

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 82201191.2

51 Int. Cl.³: **C 13 F 1/02**

22 Anmeldetag: 23.09.82

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
04.04.84 Patentblatt 84/14

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

71 Anmelder: **CSM SUIKER B.V.**
Nienoord 13 P.O. Box 349
NL-1000 AH Amsterdam(NL)

72 Erfinder: **Van der Poel, Pieter Willem**
Westerkim 7
NL-4841 BP Prinsenbeek(NL)

74 Vertreter: **van der Beek, George Frans et al,**
Nederlandsch Octrooibureau Johan de Wittlaan 15 P.O.
Box 29720
NL-2502 LS Den Haag(NL)

54 **Verfahren zur Erzeugung von Impfkristallen für Zuckersüde.**

57 Erzeugung von Impfkristallen für Zuckersüde durch Versetzen einer Zuckerlösung deren Uebersättigungszahl 1,12 bis 1,20 ist und deren Volumen 1,8 bis 2,2% des Endvolumens ist, mit gemahlenem Zucker dessen Korngröße 5 bis 20 μm ist, Homogenisierung des Gemisches mittels einer Umlaufpumpe und Führung der Kristallisation durch derartige Druckreglung in der Kristallisationsvorrichtung, dass Flüssigkeit verdampft und die Temperatur herabgesetzt wird, wobei die Uebersättigungszahl innerhalb der Grenzen von 1,12 bis 1,20 gehalten wird.

Verfahren zur Erzeugung von Impfkristallen für Zuckersüde.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Erzeugung von Impfkristallen für Zuckersüde durch Versetzen einer hochkonzentrierten Zuckerlösung mit Kristallzucker, gemahlenem Zucker oder einer Zuckersuspension.

5 Das bisher übliche Verfahren wird beispielsweise in R.A. McGinnis' Beet-Sugar Technology, Seiten 404 bis 408 beschrieben. Ein solches Verfahren besteht hauptsächlich in den folgenden Massnahmen,

1. ein Kristallisationsgefäss von 20 bis 60 m³ Rauminhalt wird mit Zuckerlösung in derarter Menge gefüllt, dass das Heizelement be-
10 deckt ist. Die Lösung wird bis Erreichung der zur Kristallbildung beziehungsweise zum Kristallwuchs erforderlichen Uebersättigungszahl eingeengt. Während des Einengens wird durch Zugabe von Zuckerlösung dafür Sorge getragen, dass das Heizelement immer unten bleibt,

2. in der übersättigten Lösung wird mit Pulverzucker, Kristall-
15 zucker oder einer Suspension von gemahlenem Zucker in Isopropanol geimpft,

3. die Uebersättigung wird durch Wasserverdampfung aufrecht er-
halten, demzufolge der erwünschte Kristallwuchs vorgeht. Während-
dessen wird kontinuierlich frische Zuckerlösung zugegeben und wird
20 bis zum Ausfüllen des Gefässes die Uebersättigungszahl möglichst genau durch Wasserverdampfung und die Zugabe von frischer Zuckerlösung gesteuert. In dieser Weise bildet sich eine Masse aus etwa 60 Gew.% Kristallen in einer gesättigten Lösung und

4. beim Erreichen der Fülle des Gefässes wird eine stabile
25 Uebersättigungszahl aufrecht erhalten und wird das Gemisch auf optimale Kristallausbeute kristallisiert.

Zur Förderung der Verdampfung wird bei einem derartigen Verfahren immerhin ein Unterdruck aufrecht erhalten. In erster Stufe des Verfahrens ist es schwer Konglomeration der Kristalle vorzubeugen.
30 Weiterhin bilden sich leicht feine sekundäre Kristalle, die einem grössen Unterschied zufolge eine Inhomogenität des Endproduktes veranlassen.

Zur Eliminierung von Temperatursfluktuationen wird der Unterdruck möglichst konstant gehalten.

35 Ein solches Verfahren wird ebenfalls im kurzem in "De Nederland-



0104277

2

se Suikerindustrie" (1979), Seiten 44 und 45, beschrieben.

In der Praxis wird das Impfen bei einem derartigen Verfahren in einem Kristallisationsgefäss (Kochpfanne) mit einem inneren Heizelement (Dampfkasten) und einem Gesamtrauminhalt von 20-60 m³ mit 5 einem Volumen durchgeführt, wobei der Dampfkasten von übersättigter Lösung überflutet ist. Das erwähnte Volumen ist etwa 30% des Endvolumens der Kristallmasse in der Kochpfanne.

Das Impfen erfolgt dadurch, dass die übersättigte Lösung mit einer Menge von Kristallzucker, Pulverzucker, gemahlenem Zucker oder 10 Zuckersuspension versetzt wird. Die Impfkristalle lösen eine Keimbildung aus, wobei die Bildung der entgültigen Anzahl der Keime von der Zeitdauer des Prozesses und die Uebersättigungszahl der Lösung, in der weiter geimpft wird, bestimmt wird.

Als sich die erforderliche Anzahl von Kristallen gebildet hat, 15 wird die Keimbildung unterbrochen. Diese Unterbrechung erfolgt durch Herabsetzung der Uebersättigungszahl. Diese Herabsetzung kann durch Einziehen einer Menge ungesättigter Zuckerlösung, Einziehen einer Menge von Wasser oder Erhöhung der Temperatur erreicht werden (es wird von Einziehen geredet, weil durch den herrschenden Unterdruck 20 beim Oeffnen eines Ventils aus einem Behälter unter Normaldruck eine Menge von Zuckerlösung, Wasser und dergleichen ins Kristallisationsgefäss hineingezogen wird).

Bei diesem bekannten Verfahren wird das erhaltene Ergebnis durch die Bauart der Kochpfanne und die Erfahrung des Bedienungssach- 25 verständigen bedingt. Manchmal wird ein unregelmässiger Kristall mit einer grossen Anzahl von Konglomeraten und die sehr breite Korngrösseverteilung erhalten. Die letzterwähnten Aspekte sind für die Qualität des Endproduktes ungünstig weil die üblicherweise durch Schleudern durchgeführte Entfernung der Mutterlauge dadurch gehindert 30 wird.

Ein weiterer Nachteil dieses bekannten Verfahrens ist, dass zur Abbrechung der Keimbildung meistens grosse Wassermengen einge- zogen werden müssen, die später auch wieder verdampft werden sollen und demgemäss den Energieaufwand erhöhen.

35 Es wurde jetzt gefunden, dass man Impfkristalle einer viel regelmässigeren Verteilung der Korngrösse dadurch erhalten kann, dass man ein Volumen von 1,8-2,2% des Endvolumens einer Uebersättigungs-

zahl von 1,12-1,20 mit einer Suspension von gemahlenem Zucker einer Korngrösse von 5-20 μm versetzt und dass man den Impfkristall in einem Gefäss ohne Heizelement erzeugt, wobei die Durchmischung mittels einer Umlaufpumpe durchgeführt wird und die Kristallisation 5 dabei dadurch geführt wird, dass man den Druck in der Kristallisationsvorrichtung derart einstellt, dass Flüssigkeit verdampft und die Temperatur herabgesetzt wird, wobei die Druckerniedrigung und/oder die Temperatur derart eingestellt werden, dass die Uebersättigungszahl innerhalb der Grenzen von 1,12-1,20 bleibt.

10 Der Kristallisation zufolge sinkt die Uebersättigungszahl herab. Die Letzte wird jedoch über den Druck in der Kristallisationsvorrichtung gesteuert und zwar derart, dass die Temperatur der Lösung mittels Wasserverdampfung reguliert wird. Die Wasserverdampfung an sich wird mittels des Drucks über die Flüssigkeit reguliert. Wichtig 15 ist dabei, dass im Gegensatz zu der normalen Praxis in dieser Stufe des Prozesses keine Wärme zugeführt wird. Das bei diesem Verfahren zum Impfen angewandte Volumen ist geringer als das übliche Volumen. Vorzugsweise wird eine Herabsetzung der Temperatur um 0,4-1,0°C je Minute, insbesondere 0,6°C je Minute angewandt. Hierbei werden 20 besonders gute Kristalle erhalten.

Bei unseren Versuchen hat es sich herausgestellt, dass man in Kombination mit einem Kristallisationsgefäss von 60 m³ Rauminhalt zweckmässig von einem Volumen von etwa 1 m³ ausgeht. Die Uebersättigungszahl der Zuckerlösung wird genau und zwar beispielsweise 25 auf einen Wert von 1,16 eingestellt. Das Impfen kann hierin mit einer Suspension von gemahlenem Zucker in Isopropanol, zweckmässig mit einer Konzentration von 25-50 Vol.% an Zucker insbesondere 31-35 Vol.% an Zucker, vorzugsweise 33 Vol.% an Zucker durchgeführt werden.

Die Korngrösse des gemahlenen Zuckers in dieser Suspension ist 30 beispielsweise 5-20 μm , insbesondere 8-12 μm .

Die Kristallisation wird dann also derart geführt, dass die Uebersättigung durch Kühlung eingestellt wird. Diese Kühlung wird dadurch erreicht, dass man Flüssigkeit verdampfen lässt, wobei die Verdampfung durch den Druck im Kristallisationsgefäss beherrscht 35 wird.

Bei diesem Verfahren wird die Temperatur der Kochmasse zweck-

mässig auf 75–100°C, insbesondere auf 82–87°C und manchmal auf 85°C gebracht. Die Uebersättigungszahl wird an Hand der Viskosität der Zuckerlösung bestimmt; eine derartige Viskosität beläuft sich um mehrere Hunderte mPa.s.

5 Wann die erwünschte Uebersättigungszahl der Zuckerlösung erreicht worden ist, dann wird mit der Suspension versetzt und die Kochmasse von 85°C bis 75°C abgekühlt. Wie bereits erwähnt worden ist, erfolgt diese Kühlung mittels Verdampfung der Flüssigkeit. Eine solche Verdampfung erfolgt zweckmässig innerhalb einer Zeitspanne von 10 10 bis 30, insbesondere von 17–25 Minuten. Der Druck ist dabei zweckmässig 60 bis 80 Centibar.

Der Unterdruck wird durch die Druckregulierung oben in der Kochpfanne eingestellt, demzufolge die Temperatur danach durch Wasserverdampfung bestimmt wird. Die Regulierung des Unterdrucks wird an 15 Hand eines Computerprogramms bewirkt demzufolge die Kristallisation optimal ist und eine sekundäre Keimbildung möglichst viel unterbunden wird.

Der erhaltene Wasserdampf wird durch Abziehen zur Aufrechterhaltung des Unterdrucks abgeführt. Wann die Kristalle eine Grösse von 20 100 µm erreicht haben, dann kann die Kristallisation weiter durch Wärmezufuhr mittels Dampf fortgesetzt werden.

Mit diesem Verfahren erhält man ein Impfmateriale, dessen Korngrösse etwa 200 µm ist, weil, wie bereits erwähnt worden ist, die Korngrössestreuung relativ klein ist. Die Konstruktion der 25 Vorrichtung ist derart dass sich in dem Wärmeaustauscher durch die Aufwärmung und den Umlauf eine ungesättigte Lösung bildet. Durch Regulierung der Verweilzeit in der ungesättigten Zone und des Ungesättigtheitsgrades wird erreicht, dass die sekundäre Keimbildung dadurch aufgehoben wird, dass die Feinstkristalle sich wieder auf- 30 lösen.

Ebenfalls ergab es sich in der Praxis, dass durch Impfung der üblichen Kochpfannen mit diesem erhaltenen Impfkristall eine regelmässigerere Streuung der Korngrösse im Endprodukt erhalten wird.

Das erfindungsgemässe Verfahren unterscheidet sich darin vom 35 Bekannten, dass das Gesamtprozess gut automatisiert werden kann, ein geringes Impfvolumen von beispielsweise 1 m³ angewandt werden kann, die Lösung mit Kristallen bis 100 µm mittels einer Umlaufpumpe durch-

mischt wird, die Anzahl der Kristalle lediglich durch die Suspensionsmenge bestimmt wird und die Anzahl der Kristalle besser reguliert werden kann, die Uebersättigungszahl durch Kühlung statt Verdampfung mittels Dampf bis Erreichung einer Kristallgrösse von 100 μm 5 reguliert wird, die Anzahl an Konglomeraten zum Minimum zurück gedrängt wird, die kleinen Kristallkeime während der Hochkochung sich in der untersättigten Lösung nach dem Wärmeaustauscher wieder auflösen, wobei die Untersättigung der Lösung mittels a) der Einstellung der Temperaturdifferenz über den Wärmeaustauscher und b) die Stelle 10 des Einziehens des Mischsafts entweder in der Umlaufleitung oder in der Pfanne reguliert werden kann.

Die Verweilzeit in der untersättigten Zone wird durch eine Umlaufpumpe reguliert und ist im allgemeinen 5-25 Sekunden.

Beim anmeldungsgemässen Verfahren kann die Horizontaldurchmischung mittels eines Ruhrwerks reguliert werden, jedoch die Vertikaldurchmischung wird mittels einer Umlaufpumpe erreicht. Falls im Gefäss ein Ruhrwerk angewandt wird, ist dessen Bauart derart dass das Durchmischen schichtweise stattfindet.

Eine geeignete Vorrichtung zur Durchführung des anmeldungsgemässen Verfahrens ist in der beiliegenden Abbildung wiedergegeben, worin 1 der Behälter ist, worin die Impfkristalle erzeugt werden, 2 ein Rührer solcher Bauart ist dass dieser eine schichtweise Durchmischung veranlässt, 3 eine Leitung zum Evakuieren ist woran ein stark herabgesetzter Druck angelegt werden kann und die mit einer 25 Ventil 4 ausgestattet ist, 5 ein Druckmessorgan und 6 ein Temperaturmessorgan ist. 4 und 5 wie auch 6 sind mit einem Organ 7 verbunden, das dafür Sorge trägt, dass ein vorbestimmtes Programm durchgeführt wird. Weiterhin ist der Behälter mit einem Füllhöhemesser 8 und einem Viskositätsmesser 9 ausgestattet. Die Organe 8 und 9 sind wieder mit 30 einem Organ 10 zur Datenverarbeitung verbunden, welches Organ 10 mit dem Organ 7 kombiniert sein kann.

Unterhalb der normalen Flüssigkeitshöhe ist weiterhin eine mit einem Ventil 12 versehene Zufuhr (11) angeordnet, die mit einer Wasserzufuhr 13, einer A-Sirupzufuhr 14 und einer Mischsaftzufuhr 15 35 verbunden ist, welche mit Ventilen 16, 17 beziehungsweise 18 versehen sind, die an sich wieder mit dem Regelorgan 10 verbunden sind. Die Zufuhrleitungen 13, 14 und 15 sind ebenfalls über ein Ventil 19 mit

der am Boden des Gefässes angeordneten Abfuhrleitung 20 verbunden. Die Abfuhrleitung 20 ist zum Aufpumpen der Flüssigkeit mit einer Pumpe 21 versehen, während weiterhin in dieser Leitung ein Wärmeaustauscher 22 angeordnet ist, der zweckmässig in Bauart ein Plattenwärmeaustauscher ist. Dieser Plattenwärmeaustauscher wird über eine mit einem Ventil 24 versehene Dampfleitung 23 beheizt. Das Ventil 24 wird vom Regelorgan 25 gesteuert, das wieder mit den Organen 7 und 10 kombiniert werden kann. Das durch den Wärmeaustauscher 22 geführte Produkt wird über Leitung 26, worin ein mit dem Regelorgan 25 verbundenes Temperaturmessorgan 27 angeordnet ist, nach dem Behälter zurückgeführt. Diese Leitung ist weiterhin mit einem Widerstand 28 von 0,2 Bar ausgestattet.

Schliesslich ist mit dem Gefäss eine Abfuhrleitung 29 verbunden, die mit einem Ventil 30 versehen ist und die zur Ermöglichung der Abfuhr der erhaltenen Suspension aus dem Gefäss dient.

Die verbesserte Kristallqualität beim erfindungsgemässen Verfahren bringt eine Herabsetzung der eingeschlossenen Mutterlaugemenge herbei. Es wird dadurch eine Verbesserung der Qualität des Endproduktes erreicht und der Energieaufwand herabgesetzt während der verbesserten Kristallqualität zufolge weniger Kristallisation erfordert wird.

Die folgende Tabelle vergleicht die Ergebnisse mit Impfkristallen aus einer üblichen Impfkristallerzeugung in einer üblichen Kristallisationsvorrichtung und diejenigen die nach dem erfindungsgemässen Verfahren erhalten werden.

	bekanntes Verfahren	neues Verfahren
% Konglomerate	81,8	13,7
% Achse x 1000	11,8	7,0
mittlere Korngrösse in mm	0,58	0,64

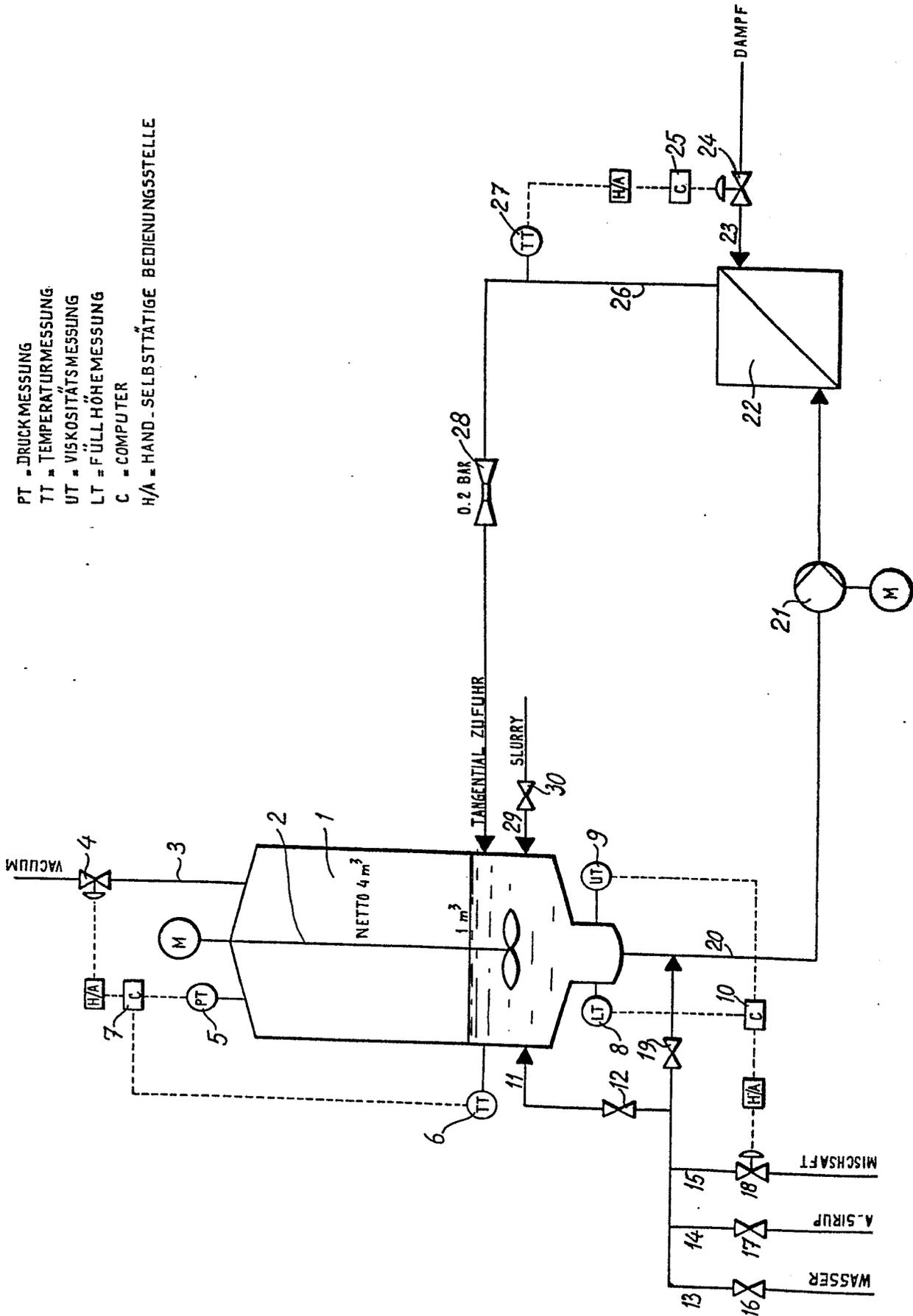
Der herabgesetzte Aschegehalt sowie die kleinere Konglomeratezahl weisen auf die verbesserte Kristallqualität hin.

ANSPRUECHE.

1. Verfahren zur Erzeugung von Impfkristallen für Zuckersüde durch Versetzen einer hochkonzentrierten Zuckerlösung mit Kristallzucker, gemahlenem Zucker oder einer Zuckersuspension, dadurch
5 gekennzeichnet, dass man ein Volumen von 1,8 - 2,2% des Endvolumens einer Uebersättigungszahl von 1,12 bis 1,20 mit einer Suspension von gemahlenem Zucker mit einer Korngrösse von 5 bis 20 μm versetzt, mittels einer Umlaufpumpe homogenisiert und die Kristallisation dabei
dadurch führt, dass man den Druck in der Kristallisationsvorrichtung
derart einstellt, dass Flüssigkeit verdampft und die Temperatur her-
10 abgesetzt wird, wobei die Druckerniedrigung und/oder die Temperatur
derart eingestellt werden, dass die Uebersättigungszahl innerhalb der
Grenzen von 1,12 - 1,20 bleibt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man,
nachdem die Impfkristalle durch Kühlung eine Grösse von 100 μm er-
15 reicht haben, zum Bewirken der weiteren Verdampfung und zum Lösen der
sekundären Kristalle einem ausserhalb der Kristallisationsvorrichtung
angeordneten Wärmeaustauscher Dampf zuführt.

- PT = DRUCKMESSUNG
- TT = TEMPERATURMESSUNG
- UT = VISKOSITÄTSMESSUNG
- LT = FÜLLHÖHEMESSUNG
- C = COMPUTER
- H/A = HAND-SELBSTTÄTIGE BEDIENUNGSSTELLE





EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ²)
A	FR-A-2 073 064 (STAMICARBON) * Ansprüche 1-8 *	1,2	C 13 F 1/02
A	CH-A- 418 260 (BIZET) * Ansprüche; Unteransprüche 1-16 *	1,2	
A	BE-A- 709 700 (AMERICAN SUGAR) * Ansprüche 1-3 *	1,2	
A	INTERNATIONAL SUGAR JOURNAL, Band 79, Nr. 937, Januar 1977, Seiten 10-14 R.F. MADSEN: "Vacuum pan automation and sugar house computer control" * Seiten 10-14 *	1,2	
A	R.A. MCGINNIS: "Beet-sugar technology", 1951, Seiten 404-410, Reinhold Publishing Corporation, New York, USA * Seiten 404-408 *	1,2	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. ²)
			C 13 F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 01-07-1983	Prüfer VAN MOER A.M.J.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN		E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet		D : in der Anmeldung angeführtes Dokument	
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie		L : aus andern Gründen angeführtes Dokument	
A : technologischer Hintergrund			
O : mündliche Offenbarung			
P : Zwischenliteratur			
T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	