

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11

Numéro de publication :

0 147 269
B1

12

FASCICULE DE BREVET EUROPÉEN

45

Date de publication du fascicule du brevet :
20.01.88

51

Int. Cl.⁴ : **C 13 K 1/10, B 01 D 9/00**

21

Numéro de dépôt : **84402321.8**

22

Date de dépôt : **14.11.84**

54

Procédé et installation de production de dextrose cristallisé monohydrate.

30

Priorité : **17.11.83 FR 8318318**

43

Date de publication de la demande :
03.07.85 Bulletin 85/27

45

Mention de la délivrance du brevet :
20.01.88 Bulletin 88/03

84

Etats contractants désignés :
AT BE CH DE GB IT LI NL

56

Documents cités :
BE-A- 727 378
DE-A- 1 642 536
FR-A- 1 154 584
FR-A- 1 295 543
CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 97, no. 14, octobre 1982,
page 86, abrégé no. 111551c, Columbus, Ohio, US; S.
KUCERA: "Apparatus for sugar crystallization"

73

Titulaire : **Roquette Frères**
F-62136 Lestrem (FR)

72

Inventeur : **Bodele, Gilbert**
Chemin de Lombardie Borre
F-59190 Hazebrouck (FR)
Inventeur : **Duflot, Pierrick**
58, rue de Beaupré
F-29253 La Gorgue (FR)
Inventeur : **Valentin, Bernard**
40 bis, rue de Beaupré
F-59253 La Gorgue (FR)
Inventeur : **Huchette, Michel**
63, rue du Maréchal Joffre
F-59660 Merville (FR)

74

Mandataire : **Koch, Gustave et al**
Cabinet PLASSERAUD 84, rue d'Amsterdam
F-75009 Paris (FR)

EP 0 147 269 B1

Il est rappelé que : Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

L'invention a pour objet un procédé et une installation de production de dextrose cristallisé monohydrate.

Il est connu de préparer le dextrose cristallisé monohydrate par refroidissement de sirops riches en dextrose en présence de cristaux de dextrose qui jouent le rôle de germes de cristallisation.

Les procédés connus prévoient la mise en œuvre simultanée de plusieurs dispositifs du genre malaxeurs, disposés horizontalement ou verticalement; ces dispositifs sont équipés de moyens d'agitation et de moyens de régulation de la température propres à établir un gradient de température décroissant dans la masse soumise à la cristallisation, qui comprend le sirop et les germes.

Les derniers développements de ces procédés sont reflétés notamment par le brevet U.S. n° 4.357.172 qui prévoit une préparation en deux étapes; ainsi une première étape, à marche continue, fournit, à la sortie d'un premier malaxeur, un mélange de sirop et de cristaux relativement peu enrichi en cristaux, désigné dans la technique par l'expression « masse cuite à phase pauvre »; celle-ci est ensuite transférée, dans une deuxième étape, à au moins un second malaxeur à marche discontinue et fournissant un mélange fortement enrichi en cristaux qui est désigné par l'expression masse cuite à phase riche »; c'est à partir de cette dernière que sont finalement récupérés les cristaux de dextrose.

Ces procédés ne donnent pas entièrement satisfaction tant du point de vue de la productivité par unité de volume de l'appareillage que de celui du bilan énergétique.

Or, pour faire face aux contraintes notamment économiques toujours plus sévères, la Société Demanderesse a cherché à mettre au point un procédé et une installation du genre en question qui répondent mieux que ceux qui existent déjà aux divers desiderata de la pratique, en particulier précisément du point de vue de la productivité de l'opération de cristallisation par unité de volume de l'appareillage utilisé et du bilan énergétique.

Et elle a trouvé que ce but pouvait être atteint grâce à un procédé du genre en question dans lequel la masse soumise à la cristallisation parcourt de haut en bas, en continu et sous malaxage une zone de cristallisation de direction verticale ou inclinée, dans laquelle est établi un gradient de température globalement décroissant vers le bas, ledit procédé étant caractérisé par le fait

— que l'on alimente la zone de cristallisation au voisinage de son extrémité supérieure, d'une part, en sirop de glucose ayant une richesse en glucose supérieure à 60 % et un taux de matières sèches supérieure à 55 % et, d'autre part, en masse soumise à la cristallisation qui est prélevée et recyclée à partir d'un niveau intermédiaire de la zone de cristallisation, distant de ses extrémités d'au moins un sixième de la longueur totale de ladite zone, la quantité de masse soumise à la

cristallisation et recyclée représentant en volume de 10 à 40 % de la quantité de sirop de glucose introduite dans la zone, et

— que l'on extrait, en continu, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose monohydrate à partir duquel on récupère lesdits cristaux.

Pour mettre en œuvre le susdit procédé, on a recours, conformément à l'invention, à une installation constituée essentiellement d'une enceinte de cristallisation d'axe vertical ou incliné et équipée

— d'un système d'alimentation en sirop de glucose au voisinage de son extrémité supérieure, — d'un système de malaxage et d'un système de régulation de température propres à établir à l'intérieur de l'enceinte et au sein de la masse soumise à la cristallisation contenue dans l'enceinte, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, et

— d'un système d'extraction continue au voisinage de son extrémité inférieure, d'un produit (fortement enrichi en cristaux de dextrose monohydrate) qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système propre à récupérer les cristaux à partir de ce produit, ladite installation étant caractérisée par le fait qu'elle comprend des moyens propres à prélever à un niveau intermédiaire de l'enceinte, distant des extrémités de celle-ci d'au moins un sixième de sa longueur totale, une quantité de masse soumise à la cristallisation qui correspond, en volume, à 10 à 40 % de la quantité de sirop de glucose introduit au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte, lesdits moyens étant, de plus, propres à recycler cette masse dans l'enceinte à un niveau voisin de l'extrémité supérieure de celle-ci.

L'invention vise également d'autres dispositions qui s'utilisent de préférence en même temps et dont il sera plus explicitement question ci-après.

Et elle pourra, de toute façon, être bien comprise à l'aide du complément de description qui suit et du dessin annexé qui sont relatifs à des modes de réalisation avantageux.

La figure unique du dessin montre schématiquement une installation conforme à l'invention.

Se proposant, par conséquent, de produire du dextrose cristallisé monohydrate conformément à l'invention, on s'y prend comme suit ou de façon équivalente.

On utilise comme matière première des sirops de glucose provenant d'une hydrolyse acide et/ou enzymatique de l'amidon, présentant un teneur en matières sèches d'environ 55 à 85 % en poids, le glucose entrant pour au moins 60 % et, de préférence, pour une proportion supérieure à 90 % en poids, dans la constitution sur matières premières sèches du sirop.

Ce sirop concentré est acheminé vers une zone de cristallisation verticale ou inclinée, qu'il par-

court en continu de haut en bas à partir d'un point situé au voisinage de son extrémité supérieure et à l'intérieur de laquelle il est soumis, en présence de cristaux de dextrose jouant le rôle de germes de cristallisation, à un malaxage et à un gradient de température globalement décroissant de haut en bas.

La température du sirop est amenée ou maintenue, au moment de son introduction dans la zone de cristallisation, à une valeur choisie dans l'intervalle de 30 à 70 °C, de préférence de 35 à 55 °C et, dans la pratique, voisine de 40 à 50 °C.

Le gradient de température établi à l'intérieur de la zone de cristallisation au sein de la masse soumise à la cristallisation correspond à une diminution de 0,5 à 5 °C, de préférence de 2 à 4 °C par mètre linéaire de la zone de cristallisation et est tel qu'à la sortie de ladite zone, à un point situé au voisinage de l'extrémité inférieure de celle-ci, la masse soumise à cristallisation qui comprend le sirop, les cristaux initialement présents et ceux formés par le phénomène de cristallisation, se trouve amenée à une température située à l'intérieur d'un intervalle de 15 à 40 °C, de préférence de 20 à 30 °C.

Au fur et à mesure que la masse soumise à la cristallisation se rapproche de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, sa richesse en cristaux de dextrose monohydrate augmente, ladite masse formant à la sortie de la zone une « masse cuite à phase riche ».

L'obtention, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation d'une masse cuite à phase riche qui puisse être extraite en continu sans dérèglement des paramètres du processus de cristallisation, dérèglement qui se répercuterait au niveau de l'étape suivante de séparation de la phase liquide et des cristaux et qui pourrait nécessiter des arrêts intermittents de l'installation, en d'autres termes la mise à la disposition de l'utilisateur d'un procédé permettant d'arriver à une productivité par unité de volume de l'appareillage utilisé jamais atteinte, est rendu possible, conformément à l'invention, grâce au prélèvement, à un niveau intermédiaire de la zone de cristallisation, distant des extrémités de celle-ci d'au moins un sixième de sa longueur totale, d'une fraction de la masse soumise à cristallisation qui est recyclée et réintroduite dans la zone de cristallisation à un niveau voisin de son extrémité supérieure.

La fraction prélevée et recyclée représente, en volume, de 10 à 40 %, de préférence de 25 à 35 % du volume de sirop de glucose alimentant la zone de cristallisation.

Le débit d'alimentation en sirop de glucose est choisi de façon telle que le temps de séjour moyen, statistique ou théorique, d'une fraction donnée de la masse soumise à cristallisation à l'intérieur de la zone de cristallisation est de 10 à 40 heures, de préférence de 20 à 30 heures ; la valeur adoptée dépend des capacités d'échange thermique des moyens comportés par la zone et à l'aide desquels est établi, à l'intérieur de ladite zone au sein de la masse soumise à la cristallisa-

tion, le gradient de température décroissant.

Le niveau intermédiaire auquel est réalisé le prélèvement de la fraction soumise à cristallisation qui est destinée au recyclage, est de préférence distant des extrémités de la zone de cristallisation d'au moins un quart de la longueur totale de celle-ci et, dans la pratique, de l'ordre d'au moins deux cinquièmes de la longueur totale de ladite zone.

La viscosité de la masse soumise à cristallisation qui augmente au fur et à mesure que croît la proportion de cristaux de dextrose monohydrate, c'est-à-dire dans le sens descendant, fait que la zone de cristallisation est, de préférence, équipée de moyens de refoulement ou d'aspiration propres à assurer le cheminement de la masse à l'intérieur de la zone, la gravité seule pouvant être insuffisante.

Par ailleurs, les moyens de malaxage et d'homogénéisation comportés par la zone de cristallisation doivent être agencés de telle sorte que les zones mortes soient évitées et que l'échange thermique entre la masse soumise à cristallisation et les moyens de refroidissement soit globalement de type turbulent.

Le produit extrait de la zone de cristallisation et qui constitue, comme déjà indiqué, une masse cuite à phase riche, comprend des cristaux de dextrose monohydrate d'un spectre granulométrique caractérisé par une faible proportion de fins et de gros cristaux et donc par une forte proportion de cristaux de taille intermédiaire, ce spectre ne variant pas dans le temps, ce grâce à quoi l'étape de traitement suivante, qui consiste à séparer ces cristaux de la phase liquide dans laquelle ils baignent, ne connaît pas de perturbation.

Cette séparation comprend un turbinage et éventuellement un clairçage grâce auxquels on récupère la majeure partie de la phase liquide ; celle-ci forme des hydrols dont la concentration en dextrose est inférieure à celle du sirop de glucose de départ — cette concentration atteint généralement de 70 à 85 % — et dans lesquels on retrouve la presque totalité des di-, tri- et polysaccharides contenus dans le sirop de glucose de départ.

Les hydrols recueillis peuvent être recyclés.

Ceci étant, pour mettre en œuvre le procédé conforme à l'invention, on peut avoir recours à une enceinte unique 1 ayant la forme d'un cylindre de révolution d'axe XY.

L'axe XY est disposé avantageusement suivant la verticale mais peut également être incliné.

L'enceinte est équipée

— d'un système d'alimentation en sirop de glucose au niveau de l'extrémité supérieure de l'enceinte et représenté schématiquement par une canalisation 2,

— d'un système de malaxage et de régulation de la température dont il va être question et

— d'un système d'extraction en continu au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte et schématiquement représenté par une canalisation 3, ce système étant propre à récupérer la masse

cuite à phase riche obtenue à la sortie de la zone de cristallisation ; ce système d'extraction peut comporter des moyens d'aspiration non représentés qui coopèrent à faire parcourir l'enceinte à la masse soumise à la cristallisation.

Le système de malaxage et de régulation de la température dont il est question ci-dessus peut avantageusement comporter

— un ensemble de bras de malaxage 4 portés à intervalles réguliers par un arbre rotatif 5 dont l'axe est confondu avec l'axe XY de l'enceinte,

— des nappes de refroidissement 6 disposées en alternance avec les bras malaxeurs 4 et portées par la paroi de l'enceinte 1, ces nappes de refroidissement étant parcourues par un fluide de refroidissement.

Conformément à l'invention, l'enceinte comporte en outre des moyens globalement représentés en 7 et propres

— à prélever à un niveau intermédiaire 8 de l'enceinte, distant des extrémités de l'enceinte d'au moins un sixième de la longueur totale de l'enceinte, une fraction de la masse M soumise à cristallisation et parcourant l'enceinte de haut en bas et

— à recycler cette fraction à un niveau 9 situé au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte.

La capacité d'échange thermique du système de régulation de température, la vitesse de rotation des moyens de malaxage et la vitesse avec laquelle, sous l'influence des moyens d'aspiration non représentés, la masse soumise à cristallisation parcourt l'enceinte, c'est-à-dire la durée moyenne de séjour d'une fraction donnée de cette masse à l'intérieur de l'enceinte, sont choisies de façon telle que s'établisse, au sein de l'ensemble de la masse soumise à cristallisation, le gradient de température prévu conformément à l'invention.

On signale que, dans la pratique, le fluide de refroidissement est de l'eau et que l'écart moyen de température en un point donné de l'enceinte entre cette eau et la masse soumise à cristallisation, est de l'ordre de 6 à 12 °C.

Exemple 1

On a recours à une installation conforme à l'invention comportant une enceinte cylindrique unique d'un volume utile de 48 m³ pour une hauteur de 8 mètres.

On introduit dans cette enceinte, avec un débit de 1,8 m³ par heure, un sirop de glucose ayant une teneur en matières sèches de 74 % et comprenant 94 % en poids sur matière sèche de glucose, les 6 % restants étant constitués par des polysaccharides.

La température du sirop à l'entrée de l'enceinte est d'environ 50 °C.

Simultanément on recycle, avec un débit de 0,5 m³ par heure, une fraction de la masse en cours de cristallisation prélevée à un niveau sensiblement médian de l'enceinte.

La durée de passage moyen à l'intérieur de

l'enceinte d'une fraction donnée de la masse soumise à la cristallisation est d'environ 25 heures.

La masse cuite à phase riche extraite au niveau de l'extrémité inférieure de l'enceinte se trouve à une température voisine de 25 °C, le gradient de température globalement décroissant de haut en bas correspondant donc à environ 3,2 °C par mètre.

La teneur en glucose des hydrols récupérés après séparation des cristaux de dextrose monohydrate est de 84 % sur matières sèches, le complément à 100 étant constitué par les polysaccharides.

Le rendement de cristallisation qui est donné par la formule :

$$r = A - H/100 - H$$

dans laquelle

— A est la richesse en glucose du sirop d'alimentation,

— H la richesse de l'hydrol, s'établit à 62,5 %.

On produit par jour 26,6 tonnes de dextrose monohydrate, ce qui correspond à une productivité de 0,55 tonne par jour et par m³ de l'enceinte.

Ce résultat doit être rapproché de celui que l'on obtient lors de la cristallisation du même sirop de glucose dans un réacteur horizontal dont la productivité s'établit à 0,3 tonne par m³ de l'enceinte et par jour.

De plus, il ne se produit aucune perturbation nécessitant l'arrêt de l'installation qui fonctionne en continu.

Les cristaux recueillis après turbinage et clairage présentent d'excellentes propriétés physiques et chimiques.

Ces cristaux sont d'une pureté de 99,5 %, leur indice d'écoulement est bon et leur répartition granulométrique est la suivante :

cristaux de taille supérieure à 100 μm	38 %
cristaux de taille comprise entre 60 et 80 μm	16 %
cristaux de taille comprise entre 80 et 100 μm	18 %

Exemple 2 (comparatif)

On utilise l'appareillage et les conditions opératoires de l'exemple 1.

Toutefois, à un moment donné, après un certain nombre d'heures de fonctionnement, on prélève la fraction recyclée non plus à un niveau intermédiaire mais à un point de l'enceinte situé dans le dernier sixième de la hauteur totale.

On assiste alors rapidement à une évolution des paramètres de la cristallisation qui se manifeste au bout de quelques jours par une mauvaise séparation au niveau des turbines et qui finit par nécessiter l'arrêt de l'installation et l'évacuation de la masse qu'elle contient avant redémarrage dans les conditions conformes à l'invention.

Revendications

1. Procédé de production de dextrose cristallisé monohydrate dans lequel la masse soumise à la cristallisation parcourt de haut en bas, en continu et sous malaxage une zone de cristallisation de direction verticale ou inclinée, dans laquelle est établi un gradient de température globalement décroissant vers le bas, caractérisé par le fait

— que l'on alimente la zone de cristallisation au voisinage de son extrémité supérieure, d'une part, en sirop de glucose ayant une richesse en glucose supérieure à 60 % et un taux de matières sèches supérieure à 55 % et, d'autre part, en masse soumise à la cristallisation qui est prélevée et recyclée à partir d'un niveau intermédiaire de la zone de cristallisation, distant de ses extrémités d'au moins un sixième de la longueur totale de ladite zone, la quantité de masse soumise à la cristallisation et recyclée représentant en volume de 10 à 40 % de la quantité de sirop de glucose introduite dans la zone, et

— que l'on extrait, en continu, au voisinage de l'extrémité inférieure de la zone de cristallisation, un produit fortement enrichi en cristaux de dextrose monohydrate à partir duquel on récupère lesdits cristaux.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la fraction de masse soumise à la cristallisation qui est prélevée et recyclée représente en volume de 25 à 35 % du volume de sirop de glucose alimentant la zone de cristallisation.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que le niveau intermédiaire auquel est réalisé le prélèvement de la fraction soumise à cristallisation qui est destinée au recyclage, est de préférence distant des extrémités de la zone de cristallisation d'au moins un quart de la longueur totale de celle-ci et, dans la pratique, de l'ordre d'au moins deux cinquièmes de la longueur totale de ladite zone.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait

— que la température du sirop est amenée ou maintenue, au moment de son introduction dans la zone de cristallisation, à une valeur choisie dans l'intervalle de 30 à 70 °C, de préférence de 35 à 55 °C et, dans la pratique, voisine de 40 à 50 °C,

— que le gradient de température établi à l'intérieur de la zone de cristallisation au sein de la masse soumise à la cristallisation correspond à une diminution de 0,5 à 5 °C, de préférence de 2 à 4 °C par mètre linéaire de la zone de cristallisation, et

— qu'à la sortie de ladite zone, à un point situé au voisinage de l'extrémité inférieure de celle-ci, la masse soumise à cristallisation qui comprend le sirop, les cristaux initialement présents et ceux formés par le phénomène de cristallisation, se trouve amenée à une température située à l'intérieur d'un intervalle de 15 à 40 °C, de préférence de 20 à 30 °C.

5

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que le temps de séjour moyen, statistique ou théorique, d'une fraction donnée de la masse soumise à cristallisation à l'intérieur de la zone de cristallisation est de 10 à 40 heures, de préférence de 20 à 30 heures.

10

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que le sirop de glucose servant de matière première présente une teneur en matières sèches d'environ 55 à 85 % en poids, le glucose entrant pour au moins 60 % et, de préférence, pour une proportion supérieure à 90 % en poids, dans la constitution sur matières sèches du sirop.

15

7. Installation de production de dextrose cristallisé, constituée essentiellement d'une enceinte (1) de cristallisation d'axe vertical ou incliné et équipée

20

— d'un système d'alimentation (2) en sirop de glucose au voisinage de son extrémité supérieure,

— d'un système de malaxage (4,5) et d'un système de régulation de température (6) propres à établir à l'intérieur de l'enceinte et au sein de la masse soumise à la cristallisation contenue dans l'enceinte, un gradient de température globalement décroissant de haut en bas, et

25

— d'un système d'extraction (3) continue au voisinage de son extrémité inférieure, d'un produit qui est acheminé par des moyens appropriés vers un système propre à récupérer les cristaux à partir de ce produit,

30

caractérisée par le fait qu'elle comprend des moyens (7) propres à prélever à un niveau intermédiaire (8) de l'enceinte (1), distant des extrémités de celle-ci d'au moins un sixième de sa longueur totale, une quantité de masse soumise à la cristallisation qui correspond, en volume, à 10 à 40 % de la quantité de sirop de glucose introduit au voisinage de l'extrémité supérieure de l'enceinte (1), lesdits moyens (7) étant, de plus, propres à recycler cette masse dans l'enceinte à un niveau (9) voisin de l'extrémité supérieure de celle-ci.

40

45

Claims

50

1. Process for the production of crystalline dextrose monohydrate in which the mass subjected to crystallization traverses from above downwards, continuously and under malaxation, a crystallization zone of vertical or inclined direction, in which is established a temperature gradient globally decreasing downwards, said process being characterized by the fact

55

— that the crystallization zone is supplied in the vicinity of its upper end, on the one hand with glucose syrup having a glucose richness higher than 60 % and a dry matter content above 55 % and, on the other hand with mass subjected to crystallization which is taken up and recycled from an intermediate level of the crystallization zone, spaced from its ends by at least one sixth of the total length of said zone, the amount of mass subjected to crystallisation and recycled repre-

60

65

senting by volume from 10 to 40 % of the amount of glucose syrup introduced into the zone, and — that, in the vicinity of the lower end of the crystallization zone, there is extracted continuously a product highly enriched in dextrose monohydrate crystals from which said crystals are recovered.

2. Process according to claim 1, characterized by the fact that the fraction of mass subjected to crystallization which is taken up and recycled represents by volume from 25 to 35 % of the volume of the glucose syrup supplying the crystallization zone.

3. Process according to one of claims 1 and 2, characterized by the fact that the intermediate level at which is carried out the taking up of the fraction subjected to crystallization intended for recycling, is preferably spaced from the extremities of the crystallization zone by at least one quarter of the total length of the latter and, in practice, of the order of at least two-fifths of the total length of said zone.

4. Process according to one claims 1 to 3, characterized by the fact

— that the temperature of the syrup is brought or maintained, at the moment of its introduction into the crystallization zone, to or at a value selected in the range from 30 to 70 °C, preferably from 35 to 55 °C and, in practice, close to 40 to 50 °C,

— that the temperature gradient established inside the crystallization zone within the mass subjected to crystallization corresponds to a reduction of 0.5 to 5 °C, preferably of 2 to 4 °C per linear meter of the crystallisation zone, and

— that at the exit from said zone, at a point situated in the vicinity of the lower end of the latter, the mass subjected to crystallization which comprises the syrup, the crystals initially present and those formed by the crystallization phenomenon, is brought to a temperature situated within an interval of 15 to 40 °C, preferably of 20 to 30 °C.

5. Process according to one of claims 1 to 4, characterized by the fact that the statistical or the orethical mean dwell-time of a given fraction of the mass subjected to crystallization inside the crystallization zone is 10 to 40 hours, preferably 20 to 30 hours.

6. Process according to one of claims 1 to 5, characterized by the fact that the glucose syrup serving as raw material has a content of dry matter of about 55 to 85 % by weight, the glucose forming at least 60 % and, preferably, a proportion higher than 90 % by weight, of the dry matter of the syrup.

7. Installation for the production of crystalline dextrose constituted essentially by a crystallization vessel (1) of vertical or inclined axis and equipped

— with a supply system (2) for glucose syrup in the vicinity of its upper end,

— a malaxation system (4, 5) and a temperature regulation system (6) adapted to establish inside the vessel and within the mass subjected to

crystallization contained in the vessel, a temperature gradient globally decreasing from above downward,

— with a continuous extraction system (3) in the vicinity of its lower end, for a product which is led by suitable means to a suitable system for recovering crystals from this product,

said installation being characterized by the fact that it comprises means (7) adapted to take up at an intermediate level (8) of the vessel (1), spaced from the extremities of the latter by at least one sixth of its total length, an amount of mass subjected to crystallization which corresponds, by volume, to 10 to 40 % of the amount of glucose syrup introduced in the vicinity of the upper end of the vessel (1), said means (7) being in addition adapted to recycle this mass into the vessel at a level (9) in the vicinity of the upper end of the latter.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von als Monohydrat kristallisierter Dextrose, bei welchem die der Kristallisation unterworfenene Masse kontinuierlich von oben nach unten und unter Maischen eine vertikal ausgerichtete oder geneigte Kristallisationszone durchläuft, in welcher ein Temperaturgradient herrscht, der insgesamt von oben nach unten abnimmt, dadurch gekennzeichnet, daß man

— die Kristallisationszone in der Nähe ihres oberen Endes einerseits mit einem Glucosesirup, der einen Glucosegehalt von mehr als 60 % und einen Gehalt an Trockensubstanz von mehr als 55 % aufweist, und andererseits mit einer der Kristallisation bereits unterworfenen Masse beschickt, welche aus einem mittleren Niveau der Kristallisationszone entnommen und in den Kreislauf rückgeführt wird, wobei dieses mittlere Niveau um eine Distanz von den Enden der Kristallisationszone entfernt ist, welche wenigstens ein Sechstel der Gesamtlänge der genannten Zone beträgt, und wobei die Menge der der Kristallisation bereits unterworfenen und in den Kreislauf rückgeführten Masse 10 bis 40 Vol.-%, bezogen auf die in die Kristallisationszone eingeführte Menge an Glucosesirup, beträgt, und

— daß man kontinuierlich in der Nähe des unteren Endes der Kristallisationszone ein Produkt abzieht, welches an Dextrose-Monohydratkristallen stark angereichert ist und aus welchem man die genannten Kristalle gewinnt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der der Kristallisation bereits unterworfenen Masse, welcher Anteil entnommen und in den Kreislauf rückgeführt wird, 25 bis 35 Vol.-% des in die Kristallisationszone eingebrachten Glucosesirups beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das mittlere Niveau, bei welchem die Entnahme des bereits der Kristallisation unterworfenen Anteils erfolgt, welcher Anteil für das Rückführen in den Kreislauf bestimmt ist,

vorzugsweise von den Enden der Kristallisationszone um eine Distanz entfernt ist, welche wenigstens ein Viertel der Gesamtlänge der Kristallisationszone beträgt, und welche in der Praxis in der Größenordnung von wenigstens zwei Fünfteln der Gesamtlänge der genannten Zone liegt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß

— die Temperatur des Sirups zum Zeitpunkt seiner Einführung in die Kristallisationszone auf einen Wert gebracht oder auf einem Wert gehalten wird, der in den Bereich von 30 bis 70 °C, vorzugsweise von 35 bis 55 °C, fällt, und in der Praxis in der Nähe von 40 bis 50 °C liegt,

— der Temperaturgradient, der im Inneren der Kristallisationszone und inmitten der der Kristallisation unterworfenen Masse herrscht, einem Temperaturabfall von 0,5 bis 5 °C, vorzugsweise von 2 bis 4 °C, je Linearmeter der Kristallisationszone entspricht, und

— daß am Ausgang der genannten Zone, und zwar an einem Punkt, der sich in der Nähe des unteren Endes dieser Zone befindet, die der Kristallisation unterworfenen Masse, welche den Sirup, die anfänglich bereits vorhandenen Kristalle und die auf Grund des Kristallisationsvorganges gebildeten Kristalle umfaßt, auf eine Temperatur gebracht worden ist, welche in einem Bereich von 15 bis 40 °C, vorzugsweise von 20 bis 30 °C fällt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die statistische oder theoretische mittlere Verweilzeit eines gegebenen Anteils der der Kristallisation im Inneren der Kristallisationszone unterworfenen Masse 10 bis 40 Stunden, vorzugsweise 20 bis 30 Stunden, beträgt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der als Ausgangsmaterial eingesetzte Glucosesirup einen Gehalt an Trockensubstanz von etwa 55 bis 85 Gew.-%

aufweist, wobei die Glucose wenigstens 60 % und vorzugsweise einen höheren Anteil als 90 Gew.-% der Zusammensetzung der Trockensubstanz des Sirups ausmacht.

5 7. Vorrichtung zur Herstellung von kristallisierter Dextrose, welche Vorrichtung im wesentlichen aus einem Kristallisator (1) mit vertikaler oder geneigter Achse besteht, welcher Kristallisator (1) ausgestattet ist mit :

10 — einem Beschickungssystem (2) für Glucosesirup in der Nähe seines oberen Endes ;

— einem Maischsystem (4, 5) und einem Temperaturregelungssystem (6), welche geeignet sind, im Inneren des Kristallisators und inmitten der im Kristallisator enthaltenen, der Kristallisation unterworfenen Masse einen insgesamt von oben nach unten abnehmenden Temperaturgradienten aufzubauen, und

20 — mit einem System (3) zum kontinuierlichen Abziehen, in der Nähe des unteren Endes des Kristallisators, eines Produktes, welches dann durch geeignete Mittel zu einem System befördert wird, welches für die Gewinnung der Kristalle aus diesem Produkt geeignet ist,

25 dadurch gekennzeichnet, daß der Kristallisator (1) Einrichtungen (7) enthält, welche für die Entnahme einer Menge der der Kristallisation unterworfenen Masse, welche Menge 10 bis 40 Vol.-% der in der Nähe des oberen Endes des Kristallisators (1) eingeführten Menge an Glucosesirup entspricht, geeignet sind, und zwar für die Entnahme aus einem mittleren Niveau (8) des Kristallisators (1), welches mittlere Niveau (8) von den

30 Enden des Kristallisators um eine Distanz entfernt ist, welche wenigstens einem Sechstel der Gesamtlänge des Kristallisators (1) entspricht, wobei die genannten Einrichtungen (7) außerdem für die Rückführung dieser Masse in den Kreislauf und in den Kristallisator auf einem Niveau (9), welches sich in der Nähe des oberen Endes des

40 Kristallisators (1) befindet, geeignet sind.

45

50

55

60

65

7

