washed and crushed by pressing in a mill.

To the crude sugar juice having a pH level of 5.4 and a sucrose content of approx. 14 wt% was added 0.15 wt% (M-1) / 0.20 wt% (M-2) of adsorbent obtained in example 1. The mixture was agitated for 5 minutes. Then, the mixture was neutralized at room temperature to a pH value of 7.3 by dropwise addition of a

5.6 wt.-% Ca(OH)_2 solution with vigorous stirring. Subsequently, the mixture was heated to 100°C for 30 minutes. The mixture was settled for 2 hours and samples were taken from the clear supernatant.

For comparison a sample purified by the sulfitation method was analysed. The ICUMSA colour of this sample was defined as 0 % (benchmark).

The results are summarized in table 6.

Table 6

	Colorimeter	abs	pH value	% red. colour
M1 - 0.15 %	8172	1225	6.3	14.5
M2 - 0.20 %	7401	1293	6.2	22.50
sulfitated clarified juice	9556	1680	6.0	0.00

Independently from the sugar cane variety a reduction of the ICUMSA colour may be obtained with the method of the invention.

Example 6:

Decolourisation with subsequent neutralization and clarification

First industrial scale Trials in a Peruvian middle plant

For this industrial trial, the crude sugar juice was obtained from a Peruvian sugar cane which was burned, washed and crushed by pressing in a mill.

Crude sugar juice with a pH value of 5.4 and a sucrose content of approx. 16 wt% was treated by addition of 0.20 wt% of an adsorbent as obtained in example 1. The crude sugar juice and the adsorbent were mixed for 5 minutes with stirring at room temperature. Then, the mixture was neutralized at room temperature to a pH value of 7.3 by adding a 5.6 wt.-% $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution while continuing stirring. Subsequently, the mixture was heated to a temperature of 100°C for 30 minutes. After cooling to room temperature and settling samples were taken out of the production line and analysed for ICUMSA colour and turbidity.

The plant trials started at 7:00 of the first day until 8:00 of the next day.

Samples were taken at the times indicated in table 7. In the first hours of the first day sugar juice was analysed that has still been purified by the sulfitation method. Starting at about 12:00 sugar juice obtained by purification with the adsorbent of example 1 was obtained. From about 16:30 on samples were obtained that were purified by the adsorbent of example 1 only. The colour intensity of the sample taken at 7:00 of the first day, which has been purified only by the sulfitation method, was taken as 0 % (benchmark).

The results are summarized in table 7.

Table 7

Sugar cane juice clarified				
Hour	Colour	% Red. colour	Turbidity	% Red. turbidity
07:00	10252	0	5943	0
09:00	10126	1.2	3982	33
10:30	10018	2.3	2652	55.4
12:00	9482	705	3076	48.2
13:30	9430	8.1	1134	80.9
15:00	8333	18.7	1254	78.8
16:30	8070	21.2	971	83.7
18:00	7895	23.0	1194	80
19:30	7522	26.6	757	87.3
21:00	6893	32.8	821	86.2
22:30	7890	23.1	988	83.4
02:00	7962	22.3	892	85
04:00	8166	20.3	973	83.6
06:00	7820	23.7	842	85.8
07:00	8318	18.9	852	85.7
08:00	7340	28.4	1546	73.9

The plant trials results proved that it is possible to replace the sulfitation by using an adsorbent as obtained in example 1. A significant reduction in colour intensity as well as in turbidity was achieved by the use of the adsorbent of example 1.

Example 7:

Acid activated bentonite sugar elaboration

Second Industrial Scale Trials in a Peruvian Middle Plant

For this industrial trial, the crude sugar juice was obtained from a Peruvian sugar cane of a variety different from the one of example 6. The sugar cane was burned, washed and crushed by pressing in a mill.

Crude sugar juice with a pH value of 5.4 and a sucrose content of approx. 16 wt% was treated by addition of 0.20 wt% of the adsorbent obtained in example 1. The mixture was agitated for 5 minutes. Then, 5.6 wt.-% $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution was added at room temperature to adjust the pH-value of the mixture to 7.3 while continuing agitation. Subsequently, the mixture was heated to 100°C for 30 minutes. After cooling to room temperature and settling, samples were taken from the sugar juice and analysed for ICUMSA colour and turbidity.

Then, the juice was evaporated until a sugar concentration of about 65 % using a crystallization cooking system and crystallization was initialized by seeding in order to obtain plantation white sugar.

The plant trials were made for 11 consecutive days where 22 580 MT sugar cane were milled and 2565 MT white sugar were obtained.

The averaged results are summarized in table 8.

Table 8

Sulfitation Process						Acid Activated bentonite					
Clarified Juice			Syrup			Clarified Juice			Syrup		
ICUMSA Colour	Turbidity	ICUMSA Colour	ICUMSA Colour	Turbidity	ICUMSA Colour	ICUMSA Colour	Turbidity	ICUMSA Colour	ICUMSA Colour	Turbidity	ICUMSA Colour
6121	2005	6332	3166	3588	282	8656	1624	7492	1583		283
7598	739	8970			270	7070	138	6964	106		295
8231	2322	8442	2110		300	5500	1130	6331	300		292
7387	1899	7703	1795		280	4952	287	5921	622		299
8970	3482	8759	3693		310	4942	698	7176			292
6964	950	8653	3272		299	5521	293				274
8442	1266	7809	2638		237	6736	288				361
7703	3500	8442	4221		281	5664	464				365
6754	1055	7176	2849		234	5062	345				217
8020	1473	8337	2744		218	6563	479				157
8231	2322	7915	3693		204	5132	988				173
7387	3166	7704	2849		288	6735					115

In table 8 are compared the values obtained by the sulfitation process and the purification using an adsorbent obtained as described in example 1. Clarified juice corresponds to the sugar juice after settling. Syrup corresponds to the sugar juice remaining after separation of the sugar crystals.

The results show, that the final plantation white sugar colour obtained by using the adsorbent of example 1 is lower and better when compared to the sulfitation process.

PATENT CLAIMS

1. Method for purification of crude sugar juices obtained by extraction of sugar containing plants, wherein:
 - a crude sugar juice is provided;
 - the crude sugar juice is mixed with an adsorbent obtained by activating a clay by at least depositing on the clay:
 - an acid;
 - an iron salt; and
 - an aluminium salt;
 - to obtain a mixture;
 - the pH is adjusted within a range of 6.0 to 8.0 by addition of Ca(OH)_2 ; and
 - a purified sugar juice is separated from the mixture.
2. Method according to claim 1, wherein the clay is activated by an acid selected from the group of phosphoric acid and sulfuric acid.
3. Method according to claim 1 or 2, wherein at least part of the acid used for activating the clay is formed by phosphoric acid.
4. Method according to one of the preceding claims, wherein the adjustment of the pH of the crude sugar juice is performed in a stepwise manner by adjusting the pH of the crude sugar juice within a range of 5 to 7, then adding the adsorbent and after addition of the adsorbent adjusting the pH of the crude sugar juice within a range of 6.0 to 8.0.

5. Method according to one of the preceding claims, wherein on the clay is further deposited a calcium salt.
6. Process according to one of the preceding claims, wherein the adsorbent is a high performance bleaching earth.
7. Method according to one of the preceding claims, wherein after adjusting the pH the mixture is heated to a temperature within a range of 80°C to the boiling point of the mixture.
8. Method according to claim 7, wherein the mixture is heated for a time period of 5 minutes to 2 hours, preferably 5 minutes to 30 minutes.
9. Method according to one of the preceding claims, wherein the amount of adsorbent added to the mixture is selected within a range of 0.1 wt% to 1 wt%, preferably 0.15 wt% to 0.5 wt%, based on the crude sugar juice.
10. Method according to one of the preceding claims, wherein the clay has a specific surface area of at least 30 m²/g.
11. Method according to one of the preceding claims, wherein the activated clay has a cation exchange capacity of at least 20 meq/100 g.
12. Method according to one of the preceding claims, wherein the clay is selected from the group of smectitic clays.
13. Method according to one of the preceding claims, wherein the sugar containing plant is a sugar cane.
14. Method according to one of the preceding claims, wherein the process does not comprise a sulfitation or carbonation step.

15. Adsorbent, comprising a clay, water extractable iron ions and aluminium ions, wherein a 10 % (w/w) suspension of the clay in water has a pH within a range of 1 to 3.
16. Adsorbent according to claim 15, further containing water extractable phosphate ions.
17. Adsorbent according to claim 15 or 16, further containing water extractable calcium ions.
18. Adsorbent according to claim 15, 16 or 17, further containing a polyacrylamid of high molecular weight.

42

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2006/007337

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C13D3/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C13D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA, BIOSIS, MEDLINE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 42 00 479 A1 (SUED-CHEMIE AG, 8000 MUENCHEN, DE) 16 July 1992 (1992-07-16) the whole document	15-18
A	DE 197 48 494 A1 (SUED-CHEMIE AG, 80333 MUENCHEN, DE) 6 May 1999 (1999-05-06) cited in the application the whole document	1-18
A	DE 196 33 737 A1 (OESTE, FRANZ DIETRICH, DIPL.-ING., 35274 KIRCHHAIN, DE) 26 February 1998 (1998-02-26) the whole document	1-18
A	US 5 262 328 A (CLARKE ET AL) 16 November 1993 (1993-11-16) cited in the application the whole document	1-18

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

G document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 September 2006

Date of mailing of the international search report

26/09/2006

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Vernier, Frédéric

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2006/007337

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 4200479	A1	16-07-1992	NONE	
DE 19748494	A1	06-05-1999	AU 2151599 A WO 9924623 A2 ZA 9809833 A	31-05-1999 20-05-1999 28-04-1999
DE 19633737	A1	26-02-1998	NONE	
US 5262328	A	16-11-1993	NONE	

Solicitud de Patente

SÜD-CHEMIE AG

Prioridad PCT7EP2006/007337 del 25 de julio de 2006

5

Presentar antes del 27 de febrero de 2008

Registro de archivo: sudchemie23903-co-ec.doc

10

No. de palabras: 7913 (incluye 137 palabras de la tabla 8,
en archivo separado)

15 No. de páginas: 43

ADSORBENTE Y MÉTODO PARA LA PURIFICACIÓN DE JUGOS CRUDOS DE
AZÚCAR

24 de julio de 2006

4465-X-23.903

DESCRIPCIÓN

5 ADSORBENTE Y MÉTODO PARA LA PURIFICACIÓN DE JUGOS CRUDOS DE AZÚCAR

La presente invención se refiere a un método para la purificación de jugos crudos de azúcar obtenidos por
10 extracción a partir de plantas que contienen azúcar y un adsorbente, el cual es particularmente adecuado para la purificación de jugos crudos de azúcar.

El azúcar es producido en escala industrial a partir de
15 remolachas y caña de azúcar. Para extraer el azúcar, las cañas son molidas hasta que las células de la caña se rompen por la presión y liberan el jugo de azúcar. Puede agregarse agua caliente a la caña estrujada para mejorar la extracción de los compuestos de azúcar. Para obtener el azúcar de las
20 remolachas, las remolachas son cortadas en trozos pequeños, los cuales son llevados a ebullición con una pequeña cantidad de agua. El jugo crudo de azúcar es luego liberado triturando la mezcla a través de un trapiche.

25 Los jugos crudos de azúcar obtenidos a partir de caña de

azúcar y remolachas son similares en su composición y, en consecuencia, pueden ser purificados básicamente de la misma manera.

- 5 El jugo crudo de azúcar es turbio y sucio, de color verdoso y acético. Contiene, además del azúcar requerido (sacarosa), otros componentes que deben ser eliminados durante la refinación del azúcar. Los así llamados componentes no azúcar (compuestos NA) comprenden compuestos orgánicos, por ejemplo
- 10 azúcar invertido, rafinosa y cetosas, ácidos orgánicos, proteínas, polipéptidos, aminoácidos, enzimas, etc., así como compuestos inorgánicos, por ejemplo sales de potasio, sodio, calcio y magnesio con aniones de cloruro, fosfato, sulfato y nitrato. Los fosfatos en el jugo crudo están presentes en dos
- 15 formas, como fosfatos inorgánicos y como fosfatos orgánicos. El origen de los fosfatos inorgánicos se debe a la adición de fertilizantes en el tratamiento de los suelos de cultivo. Su concentración en el jugo crudo de azúcar es menor a 0,4% en peso. Los fosfatos orgánicos están contenidos en el jugo
- 20 crudo como gomas en una cantidad de aproximadamente 0,30 - 0,60% en peso y en forma de otros fosfátidos en una cantidad de aproximadamente 0,03 - 0,05% en peso. Además de los iones antes mencionados, el jugo crudo de azúcar contiene iones de oxalato, bicarbonato y carbonato. El jugo crudo reacciona en
- 25 forma ácida y el bajo pH cataliza la hidrólisis de la

sacarosa, reduciendo en consecuencia el rendimiento de azúcar sólido.

Para la purificación, el jugo crudo es primero mezclado con
5 hidróxido de calcio (cal apagada) para aumentar el pH hasta
aproximadamente 6,0 a 8,0. Los iones de calcio introducidos
reaccionan con los iones de carbonato, oxalato y otros
compuestos NA presentes en el jugo crudo de azúcar formando
un precipitado. Para soportar la precipitación de componentes
10 coloidales, a menudo se agregan polímeros orgánicos al jugo
crudo de azúcar para actuar como floculantes. Estos
precipitados forman a menudo cascarillas / incrustaciones muy
duras que se adhieren firmemente a las superficies metálicas
de los recipientes usados en la purificación del jugo de
15 azúcar y que resultan difíciles de remover.

Para producir azúcar blanco, después o simultáneamente con el
tratamiento de cal apagada, hidróxido de calcio en exceso es
precipitado como CaSO_3 insoluble introduciendo SO_2 gaseoso en
20 el jugo crudo. Este tratamiento es llamado sulfitación. Los
precipitados formados durante la sulfitación actúan como
gérmenes cristalinos y como superficie para la adsorción de
otros productos de la precipitación. El dióxido sulfúrico
necesario para esta etapa es producido en plantas asociadas
25 por combustión de azufre. El efluente gaseoso formado durante

la combustión así como por la liberación de gases no adsorbidos durante el tratamiento del jugo de azúcar hace que el proceso resulte perjudicial para el ambiente.

- 5 El lodo formado durante la sulfitación debe ser filtrado para separar el jugo purificado de azúcar de la materia precipitada. La torta de filtrado contiene cantidades significativas de jugo de azúcar y, en consecuencia, debe ser lavado y deshidratado. La torta de filtrado deshidratada
10 puede ser usada como fertilizante de calcio. Para el uso no problemático de este fertilizante de calcio, el contenido de humedad debe ser reducido para obtener un polvo escurrible libremente después de la trituración.
- 15 El jugo fluido obtenido después de estas etapas de purificación es concentrado por evaporación del agua. A menudo puede observarse una coloración pardusca del jugo espeso debido a la caramelización del azúcar y otras reacciones. A continuación el azúcar sólido es recuperado del
20 juego espeso por cristalización. Una pequeña cantidad residual del jugo espeso, que no puede ser cristalizada, es usada como azúcar líquido de baja calidad.

El documento US 5.262.328 describe una composición no tóxica
25 para la clarificación de jugos que contienen azúcar crudo, en

particular jugo de caña de azúcar, y productos relacionados. El jugo purificado puede ser analizado para su contenido de sacarosa. La composición consiste de A) hidróxido de cloruro de aluminio, B) cal apagada y C) bentonita activada. La bentonita contiene silicato de aluminio-calcio. Preferiblemente, la composición contiene también un agente de floculación polimérico. Los componentes A) y B) están mezclados entre sí en concentraciones suficientes para, cuando son agregados al jugo que contiene azúcar crudo, neutralizar su carácter acético. El componente C), en forma seca, es agregado a la mezcla de A) y B). Después de mezclar los componentes A) y B) al jugo crudo el pH de la solución variará de aproximadamente 6 hasta aproximadamente 8, y preferiblemente será de aproximadamente 7. El componente C) es una bentonita activada por introducción en la bentonita cruda de una cantidad adecuada de una solución activadora, por ejemplo una solución de carbonato de sodio, secando luego el material. Adicionalmente, puede usarse una bentonita activada ácida, donde un ácido mineral, como ácido clorhídrico o ácido sulfúrico es agregado a una suspensión de la arcilla en bruto en agua, calentando la mezcla hasta aproximadamente 100°C durante varias horas. La mezcla calentada es diluida con agua fría y lavada, por ejemplo en una prensa de filtro, para eliminar el ácido en exceso casi completamente. La bentonita activada es secada hasta un

contenido de humedad conveniente, por ejemplo 8% a 15% en peso, y luego pulverizada a granulometría adecuada. El tratamiento ácido elimina los metales alcalinos y el calcio y reduce el contenido de magnesio, hierro y aluminio. Además, las bentonitas, en particular aquellas bentonitas naturales que ya contienen iones alcalinos de enlaces sustituibles, pueden ser activadas por tratamiento con sales de magnesio, por ejemplo sulfato de magnesio, o sales de magnesio en combinación con sales alcalinas. Los contaminantes contenidos en el jugo crudo de azúcar son absorbidos en la bentonita que contiene silicato de aluminio-calcio. Los contaminantes absorbidos pueden ser entonces encapsulados por la reacción de la bentonita con el limo. La composición, al ser agregada al jugo de caña crudo, reacciona muy rápidamente simplemente agitando o revolviendo para formar un precipitado floculado o gelatinoso que se separa fácilmente de la solución que contiene azúcar por filtración. Se obtiene una solución ópticamente clara con poco color, la cual puede ser leída directamente en un polarímetro para determinar su contenido de sacarosa.

En el documento DE 197 48 494 A1 se describe un método para la purificación de jugos crudos obtenidos en la refinación del azúcar. El jugo crudo es tratado con una mezcla de hidróxido de calcio y un material arcilloso elegido del grupo

de esmectitas y caolinas, siendo la cantidad de hidróxido de calcio en la mezcla menos de aproximadamente 70% en peso. El mineral de arcilla, hidróxido de calcio residual y sales de calcio precipitadas del jugo de azúcar son luego separadas del jugo fluido purificado. La bentonita usada puede ser activada por ácido, por ejemplo rociando 3% en peso de ácido sulfúrico concentrado sobre una bentonita cálcica. La adición de hidróxido de calcio para la neutralización del jugo crudo puede ser realizada antes, durante o después de la adición de la bentonita (activada por ácido). En un ejemplo, el jugo crudo es neutralizado por adición de una solución de Ca(OH)_2 para dar un pH de 8,0. Se agrega una bentonita activada por ácido seguido por separación del jugo purificado de la materia sólida. En otro ejemplo, el jugo crudo es primero tratado con una bentonita activada por ácido y luego la mezcla es neutralizada por adición de solución de Ca(OH)_2 para ajustar a pH 7. El jugo purificado es luego separado de la materia sólida.

Es un objeto de la presente invención proveer un método mejorado para la purificación de jugos crudos de azúcar obtenidos por extracción de plantas que contienen azúcar, el cual puede ser realizado de manera inocua para el ambiente y que permite realizar una purificación rápida y eficaz del jugo crudo de azúcar.

Este objeto se satisface por el método según la reivindicación 1. Modalidades de realización preferidas se definen en las reivindicaciones dependientes.

5

Según la invención, se provee un método para la purificación de jugos crudos de azúcar obtenidos por extracción de plantas que contienen azúcar, en el cual:

- se provee un jugo crudo de azúcar;
- 10 - el jugo crudo de azúcar es mezclado con un adsorbente obtenido por activación de una arcilla, depositando sobre la arcilla:
 - un ácido;
 - una sal de hierro;
 - 15 - y una sal de aluminio;para obtener una mezcla;
- siendo ajustado el pH dentro de un rango de 6,0 a 8,0 por adición de Ca(OH)_2 ; y
- separado de la mezcla un jugo purificado de azúcar.

20

En el método según la invención se usa un adsorbente con capacidad de adsorción excepcionalmente elevada para los contaminantes del jugo crudo de azúcar debido a la gran superficie de la arcilla y los iones depositados sobre su

25 superficie.

Según la invención, en primer lugar se provee un jugo crudo de azúcar. El término "jugo crudo de azúcar" como se usa en relación con el método de la invención se debe entender como todos los jugos de azúcar con un color más intenso o un mayor contenido de contaminantes que el jugo purificado de azúcar. El jugo crudo de azúcar puede ser obtenido directamente por extracción de plantas que contienen azúcar. Sin embargo, el azúcar crudo puede haber sido ya purificado pero aun presentar una intensidad de color insuficiente o contener una cantidad de contaminantes inaceptable. El jugo crudo de azúcar tiene preferiblemente un contenido de sacarosa de más de 10 g/l, en particular más de 14 g/l, particularmente preferido 15 g/l a 50 g/l, aun más preferido 15 g/l a 20 g/l. El jugo crudo de azúcar es obtenido preferiblemente de la caña de azúcar.

El jugo crudo de azúcar tiene aspecto coloreado y contiene contaminantes a ser eliminados por el método según la invención. El color del jugo crudo de azúcar se debe principalmente a la clorofila, antocianinas, polifenoles, gomas, ceras, fosfáticos y otros compuestos, como aniones acíclicos y aromáticos, los cuales son altamente hidratados y de alto peso molecular. La mayoría de los contaminantes coloreados así como los coloides y proteínas contenidos en el jugo crudo de azúcar, son de naturaleza aniónica. En el

adsorbente están depositados cationes, en particular protones del ácido, iones de aluminio y iones de hierro. Con la adición del adsorbente los cationes presentes en la superficie de la arcilla pueden reaccionar con los componentes aniónicos coloreados del jugo crudo de azúcar, por ejemplo por formación de complejos, produciendo en consecuencia compuestos insolubles de alto peso molecular. Los iones de aluminio depositados en la superficie de la arcilla forman complejos bastante estables con los grupos hidróxido de polifenoles e hidroacetonas. Además, los polifenoles reaccionan con los cationes de hierro (Fe^{2+}) presentes en la arcilla activada. Los contaminantes son precipitados sobre la superficie de la arcilla y pueden reaccionar adicionalmente con iones de calcio introducidos con la solución de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Preferiblemente el $\text{Ca}(\text{OH})_2$ es añadido como solución acuosa con una concentración de al menos 4 g/l, preferiblemente 5 - 6 g/l. El ajuste de pH del jugo crudo de azúcar por adición de hidróxido de calcio puede ser realizado antes, durante o después de la adición de la arcilla activada.

El adsorbente usado en el método según la invención tiene gran capacidad de adsorción y en consecuencia puede ligar grandes cantidades de contaminantes a su superficie. El adsorbente actúa como floculante para pequeñas partículas

dispersas en el jugo crudo de azúcar y, en consecuencia, dichas partículas finas pueden ser eliminadas simplemente por filtración o precipitación. Además, el adsorbente adsorbe el hidróxido de calcio en exceso así como las sales de calcio precipitadas formadas durante la refinación. La cantidad de hidróxido de calcio agregado al jugo crudo de azúcar puede ser disminuida en comparación con el proceso conocido de sulfitación. Además, la adición del adsorbente mejora la sedimentación del precipitado formado durante la purificación del jugo crudo de azúcar de manera que puede lograrse una reducción en turbiedad de hasta el 98%. Una ventaja adicional del método según la invención es el aumento de la velocidad de sedimentación y, en consecuencia, la purificación del jugo crudo de azúcar requiere menos tiempo en el tanque de clarificación.

El precipitado formado puede entonces ser separado del jugo de azúcar por métodos convencionales, por ejemplo por filtración, sedimentación o precipitación. La torta de filtrado puede ser lavada con agua para eliminar el jugo de azúcar retenido en la misma. La torta de filtrado puede entonces ser secada y triturada para ser usada como fertilizante. Ventajosamente, la torta de filtrado no contiene contaminantes nocivos para el ambiente.

Mediante el método según la invención la intensidad de color del jugo crudo de azúcar puede ser reducida hasta aproximadamente 20 a 25% de la intensidad del jugo crudo de azúcar.

5

Según una modalidad preferida de realización, el adsorbente es obtenido activando la arcilla mediante un ácido seleccionado del grupo que comprende ácido fosfórico y ácido sulfúrico. También pueden usarse otros ácidos. Pero, como el
10 azúcar refinado está destinado para consumo humano, el uso de ácido sulfúrico y ácido fosfórico no presenta problemas para la salud. La activación puede ser realizada usando solamente ácido sulfúrico o ácido fosfórico o usando una mezcla de ácido sulfúrico y ácido fosfórico.

15

Según una modalidad preferida, al menos parte del ácido usado para activar la arcilla está formada por ácido fosfórico. El jugo crudo de azúcar contiene aniones de bicarbonato, carbonato y oxalato, los cuales pueden reaccionar con iones
20 de calcio introducidos por la adición de Ca(OH)_2 durante la neutralización del jugo crudo de azúcar para formar un precipitado que se adhiere a las paredes del recipiente como cascarillas duras. El adsorbente usado en esta modalidad de realización contiene aniones de fosfato ligados flojamente a
25 su superficie. Los iones de fosfato tienen mayor afinidad

para el calcio contenido en el jugo que los respectivos aniones de bicarbonato, carbonato u oxalato, y la velocidad de formación de fosfato de calcio ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) es mayor que la velocidad de formación de carbonato de calcio y oxalato de calcio. En consecuencia, se forma fosfato de calcio en lugar de oxalato de calcio o carbonato de calcio, evitando completamente las incrustaciones duras en las paredes de los recipientes, o al menos reduciendo la cantidad de su formación. Como ventaja adicional, el fosfato de calcio forma un complejo lodoso blando que puede ser eliminado fácilmente por agitación o circulación intensa. En consecuencia, las cascarillas/incrustaciones eventualmente formadas en la superficie metálica del recipiente pueden ser eliminadas fácilmente.

15

Según otra modalidad de realización del método de la invención, el ajuste de pH se realiza por etapas. El jugo crudo de azúcar es primero ajustado a pH de 5,0 a 7,0, preferiblemente 5,5 a 6,5 por adición de una base adecuada, preferiblemente hidróxido de calcio. A continuación se agrega el adsorbente seguido por ajuste del pH dentro de un rango de 6,0 a 8,0 por adición de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. El nivel de pH en la primera etapa de alcalización es menor que en la segunda etapa de alcalización, es decir más ácido.

25

Según otra modalidad de realización del método según la invención, el adsorbente es obtenido depositando adicionalmente iones de calcio sobre la arcilla. Los iones de calcio forman precipitados con muchos aniones orgánicos y, en consecuencia, pueden mejorar adicionalmente la remoción de contaminantes del jugo crudo de azúcar.

El adsorbente usado en el método según la invención es obtenido depositando al menos un ácido, iones de aluminio y hierro y opcionalmente iones de calcio sobre la superficie de una arcilla. La arcilla puede ser una tierra decolorante de alto rendimiento (HPBE). Dicha HPBE (tierra decolorante de alto rendimiento) es producida haciendo hervir una arcilla obtenida de una fuente natural y purificada de manera usual para eliminar partículas gruesas con ácido. Al hervir la arcilla con el ácido, los iones de aluminio son extraídos de la arcilla. HPBE tiene poros más grandes que las arcillas naturales y el volumen de poro está formado principalmente por poros con un diámetro de poro de aproximadamente 10 a 100 nm (D_{50}). Dichas tierras decolorantes (HPBE) pueden ser obtenidas comercialmente. Además de HPBE pueden usarse arcillas naturales que son activadas por ácido depositado en sus superficies. Dichas arcillas son denominadas SMBE (Surface Modified Bleaching Earth - tierra decolorante modificada superficialmente). En el método según la invención

se prefiere SMBE. Las arcillas para producir el adsorbente, en particular las arcillas naturales usadas en la modalidad de SMBE, son seleccionadas preferiblemente del grupo que comprende minerales de arcilla esmectita y minerales agrupados en caolinas. Preferiblemente, se usa bentonita como arcilla inicial. La bentonita comprende principalmente montmorillonita. La montmorillonita pertenece al grupo de arcillas esmectita con la fórmula $(Al_{3.2}Mg_{0.8})(Si_8)O_{20}(OH)_4(CO_3)_{0.8}$. Otras esmectitas adecuadas son hectorita, nontronita, vermiculita e illita.

Debido a su capacidad de intercambio iónico y su gran superficie específica, los minerales de arcilla esmectita y minerales agrupados en caolinas pueden romper los coloides contenidos en el jugo crudo de azúcar y adsorber simultáneamente el precipitado así formado. En consecuencia, la bentonita activada actúa de manera similar al sulfito de calcio en el proceso de sulfitación conocido.

La arcilla es activada depositando sobre su superficie al menos un ácido, iones de aluminio y de hierro y opcionalmente iones de calcio. La activación puede ser realizada simplemente mezclando la arcilla con una solución de un ácido apropiado, sal de hierro y sal de aluminio. Sin embargo, el adsorbente también puede ser obtenido, por ejemplo, rociando

una solución que contiene el ácido, la sal de hierro, la sal de aluminio y opcionalmente la sal de calcio sobre la arcilla. Convenientemente, se usa una solución acuosa para depositar el ácido, la sal de hierro, la sal de aluminio y
5 opcionalmente la sal de calcio sobre la arcilla. La arcilla activada puede luego ser secada y triturada por procedimientos conocidos para obtener el adsorbente. La granulometría de la arcilla activada es preferiblemente seleccionada dentro de un rango de 10 a 200 μ m (D_{50}).

10

Basado en el peso del adsorbente, la sal de hierro, calculada como Fe_2O_3 , es aplicada preferiblemente en una cantidad de 0,1 a 2% en peso, en particular en una cantidad de 0,2% en peso a 1,0% en peso, más preferiblemente en una cantidad de
15 0,4 a 0,7% en peso. La cantidad de aluminio, calculado como Al_2O_3 , es preferiblemente seleccionada dentro de un rango de 1 a 8% en peso, en particular 2 a 6% en peso, más preferiblemente 3 a 5% en peso. La cantidad de calcio aplicado a la arcilla, calculado como CaO , es preferiblemente
20 seleccionada dentro de un rango de 0,1 a 2% en peso, en particular 0,2 a 1,5% en peso, más preferiblemente 0,8 a 1,2% en peso.

El adsorbente y el jugo crudo de azúcar son preferiblemente
25 mezclados a una temperatura de 10°C a 50°C, preferiblemente

25°C a 35°C, particularmente preferido a aproximadamente temperatura ambiente.

Después de mezclar el adsorbente y ajustar el pH, la mezcla
5 es agitada durante preferiblemente 10 a 30 minutos.

Para mejorar la clarificación del jugo crudo de azúcar, la mezcla es preferiblemente calentada hasta una temperatura comprendida entre 80°C y el punto de ebullición de la mezcla.

10 La duración del calentamiento depende del grado de coloración del jugo crudo de azúcar y de la cantidad de arcilla activada agregada a la mezcla. Preferiblemente, el calentamiento es realizado durante 5 minutos a 2 horas, en particular 15 a 45 minutos.

15

Para una purificación del jugo crudo de azúcar no es necesario agregar grandes cantidades de adsorbente y, en consecuencia, pueden minimizarse las pérdidas causadas por azúcar retenido en la torta de filtrado. Usualmente, la
20 cantidad de adsorbente agregado a la mezcla está seleccionado dentro de un rango de 0,05% en peso hasta 1% en peso, preferiblemente 0,15 a 0,5% en peso, basado en el jugo crudo de azúcar.

25 Preferiblemente, arcillas con área específica de al menos 30

m²/g, preferiblemente aproximadamente 50 a 200 m²/g y capacidad de intercambio de cationes de al menos 20 meq/100 g, preferiblemente 30 a 100 meq/100 g, son usadas para la preparación del adsorbente. Después de la activación, el área
5 específica de la arcilla es reducida en aproximadamente 3 a 8%.

El adsorbente usado en el proceso según la invención elimina contaminantes contenidos en el jugo crudo de azúcar de manera
10 muy eficaz. En consecuencia, un tratamiento adicional de la mezcla con SO₂ o CO₂ como en los métodos según el estado de la técnica, no es necesario para eliminar el exceso de iones de calcio usados para el ajuste del pH. En una modalidad preferida de realización, el método según la invención no
15 incluye ningún tratamiento con SO₂ ni tratamiento con CO₂ del jugo crudo de azúcar o de la mezcla obtenida por adición del adsorbente al jugo crudo de azúcar y ajuste del pH por adición de hidróxido de calcio. El adsorbente no contiene ningún componente peligroso y puede, en consecuencia, ser
20 manejado por los trabajadores sin dificultades. Además, no se producen desechos peligrosos durante el proceso. La torta de filtrado puede ser usada como fertilizante de manera que no ocurren problemas con relación a la deposición.

25 La invención está también dirigida a un adsorbente que es

particularmente adecuado para la purificación de jugos crudos de azúcar. El adsorbente comprende una arcilla, iones de hierro y iones de aluminio extraíbles con agua, en el cual una suspensión de 25 g del adsorbente en 250 ml de agua destilada tiene pH comprendido de 1 a 3, preferiblemente 1,5 a 2. La cantidad de iones de hierro extraíbles con agua, calculados como Fe_2O_3 , está comprendida dentro de un rango de 0,1 a 2% en peso, en particular 0,2 a 1% en peso, y más preferiblemente 0,4 a 0,7% en peso. La cantidad de iones de aluminio extraíbles con agua, calculados como Al_2O_3 , está comprendida preferiblemente dentro de un rango de 1 a 8% en peso, en particular 2 a 6% en peso, y más preferiblemente 3 a 5% en peso.

De acuerdo con una modalidad preferida de realización, el adsorbente comprende iones de fosfato extraíbles con agua. La cantidad de iones de fosfato, calculados como H_3PO_4 , está comprendida preferiblemente dentro de un rango de 1 a 10% en peso, en particular 2 a 8% en peso, más preferiblemente 2,5 a 5% en peso.

De acuerdo con aun otra modalidad de realización preferida, el adsorbente comprende iones de calcio extraíbles con agua. La cantidad de iones de calcio, calculado como CaO , está comprendida preferiblemente dentro de un rango de 0,1 a 2,0%

en peso, en particular 0,2 a 1,5% en peso, más preferiblemente 0,8 a 1,2% en peso.

Los siguientes ejemplos no limitativos y datos comparativos
5 ilustran adicionalmente el método de la presente invención para la clarificación de jugos que contienen azúcar.

MÉTODOS

Superficie específica:

- 10 La superficie específica fue determinada por el método BET con nitrógeno mediante el método de punto simple según norma DIN 61131.

Capacidad de intercambio de iones

- 15 La capacidad de intercambio de iones fue determinada de acuerdo con el siguiente método:

La arcilla secada fue calentada bajo reflujo con exceso de NH_4Cl acuoso. La mezcla fue luego enfriada a temperatura ambiente y dejada en reposo durante 16 horas. El material
20 sólido fue separado por filtración y la torta de filtrado fue lavada con agua, secada y triturada. El contenido de NH_4 en el mineral arcilla fue determinado según Kjeldahl.

pH

- 25 25 g de la muestra son suspendidos en 250 ml de agua

destilada y la suspensión es hervida durante 5 minutos. La suspensión resultante es filtrada y el filtrado enfriado a temperatura ambiente. El pH fue determinado por un electrodo de pH.

5

Densidad a granel

Una probeta graduada que ha sido cortada en la marca de 1000 ml es pesada para dar W_{tara} . A continuación se introduce la muestra en la probeta con ayuda de un embudo de polvo de
10 manera de formar un cono sobre la probeta. El cono es retirado con ayuda de una regla, eliminándose la muestra adherida al exterior de la probeta. La probeta se pesa nuevamente para dar W_{brutto} . La densidad a granel es calculada como $d_{granel} = W_{brutto} - W_{tara}$.

15

Contenido de humedad

Aproximadamente 500 g de la muestra a ser analizada se introducen en una cubeta de vidrio pesada, la cual es colocada en un horno de secado ajustado a 110°C. Después de 2
20 horas la cubeta de vidrio es transferida a un desecador y enfriada a temperatura ambiente. El contenido de humedad es calculado de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$M = \frac{m_0 - m_d}{m_0} \cdot 100$$

donde

M = contenido de humedad;

m_0 = masa inicial de la muestra

m_d = masa de la muestra después del secado.

5 Densidad de color:

La densidad de color de los jugos de azúcar fue medida de acuerdo con el método ICUMSA GS 1 - 7 (1994).

Velocidad de sedimentación y altura de sedimento en 20
10 minutos

La velocidad de sedimentación fue determinada de acuerdo con el siguiente método:

En un vaso de precipitación de 500 ml se introducen 400 g de jugo crudo de azúcar y se determina el pH del jugo con un
15 electrodo de pH. Luego se agregan 0,6 - 0,8 g del adsorbente y la mezcla es agitada durante 5 minutos. Agregando por goteo la suspensión de cal apagada se ajusta el pH entre 7 y 7,3. El jugo de azúcar alcalinizado es calentado hasta 100°C y luego se agregan 5 ppm del floculante (Quemiflock AH 1000,
20 Quemi SAS, Italia) agitando vigorosamente. 100 ml del jugo de azúcar caliente son transferidos a un tubo de ensayo graduado el cual es mantenido a temperatura constante de 90°C. El nivel inicial de sedimentación corresponde a la altura de llenado del jugo de azúcar en el tubo de ensayo graduado.
25 Cuando el jugo de azúcar comienza a coagular y aparece el

floculado, comienza la sedimentación. El nivel del borde de la fase entre la fase de lodo turbio y el jugo de azúcar claro es notado cada minuto hasta acercarse a 20 minutos. La altura de la fase lodosa en la lectura de 20 minutos
5 corresponde a la altura de sedimento después de 20 minutos. La velocidad de sedimentación se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$V_s = \frac{h_i - h_{20\text{min}}}{20\text{ min}}$$

donde:

10 V_s = velocidad de sedimentación;

h_i = altura del jugo de azúcar en el tubo de ensayo graduado;

$h_{20\text{min}}$ = altura de sedimento después de 20 minutos.

Turbiedad del jugo claro

15 La turbiedad del jugo claro fue determinada según el siguiente método:

Un embudo de Buchner de 5 cm de diámetro es cubierto con un filtro de papel y cubierto con 2,0 g de diatomita. El jugo crudo de azúcar es diluido hasta un contenido de azúcar de
20 aproximadamente 5 a 8 g/l. Aproximadamente 100 ml del jugo de azúcar diluido es filtrado a través del embudo, siendo los primeros pocos ml desechados. La absorbancia A_f del filtrado es medida en 420 nm con un barril de 1 cm en un espectrómetro contra un testigo de agua destilada. La absorbancia A_0 del

jugo de azúcar diluido pero no filtrado también se determinó a 420 nm con un barril de 1 cm contra un testigo de agua destilada. El índice de turbiedad TI es calculado según la siguiente fórmula:

5
$$TI = \frac{A_0 - A_f}{D} \cdot 1000$$

donde

A_0 = absorbancia del jugo de caña de azúcar original

A_t = absorbancia del jugo de caña de azúcar filtrado

TI = índice de turbiedad

10 C = factor de dilución = concentración de azúcar en el
jugó crudo / concentración de azúcar en la muestra

Cantidad de aniones extraíbles con agua

En un frasco de vidrio de 2000 ml se pesan aproximadamente
15 100 g de la muestra de ensayo y se agregan 1000 ml de agua destilada. La suspensión es agitada levemente durante 24 horas a temperatura ambiente. Luego, se filtra la suspensión y se recolecta el filtrado. La concentración de los aniones individuales es determinada por AAS.

20

Cantidad de fosfato extraíble con agua

La cantidad de fosfato es determinada según norma DIN 38414, parte 12.

Ejemplo 1: Preparación del adsorbente

800 kg de una arcilla (arcilla Mercedes, Süd-Chemie Perú, Lima, Perú) se colocaron en un tambor giratorio y luego se rociaron sobre la arcilla 2,0 kg de H_3PO_4 (96%) y 12 kg H_2SO_4 (concentrado) sobre la arcilla. A continuación, se roció una solución de 1,15 kg de Fe_2SO_4 y 11,6 kg de $Al_2(SO_4)_3$ en 50 l de agua destilada. Finalmente, se roció sobre la arcilla una solución de 0,2 kg de $CaCl_2$ en 5 l de agua destilada. El adsorbente fue secado por aire caliente (90°C) introducido continuamente en el tambor. El adsorbente fue luego triturado en un molino de rodillo para obtener un adsorbente con las propiedades resumidas en la tabla 1:

Tabla 1: características del adsorbente:

contenido de humedad (%)	Residual en tamiz de 65 μm (%)	pH	Densidad a granel (g/l)
11,3	9,3	1,9	750

Ejemplo 2:

Para estudiar la influencia del pH de la alcalización, el agente clarificante y la dosis floculante, se realizó un experimento completo a partir de una muestra de jugo mezclado tomada en la fábrica.

Se determinaron los siguientes parámetros para cada muestra:

- velocidad de sedimentación;
- altura de sedimento en 20 minutos;

- color; y
- turbiedad del jugo claro.

El experimento fue realizado a dos niveles de pH, dos cantidades diferentes de mezcla de bentonita activada por ácido y dos diferentes dosis de floculante. Los valores usados para los diferentes niveles ("nivel inferior" y "nivel superior") se resumen en la tabla 2.

Tabla 2

Factores		Nivel Inferior (-)	Nivel Superior (+)
pH	(X ₁)	7,3 ± 0.1	7,9 ± 0,1
Adsorbente del ejemplo 1	(X ₂)	0,15% en peso	0,20% en peso
Floculante	(X ₃)	2,5 ppm	5 ppm

10 El floculante usado fue Quemicklock AH 1000 de la firma Quemi SAS (Italia) y es una poliacrilamida de alto peso molecular.

1000 ml de un jugo crudo de azúcar fueron ajustados al pH respectivo mediante el agregado por goteo de Ca(OH)₂ (0,4%).

15 A continuación se agregaron el floculado y el adsorbente bajo agitación vigorosa. La mezcla fue calentada hasta 80 a 100°C durante 30 minutos. Se tomó una muestra del jugo de azúcar caliente para determinar la velocidad de sedimentación y la altura de sedimento. La mezcla se dejó reposar durante 2

20 horas. Luego se tomaron muestras del sobrenadante para determinar color y turbiedad.

Cada experimento se realizó dos veces. Los valores medios medidos se resumen en la tabla 3.

Tabla 3

Ensa yo	X ₁	X ₂	X ₃	Color (ICU)	Turb.	Veloc. sedim. (cm/min)	Altura Sed. (cm)
1	-	-	-	71,5	50	2,97	5,95
2	+	-	-	70	48	2,75	6,50
3	-	+	-	92,5	30	2,90	5,50
4	+	+	-	84	27	1,43	6,40
5	-	-	+	68	14	3,17	5,70
6	+	-	+	68,5	31	3,14	6,05
7	-	+	+	85	30	3,10	5,75
8	+	+	+	79,5	36	2,56	6,75

- 5 La Tabla 3 muestra que el ensayo 7 ofrece los mejores resultados para:
- Color: 85 ICU; el jugo purificado de azúcar muestra un bajo grado de coloración; la muestra filtrada es clara.
- Turbiedad: 30 unidades; a primera vista, no se observan
- 10 partículas en suspensión en la muestra filtrada.
- Velocidad de sedimentación: 3,1 cm/min; se observa una rápida sedimentación de las partículas con buena y rápida coagulación y floculación.
- Altura del sedimento en 20 minutos desde el comienzo de la
- 15 sedimentación: 5,75 cm. Se forman flóculos grandes y densos que permiten una buena compactación del sedimento.

Ejemplo 3

Decoloración y subsiguiente neutralización:

Para estos ensayos, se obtuvo un jugo crudo de azúcar de una caña de azúcar peruana, la cual fue quemada, lavada y triturada por presión en un trapiche. Las muestras fueron tomadas en la línea de producción de una fábrica en tres días consecutivos.

A las muestras de jugo crudo de azúcar con pH de aproximadamente 5,2 y contenido de sacarosa de aproximadamente 14% en peso se agregó 0,15 (M-1)/0,20% en peso (M-2) del adsorbente obtenido en el ejemplo 1. La mezcla fue agitada durante 5 minutos. Luego, la mezcla fue neutralizada a pH 7,3 por agregado de una solución de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ con agitación a temperatura ambiente. A continuación, la mezcla fue calentada hasta una temperatura de 100°C durante 30 minutos. La mezcla fue dejada en reposo durante 2 horas. La turbiedad y el color fueron determinados en una muestra tomada del sobrenadante claro. La absorbencia de la solución filtrada fue medida en una longitud de onda de 420 nm y se calculó el color ICUMSA de la solución.

Como comparación, se analizó una muestra del mismo jugo de azúcar, pero purificado por el método de sulfitación. Para calcular la reducción de color la muestra purificada por el

método de sulfitación fue tomada como 0% (índice de referencia).

Los resultados se resumen en la tabla 4.

5

Tabla 4

	ICUMSA color	% abs	pH	reducción de color (%)
Solución de azúcar crudo no tratada			5,2	
M-1-1, 0,15% en peso	7450	0,43	5,9	19,89
M-1-2, 0,15% en peso	6998	0,39	5,8	24,75
M-1-3, 0,15% en peso	6781	0,41	5,7	27,08
M-2-1, 0,20% en peso	6408	0,37	6,0	31,09
M-2-2, 0,20% en peso	6171	0,38	6,1	33,64
M-2-3, 0,20% en peso	5780	0,35	6,1	37,85
jugo clarificado sulfitado, 0,016% en peso	9300	0,40	6,3	0

Las muestras purificadas por el método según la invención muestran un número ICUMSA menor en comparación con el número ICUMSA de una muestra tratada por el proceso de sulfitación clásico. Números ICUMSA menores corresponden a un color menos intenso de la muestra.

Ejemplo 4:

Decoloración y neutralización en etapas

15

Para estos ensayos, se usó una caña de azúcar de Perú. El jugo crudo de azúcar fue obtenido de caña de azúcar que fue

quemada, lavada y triturada por presión en un trapiche. También, se emplearon dos maneras de neutralización para estos ensayos.

a) neutralización directa

5 A 200 g del jugo crudo de azúcar con pH de 5,4 y contenido de sacarosa de aproximadamente 14% en peso se agregó 0,15% en peso (M-1) / 0,20% en peso (M-2) del adsorbente obtenido en el ejemplo 1. La mezcla fue agitada a temperatura ambiente durante 5 minutos y luego neutralizada a pH de 7,3 por
10 agregado de una solución de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a 5,6% en peso. A continuación, la mezcla fue agitada a 100°C durante 30 minutos y luego se dejó reposar durante 2 horas.

b) Neutralización por etapas

15 Jugo crudo de azúcar con pH de 5,1 y contenido de sacarosa de aproximadamente 15% en peso fue ajustado a pH de 6,8 por agregado por goteo una solución de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a 5,6% en peso con agitación a temperatura ambiente. Luego, se agregó bajo agitación 0,15% en peso (M-1) / 0,20% en peso (M-2) del
20 adsorbente obtenido en el ejemplo 1. A continuación, el pH de las muestras fue ajustado a 7,2 agregando más solución de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a 5,6% en peso. La mezcla fue calentada hasta 100°C durante 30 minutos y luego dejada en reposo durante 2 horas. Se tomaron muestras del sobrenadante claro. La absorbencia de
25 la solución filtrada fue medida a una longitud de onda de 420

nm y se calculó el color ICUMSA de la solución.

Para comparación, se analizó una muestra obtenida por purificación según el proceso de sulfitación. El color ICUMSA de esta muestra fue definido como 0% (índice de referencia).

5

Los resultados se resumen en la tabla 5.

Tabla 5

	ICUMSA color	% abs	pH	% reduc. color
Neutralización directa				
M-1, 0,15 %	7574	0,417	6,5	9,1
M-2, 0,20 %	6932	0,396	6,2	16,8
Neutralización en etapas				
M-1, 0,15 %	5776	0,318	6,4	30,7
M-2, 0,20 %	4905	0,268	6,3	41,1
jugo clarificado sulfitado	8332	0,476	6,7	0

Con ambos métodos de neutralización se obtuvo un jugo
10 purificado de azúcar con color más claro que el jugo
purificado de azúcar por el método de sulfitación. Una aun
mejor reducción en color fue obtenida por el proceso de
neutralización en etapas.

15 Ejemplo 5:

Decoloración y neutralización directa

Para estos ensayos, se usó una caña de azúcar de Bolivia. El jugo crudo de azúcar fue obtenido de caña de azúcar cortada mecánicamente, lavada y triturada por presión en un trapiche.

Al jugo crudo de azúcar con pH de 5,4 y contenido de sacarosa de aproximadamente 14% en peso se agregó 0,15% en peso (M-1) / 0,20 % en peso (M-2) del adsorbente obtenido en el ejemplo 1. La mezcla fue agitada durante 5 minutos. A continuación, la mezcla fue neutralizada a temperatura ambiente a pH 7,3 por agregado por goteo de una solución de Ca(OH)₂ a 5,6% en peso con agitación vigorosa. A continuación, la mezcla fue calentada hasta 100°C durante 30 minutos. La mezcla fue dejada en reposo durante 2 horas y se tomaron muestras del sobrenadante claro.

Para comparación se analizó una muestra purificada por el método de sulfitación. El color ICUMSA de esta muestra fue definido como 0% (índice de referencia).

15

Los resultados se resumen en la tabla 6.

Tabla 6

	Colorímetro	abs	pH	% reduc. color
M1 - 0.15 %	8172	1225	6.3	14.5
M2 - 0.20 %	7401	1293	6.2	22,50
jugo clarificado sulfitado	9556	1680	6.0	0.00

Independientemente de la variedad de caña de azúcar, puede obtenerse una reducción del color ICUMSA con el método de la invención.

20

Ejemplo 6:

Decoloración con subsiguiente neutralización y clarificación

Primeros Ensayos a escala industrial en una planta media peruana

- 5 Para este ensayo industrial, el jugo crudo de azúcar fue obtenido de una caña de azúcar peruana que fue quemada, lavada y triturada por presión en un trapiche.

Jugo crudo de azúcar con pH de 5,4 y contenido de sacarosa de aproximadamente 16% en peso fue tratado por agregado de 0,20%
10 en peso del adsorbente obtenido en el ejemplo 1. El jugo crudo de azúcar y el adsorbente fueron mezclados durante 5 minutos con agitación a temperatura ambiente. A continuación, la mezcla fue neutralizada a temperatura ambiente a pH de 7,3 por agregado de una solución de Ca(OH)_2 a 5,6% en peso
15 mientras se continuaba agitando. Luego, la mezcla fue calentada hasta una temperatura de 100°C durante 30 minutos. Después de enfriar a temperatura ambiente y precipitación, se tomaron muestras de la línea de producción que fueron analizadas en cuanto a color ICUMSA y turbiedad.

20

Los ensayos en planta comenzaron a las 7:00 del primer día hasta las 8:00 del día siguiente.

Se tomaron muestras en las horas indicadas en la tabla 7. En las primeras horas del primer día fue analizado el jugo de azúcar que todavía había sido purificado por el método de sulfitación. Comenzando a aproximadamente las 12:00 se obtuvo jugo de azúcar obtenido por purificación con el adsorbente del ejemplo 1. A partir de aproximadamente las 16:30 se obtuvieron solamente muestras que fueron purificadas por el adsorbente del ejemplo 1. La intensidad de color de la muestra tomada a las 7:00 del primer día, que había sido purificada solamente por el método de sulfitación, fue tomada como 0% (índice de referencia).

Los resultados se resumen en la tabla 7.

Tabla 7

Jugo de caña de azúcar clarificado				
Hora	Color	% Reduc. color	Turbiedad	% Reduc. turbiedad
07:00	10252	0	5943	0
09:00	10126	1,2	3982	33
10:30	10018	2,3	2652	55,4
12:00	9482	705	3076	48,2
13:30	9430	8,1	1134	80,9
15:00	8333	18,7	1254	78,8
16:30	8070	21,2	971	83,7
18:00	7895	23,0	1194	80
19:30	7522	26,6	757	87,3
21:00	6893	32,8	821	86,2
22:30	7890	23,1	988	83,4
02:00	7962	22,3	892	85
04:00	8166	20,3	973	83,6
06:00	7820	23,7	842	85,8
07:00	8318	18,9	852	85,7
08:00	7340	28,4	1546	73,9

Los resultados de los ensayos en planta comprobaron que es posible reemplazar la sulfitación usando un adsorbente como el obtenido en el ejemplo 1. Se logró una reducción significativa en la intensidad de color así como en la
5 turbiedad por el uso del adsorbente del ejemplo 1.

Ejemplo 7:

Elaboración de azúcar con bentonita activada con ácido

Segundos ensayos a escala industrial en una Planta Media
10 Peruana

Para este ensayo industrial, el jugo crudo de azúcar fue obtenido de una caña de azúcar peruana de una variedad diferente de la del ejemplo 6. La caña de azúcar fue quemada, lavada y triturada por presión en un trapiche.

15

Jugo crudo de azúcar con pH de 5,4 y contenido de sacarosa de aproximadamente 16% en peso fue tratado por agregado de 0,20% en peso del adsorbente obtenido en el ejemplo 1. La mezcla fue agitada durante 5 minutos. Luego, se agregó solución de
20 Ca(OH)_2 a 5,6% en peso a temperatura ambiente para ajustar el pH de la mezcla a 7,3 mientras se continuaba agitando. A continuación, la mezcla fue calentada a 100°C durante 30 minutos. Después de enfriar a temperatura ambiente y dejar en reposo, se tomaron muestras del jugo de azúcar y se analizó
25 para color ICUMSA y turbiedad.

Luego, el jugo fue evaporado hasta una concentración de azúcar de aproximadamente 65% usando un sistema de cocción de cristalización, iniciándose la cristalización por formación de gérmenes cristalinos para obtener azúcar blanco.

5

Los ensayos en planta fueron realizados durante 11 días consecutivos, triturando 22580 MT de caña de azúcar y obteniendo 2565 MT de azúcar blanco.

10 Los resultados promedio se resumen en la tabla 8.

En la tabla 8 se comparan los valores obtenidos por el proceso de sulfitación y la purificación usando un adsorbente obtenido según lo descrito en el ejemplo 1. El jugo clarificado corresponde al jugo de azúcar después del reposo.

5 El sirope corresponde al jugo de azúcar remanente después de la separación de los cristales de azúcar.

Los resultados muestran que el color final del azúcar blanco de plantación obtenido usando el adsorbente del ejemplo 1 es

10 menor y mejor en comparación con el proceso de sulfitación.

REIVINDICACIONES

1. Método para la purificación de jugos crudos de azúcar obtenidos por extracción de plantas que contienen azúcar, en el cual:
 - 5 - se provee un jugo crudo de azúcar;
 - el jugo crudo de azúcar es mezclado con un adsorbente obtenido activando una arcilla, al menos, depositando sobre la arcilla:
 - un ácido;
 - 10 - una sal de hierro; y
 - una sal de aluminio;para obtener una mezcla;
 - siendo ajustado el pH dentro de un rango de 6,0 a 8,0 por agregado de $\text{Ca}(\text{OH})_2$; y
 - 15 - separado de la mezcla un jugo purificado de azúcar.
2. Método según la reivindicación 1, en el cual la arcilla es activada por un ácido seleccionado del grupo que comprende ácido fosfórico y ácido sulfúrico.
20
3. Método según la reivindicación 1 ó 2, en el cual al menos parte del ácido usado para activar la arcilla está formado por ácido fosfórico.
- 25 4. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en

el cual el ajuste del pH del jugo crudo de azúcar es realizado de manera escalonada ajustando el pH del jugo crudo de azúcar dentro de un rango de 5 a 7, agregando luego el adsorbente y después del agregado del
5 adsorbente ajustar el pH del jugo crudo de azúcar dentro de un rango de 6,0 a 8,0.

5. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual sobre la arcilla se deposita además una sal de
10 calcio.

6. Proceso según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el adsorbente es una tierra decolorante de alto rendimiento.
15

7. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual después de ajustar el pH la mezcla es calentada hasta una temperatura comprendida entre 80°C hasta el punto de ebullición de la mezcla.
20

8. Método según la reivindicación 7, en el cual la mezcla es calentada durante un periodo de 5 minutos a 2 horas, preferiblemente 5 minutos a 30 minutos.

25 9. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en

el cual la cantidad de adsorbente agregado a la mezcla es seleccionado dentro de un rango de 0,1% en peso a 1% en peso, preferiblemente 0,15% en peso a 0,5% en peso, basado en el jugo crudo de azúcar.

5

10. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla tiene superficie específica de al menos 30 m²/g.

10 11. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla activada tiene capacidad de intercambio de cationes de al menos 20 meq/100 g.

12. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en
15 el cual la arcilla es seleccionada del grupo que comprende arcillas esmectíticas.

13. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en
20 el cual la planta que contiene azúcar es una caña de azúcar.

14. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el proceso no comprende una etapa de sulfitación o de carbonación.

25

15. Adsorbente, el cual comprende una arcilla, iones de hierro y iones de aluminio extraíbles con agua, en el cual una suspensión de la arcilla en agua al 10% en peso tiene un pH de 1 a 3.
- 5
16. Adsorbente según la reivindicación 15, que contiene además iones de fosfato extraíbles con agua.
17. Adsorbente según la reivindicación 15 ó 16, que contiene
- 10 además iones de calcio extraíbles con agua.
18. Adsorbente según la reivindicación 15, 16 ó 17, que contiene además una poliacrilamida de alto peso molecular.

RESUMEN

La invención está dirigida a un proceso para obtener azúcar blanco a partir de caña de azúcar tratando el jugo crudo de azúcar con bentonita activada con ácido seleccionada del grupo que comprende esmectitas, donde la mezcla de bentonita activada con ácido reemplaza el proceso de sulfitación tradicional nocivo para el ambiente, y donde la bentonita mineral junto con sulfatos de aluminio y hierro, ácido fosfórico y ácido sulfúrico y soluciones de sales ácidas permiten obtener un azúcar blanco de alta calidad.

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

(Chapter II of the Patent Cooperation Treaty)

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 4465-X-23903	FOR FURTHER ACTION See Form PCT/PEA416	
International application No. PCT/EP2006/007337	International filing date (day/month/year) 25.07.2006	Priority date (day/month/year) 27.07.2005
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC INV. C13D3/00		
Applicant SÜD-CHEMIE AG		
1. This report is the international preliminary examination report, established by this International Preliminary Examining Authority under Article 35 and transmitted to the applicant according to Article 36. 2. This REPORT consists of a total of <u>4</u> sheets, including this cover sheet. 3. This report is also accompanied by ANNEXES, comprising: a. ☒ sent to the applicant and to the International Bureau a total of <u>3</u> sheets, as follows: ☒ sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis of this report and/or sheets containing rectifications authorized by this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions). ☐ sheets which supersede earlier sheets, but which this Authority considers contain an amendment that goes beyond the disclosure in the international application as filed, as indicated in item 4 of Box No. I and the Supplemental Box. b. ☐ (sent to the International Bureau only) a total of (indicate type and number of electronic carrier(s)) , containing a sequence listing and/or tables related thereto, in electronic form only, as indicated in the Supplemental Box Relating to Sequence Listing (see Section 802 of the Administrative Instructions).		
4. This report contains indications relating to the following items: ☒ Box No. I Basis of the report ☐ Box No. II Priority ☐ Box No. III Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability ☐ Box No. IV Lack of unity of invention ☒ Box No. V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement ☐ Box No. VI Certain documents cited ☐ Box No. VII Certain defects in the international application ☐ Box No. VIII Certain observations on the international application		
Date of submission of the demand 2007-02-26	Date of completion of this report 27.06.2007	
Name and mailing address of the international preliminary examining authority:  European Patent Office D-80298 Munich Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Authorized officer Vernier, Frédéric Telephone No. +49 89 2399-8648 	

**INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT
ON PATENTABILITY**

International application No.
PCT/EP2006/007337

Box No. I Basis of the report

1. With regard to the **language**, this report is based on
 - ☒ the international application in the language in which it was filed
 - ☐ a translation of the international application into , which is the language of a translation furnished for the purposes of:
 - ☐ international search (under Rules 12.3(a) and 23.1(b))
 - ☐ publication of the international application (under Rule 12.4(a))
 - ☐ international preliminary examination (under Rules 55.2(a) and/or 55.3(a))
2. With regard to the **elements*** of the international application, this report is based on *(replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report):*

Description, Pages

1-29 as originally filed

Claims, Numbers

1-18 received on 23.05.2007 with letter of 21.05.2007

- ☐ a sequence listing and/or any related table(s) - see Supplemental Box Relating to Sequence Listing
3. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:
 - ☐ the description, pages
 - ☐ the claims, Nos.
 - ☐ the drawings, sheets/figs
 - ☐ the sequence listing *(specify):*
 - ☐ any table(s) related to sequence listing *(specify):*
 4. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments annexed to this report and listed below had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).
 - ☐ the description, pages
 - ☐ the claims, Nos.
 - ☐ the drawings, sheets/figs
 - ☐ the sequence listing *(specify):*
 - ☐ any table(s) related to sequence listing *(specify):*

* If item 4 applies, some or all of these sheets may be marked "superseded."

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT
ON PATENTABILITY

International application No.
PCT/EP2006/007337

Box No. V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Yes: Claims	<u>1-18</u>
	No: Claims	
Inventive step (IS)	Yes: Claims	<u>1-18</u>
	No: Claims	
Industrial applicability (IA)	Yes: Claims	<u>1-18</u>
	No: Claims	

2. Citations and explanations (Rule 70.7):

see separate sheet

**INTERNATIONAL PRELIMINARY
REPORT ON PATENTABILITY
(SEPARATE SHEET)**

International application No.

PCT/EP2006/007337

Item V

1. The following documents are considered:

D1: DE 42 00 479 A1

D2: DE 197 48 494 A1

D3: DE 196 33 737 A1

D4: US-A-5 262 328

2. D1 (see in particular the claims) discloses a clay composition for use in treating waste-water using a clay composition having aluminium and iron ions added as separate components (as opposed to deposited on the clay, as in present claim 15) and the composition of D1 contains CaCO_3 , which leads to a pH of around 7.7 (see examples of D1), thus higher than the range of 1-3 of present claim 15.

Furthermore, none of the cited prior art documents discloses a method for the purification of crude sugar juices using a clay activated by deposition of an acid, an iron salt and an aluminium salt.

Thus, present independent claims 1 and 15 meet the novelty requirements (Article 33(2) PCT).

3. In view of the technical problem to be solved (to provide an alternative method and an adsorbant for the purification of crude sugar juices) and its proposed solution (using a clay activated by deposition of an acid, an iron salt and an aluminium salt), the subject-matter of independent claims 1 and 15 can't be regarded as involving an inventive step (Article 33(3) PCT) over any of the closest prior arts D2-D4 (purification of crude sugar juices; no such adsorbant).

4. The subject-matter of present claims 1-18 meets the requirements of Art. 33(4) PCT.

PATENT CLAIMS

1. Method for purification of crude sugar juices obtained by extraction of sugar containing plants, wherein:
 - a crude sugar juice is provided;
 - the crude sugar juice is mixed with an adsorbent obtained by activating a clay by at least depositing on the clay:
 - an acid;
 - an iron salt; and
 - an aluminium salt;
 - to obtain a mixture;
 - the pH is adjusted within a range of 6.0 to 8.0 by addition of Ca(OH)_2 ; and
 - a purified sugar juice is separated from the mixture.
2. Method according to claim 1, wherein the clay is activated by an acid selected from the group of phosphoric acid and sulfuric acid.
3. Method according to claim 1 or 2, wherein at least part of the acid used for activating the clay is formed by phosphoric acid.
4. Method according to one of the preceding claims, wherein the adjustment of the pH of the crude sugar juice is performed in a stepwise manner by adjusting the pH of the crude sugar juice within a range of 5 to 7, then adding the adsorbent and after addition of the adsorbent adjusting the pH of the crude sugar juice within a range of 6.0 to 8.0.
5. Method according to one of the preceding claims, wherein on the clay is further deposited a calcium salt.

AMENDED SHEET

6. Process according to one of the preceding claims, wherein the adsorbent is a high performance bleaching earth.
7. Method according to one of the preceding claims, wherein after adjusting the pH the mixture is heated to a temperature within a range of 80°C to the boiling point of the mixture.
8. Method according to claim 7, wherein the mixture is heated for a time period of 5 minutes to 2 hours, preferably 5 minutes to 30 minutes.
9. Method according to one of the preceding claims, wherein the amount of adsorbent added to the mixture is selected within a range of 0.1 wt% to 1 wt%, preferably 0.15 wt% to 0.5 wt%, based on the crude sugar juice.
10. Method according to one of the preceding claims, wherein the clay has a specific surface area of at least 30 m²/g.
11. Method according to one of the preceding claims, wherein the activated clay has a cation exchange capacity of at least 20 meq/100 g.
12. Method according to one of the preceding claims, wherein the clay is selected from the group of smectitic clays.
13. Method according to one of the preceding claims, wherein the sugar containing plant is a sugar cane.
14. Method according to one of the preceding claims, wherein the process does not comprise a sulfitation or carbonation step.
15. Adsorbent, comprising a clay onto which is deposited an acid, an iron salt and an aluminium salt, said adsorbent comprising water extractable iron ions calculated as Fe₂O₃ in an amount of 0.1 to 2 wt.-% and aluminium ions calculated as Al₂O₃ in an amount of 1 to 8 wt.-%, wherein a 10 % (w/w) suspension of the ~~clay~~ adsorbent in water has a pH within a range of 1 to 3.

AMENDED SHEET

EP2006007337
23-05-2007

CLMSPAMD

2007-05-23
EP2006007337

16. Adsorbent according to claim 15, further containing water extractable phosphate ions.
17. Adsorbent according to claim 15 or 16, further containing water extractable calcium ions.
18. Adsorbent according to claim 15, 16 or 17, further containing a polyacrylamid of high molecular weight.

AMENDED SHEET

95

TRATADO INTERNACIONAL DE COLABORACIÓN EN MATERIA DE PATENTES

PCT

INFORME DE EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL

(Capítulo II del tratado Internacional de colaboración en materia de Patentes)
(ARTICULO 36 Y REGLA 70 PCT)

Referencia del solicitante o agente: 4465-X-23903	PARA ACCIONES FUTURAS: Véase Formulario PCT/IPEA/416																									
No. de Solicitud Internacional: PCT/EP2006/007337	Fecha de presentación internacional (día/mes/año) 25.07.2006	Fecha de prioridad (día/mes/año) 27.07.2005																								
Clasificación Internacional de Patentes (IPC) o clasificación nacional e IPC: INV. C13D3/00																										
Solicitante: SÜD-CHEMIE AG																										
1. Este informe de examen preliminar internacional ha sido preparado según el Art. 35 por esta Autoridad Examinadora Preliminar Internacional y transmitido al solicitante de acuerdo con el Artículo 36. 2. Este INFORME consiste de un total de <u>4</u> páginas, incluyendo la carátula. 3. Además están ADJUNTOS a este informe los siguientes anexos; los cuales comprenden a. ☒ (enviado al solicitante y a la Oficina Internacional) en total de <u>3</u> hojas; tratándose en este caso de: ☒ Hojas con la Memoria Descriptiva, Reivindicaciones y/o dibujos, los cuales fueron enmendados y en los cuales se basa el presente informe, y/u hojas con rectificaciones, a las cuales consintieron las autoridades (véase Regla 70.16 y párrafo 607 de las disposiciones de Administración). ☐ Hojas, las cuales sustituyen hojas anteriores, las cuales contienen sin embargo una modificación por los motivos indicados en el casillero N° 1, punto 4 y casillero adicional según la interpretación de las autoridades, las cuales van más allá del contenido publicado de la Solicitud Internacional en el texto inicialmente presentado. b. ☐ (solamente enviado a la oficina internacional), en total (por favor indicar tipo y número de los portadores electrónicos de datos el/los cual/cuales contiene (n) un protocolo de secuencias y/o las respectivas tablas, solamente en forma electrónica, como está indicado en el casillero adicional referente al protocolo de secuencias (véase Sección 802 de las disposiciones de Administración)																										
4. Este informe contiene indicaciones referentes a los siguientes puntos: <table><tr><td>☒</td><td>Casillero No. I</td><td>Bases del informe</td></tr><tr><td>☐</td><td>Casillero No. II</td><td>Prioridad</td></tr><tr><td>☐</td><td>Casillero No. III</td><td>No se establece informe con respecto a novedad, nivel inventivo y aplicabilidad industrial</td></tr><tr><td>☐</td><td>Casillero No. IV</td><td>Falta de unidad de la invención</td></tr><tr><td>☒</td><td>Casillero No. V</td><td>Declaración razonada bajo Artículo 35(2) con respecto a novedad, nivel inventivo o aplicabilidad industrial; citas y explicaciones que apoyan dicha declaración</td></tr><tr><td>☐</td><td>Casillero No. VI</td><td>Ciertos documentos citados</td></tr><tr><td>☐</td><td>Casillero No. VII</td><td>Ciertos defectos en la solicitud internacional</td></tr><tr><td>☐</td><td>Casillero No. VIII</td><td>Ciertas observaciones en la solicitud internacional</td></tr></table>			☒	Casillero No. I	Bases del informe	☐	Casillero No. II	Prioridad	☐	Casillero No. III	No se establece informe con respecto a novedad, nivel inventivo y aplicabilidad industrial	☐	Casillero No. IV	Falta de unidad de la invención	☒	Casillero No. V	Declaración razonada bajo Artículo 35(2) con respecto a novedad, nivel inventivo o aplicabilidad industrial; citas y explicaciones que apoyan dicha declaración	☐	Casillero No. VI	Ciertos documentos citados	☐	Casillero No. VII	Ciertos defectos en la solicitud internacional	☐	Casillero No. VIII	Ciertas observaciones en la solicitud internacional
☒	Casillero No. I	Bases del informe																								
☐	Casillero No. II	Prioridad																								
☐	Casillero No. III	No se establece informe con respecto a novedad, nivel inventivo y aplicabilidad industrial																								
☐	Casillero No. IV	Falta de unidad de la invención																								
☒	Casillero No. V	Declaración razonada bajo Artículo 35(2) con respecto a novedad, nivel inventivo o aplicabilidad industrial; citas y explicaciones que apoyan dicha declaración																								
☐	Casillero No. VI	Ciertos documentos citados																								
☐	Casillero No. VII	Ciertos defectos en la solicitud internacional																								
☐	Casillero No. VIII	Ciertas observaciones en la solicitud internacional																								
Fecha de inspección de la solicitud 26-02-2007	Fecha de finalización de este informe: 27-06-2007																									
Nombre y dirección postal de la Oficina Internacional: Oficina de Patentes Europea,	Funcionario Autorizado  Vernier, Frédéric Telefono: + 49 89 2399-8646																									
 Oficina Europea de Patentes D-80298 Munich Tel + 49 89 2399 - 0 Tx: 5213656 epmu d Fax + 49 89 2399 - 4465																										

Casillero N° I Base del Informe

1. Con respecto al idioma el informe se basa en

- ☒ la solicitud internacional, en el idioma en que fue presentada
- ☐ una traducción de la solicitud internacional en el idioma correspondiente, en la que corresponde el idioma de la traducción, que fuera presentada para el siguiente objetivo:
- ☐ la búsqueda internacional (según Regla 12.3a) y 23.1 b))
 - ☐ publicación de la solicitud internacional (según Regla 12.4 a))
 - ☐ examen preliminar internacional (según Regla 55.2 a) y/o 55.3 a))

2. Con respecto a los componentes* de la solicitud internacional, el informe se basa en *(hojas de reemplazo que hayan sido entregadas a la Oficina receptora en respuesta a Oficina receptora en respuesta a una invitación según Artículo 14 se refieren en este informe como "presentadas originalmente" y no se adjuntan a este informe):*

Memoria, páginas

1 - 29

como originalmente presentadas

Reivindicaciones, N°

1 - 18

recibidas el 23.05.2007 con carta del 21.05.2007

- ☐ referente a un protocolo de secuencia y/o eventuales tablas pertinentes - ver casillero adicional referente al protocolo de secuencia.

3. ☐ Basándose en las descripciones, se suprimieron los siguientes adjuntos:

- ☐ Descripción: Página
- ☐ Reivindicaciones: N°
- ☐ Dibujos: Hoja / Copia
- ☐ Protocolo de Secuencia (*Datos exactos*):
- ☐ Eventuales tablas pertenecientes al Protocolo de Secuencias (*datos exactos*):

4. ☐ Este Informe se realizó sin tener en cuenta (algunas) de las correcciones acompañadas a este Informe y que se presentan en lista adjunta, ya que éstas exceden los motivos indicados en el casillero adicional de acuerdo con la interpretación de las autoridades sobre la novedad en el texto presentado originalmente (Regla 70.2 c)).

- ☐ Descripción: Página
- ☐ Reivindicaciones: No.
- ☐ Dibujos: Hoja / Copia
- ☐ Protocolo de Secuencia (*Datos exactos*):
- ☐ Eventuales tablas pertenecientes al Protocolo de Secuencias (*datos exactos*):

* Cuando el casillero 4 es válido, algunas o todas las hojas pueden llevar la indicación "reemplazado".

Casillero N° V Declaración basada en el Artículo 35 (2) con respecto a Novedad, Actividad Inventiva o Aplicabilidad Industrial; documentación citada y explicaciones que fundamentan esta Declaración

1. Declaración

Novedad	Sí:	Reivindicaciones	<u>1-18</u>
	No:	Reivindicaciones	
Actividad Inventiva	Sí:	Reivindicaciones	<u>1-18</u>
	No:	Reivindicaciones	
Aplicabilidad Industrial	Sí:	Reivindicaciones	<u>1-18</u>
	No:	Reivindicaciones	

2. Documentación citada y explicaciones (Regla 70.7):

ver hoja aparte

**INFORME PRELIMINAR INTERNACIONAL
EN RELACIÓN A LA PATENTABILIDAD
(PAGINA ANEXA)**

Solicitud Internacional No.

PCT/EP2006/007337

ÍTEM V

1. Se han considerado los siguientes documentos:

D1: DE 42 00 479 A1
D2: DE 197 48 494 A1
D3: DE 196 33 737 A1
D4: US-A-5 262 328

2. D1 (vea en particular las reivindicaciones) describe una composición de arcilla para ser usada en el tratamiento de aguas servidas usando una composición de arcilla que tiene iones de aluminio y de hierro agregados como componentes separadas (en contraposición a los depositados sobre la arcilla, como en la presente reivindicación 15) y la composición de D1 contiene CaCO_3 , lo cual conduce a un pH de aproximadamente 7,7 (véase ejemplos de D1), en consecuencia, mayor que el rango de 1 a 3 de la presente reivindicación 15.

Más aun, ninguno de los documentos citados de la técnica anterior describe un método para la purificación de jugos crudos de azúcar haciendo uso de una arcilla activada por deposición de un ácido, una sal de hierro y una sal de aluminio.

En consecuencia, las presentes reivindicaciones independientes 1 y 15 satisfacen los requerimientos de novedad (Art. 33 (2) PCT).

3. En vista del problema técnico a resolver (proveer un método alternativo y un absorbente para la purificación de jugos crudos de azúcar) y su solución propuesta (usar una arcilla activada por deposición de un ácido, de una sal de hierro y una sal de aluminio) el objeto en cuestión de las reivindicaciones independientes 1 y 15 no puede ser considerado que involucra una actividad inventiva (Art. 33 (3) PCT) con respecto a cualquiera de los estados de la técnica mas próximos D2-D4 (purificación de jugos crudos de azúcar; no tales absorbentes).

4. La materia en cuestión de las presentes reivindicaciones 1-18 satisfacen los requerimientos del Art. 33 (4) PCT.

REIVINDICACIONES DE PATENTE

1. Método para la purificación de jugos crudos de azúcar obtenidos por extracción de plantas que contienen azúcar, en el cual:
 - se provee un jugo crudo de azúcar;
 - el jugo crudo de azúcar es mezclado con un adsorbente obtenido activando una arcilla, al menos, depositando sobre la arcilla:
 - un ácido;
 - una sal de hierro; y
 - una sal de aluminio;para obtener una mezcla;
 - siendo ajustado el pH dentro de un rango de 6,0 a 8,0 por agregado de Ca(OH)_2 ; y
 - separado de la mezcla un jugo purificado de azúcar.
2. Método según la reivindicación 1, en el cual la arcilla es activada por un ácido seleccionado del grupo que comprende ácido fosfórico y ácido sulfúrico.
3. Método según la reivindicación 1 ó 2, en el cual al menos parte del ácido usado para activar la arcilla está formado por ácido fosfórico.
4. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el ajuste del pH del jugo crudo de azúcar es realizado de manera escalonada ajustando el pH del jugo crudo de azúcar dentro de un rango de 5 a 7, agregando luego el adsorbente y después del agregado del adsorbente ajustar el pH del jugo crudo de azúcar dentro de un rango de 6,0 a 8,0.
5. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual sobre la arcilla se deposita además una sal de calcio.
6. Proceso según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el adsorbente es una tierra decolorante de alto rendimiento.

7. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual después de ajustar el pH la mezcla es calentada hasta una temperatura comprendida entre 80°C hasta el punto de ebullición de la mezcla.
8. Método según la reivindicación 7, en el cual la mezcla es calentada durante un periodo de 5 minutos a 2 horas, preferiblemente 5 minutos a 30 minutos.
9. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la cantidad de adsorbente agregado a la mezcla es seleccionado dentro de un rango de 0,1% en peso a 1% en peso, preferiblemente 0,15% en peso a 0,5% en peso, basado en el jugo crudo de azúcar.
10. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla tiene superficie específica de al menos 30 m²/g.
11. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla activada tiene capacidad de intercambio de cationes de al menos 20 meq/100 g.
12. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla es seleccionada del grupo que comprende arcillas esmectíticas.
13. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la planta que contiene azúcar es una caña de azúcar.
14. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el proceso no comprende una etapa de sulfitación o de carbonación.
15. Adsorbente, el cual comprende una arcilla, sobre la cual se deposita un ácido, una sal de hierro y una sal de aluminio, comprendiendo dicho adsorbente iones de hierro extraíbles con

101

agua calculados como Fe_2O_3 en una cantidad de 0,1 hasta 2% en peso e iones de aluminio calculados como Al_2O_3 en una cantidad de 1 hasta 8% en peso, en el cual una suspensión ~~de la areilla~~ del adsorbente en agua al 10% en peso tiene un pH de 1 hasta 3.

16. Adsorbente según la reivindicación 15, que contiene además iones de fosfato extraíbles con agua.
17. Adsorbente según la reivindicación 15 ó 16, que contiene además iones de calcio extraíbles con agua.
18. Adsorbente según la reivindicación 15, 16 ó 17, que contiene además una poliacrilamida de alto peso molecular.

REIVINDICACIONES

1. Método para la purificación de jugos crudos de azúcar obtenidos por extracción de plantas que contienen azúcar, en el cual:
 - se provee un jugo crudo de azúcar;
 - el jugo crudo de azúcar es mezclado con un adsorbente obtenido activando una arcilla, al menos, depositando sobre la arcilla:
 - un ácido;
 - una sal de hierro; y
 - una sal de aluminio;para obtener una mezcla;
 - siendo ajustado el pH dentro de un rango de 6,0 a 8,0 por agregado de $\text{Ca}(\text{OH})_2$; y
 - separado de la mezcla un jugo purificado de azúcar.
2. Método según la reivindicación 1, en el cual la arcilla es activada por un ácido seleccionado del grupo que comprende ácido fosfórico y ácido sulfúrico.
3. Método según la reivindicación 1 ó 2, en el cual al menos parte del ácido usado para activar la arcilla está formado por ácido fosfórico.

4. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el ajuste del pH del jugo crudo de azúcar es realizado de manera escalonada ajustando el pH del jugo crudo de azúcar dentro de un rango de 5 a 7, agregando luego el adsorbente y después del agregado del adsorbente ajustar el pH del jugo crudo de azúcar dentro de un rango de 6,0 a 8,0.
5. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual sobre la arcilla se deposita además una sal de calcio.
6. Proceso según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el adsorbente es una tierra decolorante de alto rendimiento.
7. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual después de ajustar el pH la mezcla es calentada hasta una temperatura comprendida entre 80°C hasta el punto de ebullición de la mezcla.

8. Método según la reivindicación 7, en el cual la mezcla es calentada durante un periodo de 5 minutos a 2 horas, preferiblemente 5 minutos a 30 minutos.
9. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la cantidad de adsorbente agregado a la mezcla es seleccionado dentro de un rango de 0,1% en peso a 1% en peso, preferiblemente 0,15% en peso a 0,5% en peso, basado en el jugo crudo de azúcar.
10. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla tiene superficie específica de al menos 30 m²/g.
11. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla activada tiene capacidad de intercambio de cationes de al menos 20 meq/100 g.
12. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla es seleccionada del grupo que comprende arcillas esmectíticas.

13. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la planta que contiene azúcar es una caña de azúcar.
14. Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el proceso no comprende una etapa de sulfitación o de carbonación.
15. Adsorbente, el cual comprende una arcilla, sobre la cual se deposita un ácido, una sal de hierro y una sal de aluminio, comprendiendo dicho adsorbente iones de hierro extraíbles con agua calculados como Fe_2O_3 en una cantidad de 0,1 hasta 2% en peso e iones de aluminio calculados como Al_2O_3 en una cantidad de 1 hasta 8% en peso, en el cual una suspensión del adsorbente en agua al 10% en peso tiene un pH de 1 hasta 3.
16. Adsorbente según la reivindicación 15, que contiene además iones de fosfato extraíbles con agua.
17. Adsorbente según la reivindicación 15 ó 16, que contiene además iones de calcio extraíbles con agua.

18. Adsorbente según la reivindicación 15, 16 ó 17, que contiene además una poliacrilamida de alto peso molecular.

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISION DE NUEVAS CREACIONES EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT	
(21) N° de solicitud: 22) Fecha de solicitud:		(51) int. Cl.: C13D 3/00 (71) Solicitante(s) SÜD-CHEMIE AG	
(30) Prioridad	(31) N° Prioridad 05016334.4	32) Fecha 27/07/2005	(33) País EP
		(72) Inventor(es) WERNER ZSCHAU ROSALINA CONDEMARIN JOSE ANTONIO ORTIZ NIEMBRO	
		(74) Apoderado: MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO	
(85) Fecha limite inicio fase nacional:	(86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud: 25/07/2006 N° de solicitud PCT/EP2006/007337		(87) Publicación internacional Fecha: 15/02/2007 N° publicación: WO 2007/017102 A1
(54) Titulo: ADSORBENTE Y METODO PARA LA PURIFICACION DE JUGOS CRUDOS DE AZUCAR			

Reivindicación(es):

- Método para la purificación de jugos crudos de azúcar obtenidos por extracción de plantas que contienen azúcar, en el cual:
 - se provee un jugo crudo de azúcar;
 - el jugo crudo de azúcar es mezclado con un adsorbente obtenido activando una arcilla, al menos, depositando sobre la arcilla:
 - un ácido;
 - una sal de hierro; y
 - una sal de aluminio;para obtener una mezcla;
 - siendo ajustado el pH dentro de un rango de 6,0 a 8,0 por agregado de Ca(OH)₂; y
 - separado de la mezcla un jugo purificado de azúcar.
- Método según la reivindicación 1, en el cual la arcilla es activada por un ácido seleccionado del grupo que comprende ácido fosfórico y ácido sulfúrico.
- Método según la reivindicación 1 ó 2, en el cual al menos parte del ácido usado para activar la arcilla está formado por ácido fosfórico.
- Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el ajuste del pH del jugo crudo de azúcar es realizado de manera escalonada ajustando el pH del jugo crudo de azúcar dentro de un rango de 5 a 7, agregando luego el adsorbente y después del agregado del adsorbente ajustar el pH del jugo crudo de azúcar dentro de un rango de 6,0 a 8,0.
- Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual sobre la arcilla se deposita además una sal de calcio.
- Proceso según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el adsorbente es una tierra decolorante de alto rendimiento.
- Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual después de ajustar el pH la mezcla es calentada hasta una temperatura comprendida entre 80°C hasta el punto de ebullición de la mezcla.
- Método según la reivindicación 7, en el cual la mezcla es calentada durante un periodo de 5 minutos a 2

- horas, preferiblemente 5 minutos a 30 minutos.
- Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la cantidad de adsorbente agregado a la mezcla es seleccionado dentro de un rango de 0,1% en peso a 1% en peso, preferiblemente 0,15% en peso a 0,5% en peso, basado en el jugo crudo de azúcar.
 - Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla tiene superficie específica de al menos 30 m²/g.
 - Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla activada tiene capacidad de intercambio de cationes de al menos 20 meq/100 g.
 - Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la arcilla es seleccionada del grupo que comprende arcillas esmectíticas.
 - Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual la planta que contiene azúcar es una caña de azúcar.
 - Método según una de las reivindicaciones precedentes, en el cual el proceso no comprende una etapa de sulfitación o de carbonación.
 - Adsorbente, el cual comprende una arcilla, sobre la cual se deposita un ácido, una sal de hierro y una sal de aluminio, comprendiendo dicho adsorbente iones de hierro extraíbles con agua calculados como Fe₂O₃ en una cantidad de 0,1 hasta 2% en peso e iones de aluminio calculados como Al₂O₃ en una cantidad de 1 hasta 8% en peso, en el cual una suspensión del adsorbente en agua al 10% en peso tiene un pH de 1 hasta 3.
 - Adsorbente según la reivindicación 15, que contiene además iones de fosfato extraíbles con agua.
 - Adsorbente según la reivindicación 15 ó 16, que contiene además iones de calcio extraíbles con agua.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 08-019684- -00000-0000

Fecha: 2008-02-26 14:45:45 Dep. 2020 NUECREACIONI

Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALI

Act. 411 PRESENTACION Folios: 108



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Delegatura de Propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION

DEL TRÁMITE

	USUARIO	RADICADOR
PATENTE DE INVENCION (X) MODELO DE UTILIDAD ()	(X)	()
- Indicación de que se solicita la concesión de una patente	(X)	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud	(X)	()
- Descripción de la invención	(X)	()
- Dibujos de ser estos pertinentes	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas	(X)	()

COMPLETA (X) INCOMPLETA ()

DISEÑO INDUSTRIAL ()

- Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud	()	()
- Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()

COMPLETA () INCOMPLETA ()

EZQUEMA DE TRAZADO ()

- Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud	()	()
- Representación gráfica del Esquema de Trazado	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()

COMPLETA () INCOMPLETA ()

Firma responsable: 

Fecha:

110

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
CASTELLANOS ABONDANO MARGARITA
Apoderado(a) y/o Representante de
SUD-CHEMIE AG

REFERENCIA	Radicación No.	8 19684
	Solicitud internacional	PCT/EP2006/007337
	Fecha inicio fase nacional	27/02/2008
	Trámite	11
	Evento	379
	Actuación	430
	Oficio No.	4198

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante. (Art. 26-k) Decisión 486.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.

ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha 28 MAR. 2008
jfernand