



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 1 279 745 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
**29.01.2003 Patentblatt 2003/05**

(51) Int Cl.7: **C13F 1/02**, C13G 1/00,  
C13F 1/12, C13F 1/14,  
B01D 9/00

(21) Anmeldenummer: **02015121.3**

(22) Anmeldetag: **06.07.2002**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR  
IE IT LI LU MC NL PT SE SK TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

- **Huwer, Thomas**  
**52457 Aldenhoven (DE)**
- **Kohnke, Jürgen, Dr.**  
**50996 Köln (DE)**
- **Zingsheim, Oliver, Dr.**  
**50354 Hürth (DE)**

(30) Priorität: **19.07.2001 DE 10135079**  
**28.08.2001 DE 10142027**

(74) Vertreter:  
**Werner, Hans-Karsten, Dr.Dipl.-Chem. et al**  
**Patentanwälte**  
**Von Kreisler-Selting-Werner**  
**Postfach 10 22 41**  
**50462 Köln (DE)**

(71) Anmelder: **PFEIFER & LANGEN**  
**50933 Köln (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Bruhns, Martin, Dr.**  
**50189 Elsdorf (DE)**

(54) **Verfahren zur chargenweisen Herstellung von grossen Zuckerkrystallen und Vorrichtung zur Durchführung desselben**

(57) Das Verfahren zur chargenweisen Herstellung von grossen Zuckerkrystallen mit Kristallgrößen über 5 mm, vorzugsweise über 8 mm durch Verdampfungskristallisation in einem Kristallisationsbehälter, erfolgt in der Weise, dass zwischen den wachsenden Zuckerkrystallen und der übersättigten Zuckerlösung eine Relativbewegung hergestellt wird, welche die wachsenden Zuckerkrystalle in der Schwebe hält und die Relativbewegung hergestellt wird ohne mechanisch bewegte Teile im Kristallisationsbehälter durch einen aufwärtsge-

richteten Strom der Zuckerlösung, wobei die durch Verdampfung aus dem System abgeführte Wassermenge gesteuert wird durch die Wärmezufuhr in die Zuckerlösung und die Wärmezufuhr so gesteuert wird, dass die Übersättigung der Zuckerlösung erhalten bleibt.

Die Vorrichtung weist als besonderes Merkmal einen beheizbaren Siebboden auf sowie eine Abtrennvorrichtung für neugebildetes Feinkorn in einem strömungsberuhigten Auffanggefäß.

**EP 1 279 745 A1**

## Beschreibung

**[0001]** Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur chargenweisen Herstellung von großen Zuckerkrystallen mit Kristallgrößen über 5 mm, vorzugsweise über 8 mm durch Verdampfungskristallisation in einem Kristallisationsbehälter, wobei zwischen den wachsenden Zuckerkrystallen und der übersättigten Zuckerlösung eine Relativbewegung hergestellt wird, welche die wachsenden Zuckerkrystalle in der Schwebelage hält, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens. Große Zuckerkrystalle über 5 mm, durch spezielle Kristallisationsverfahren aus konzentrierten, reinen Zuckerlösungen hergestellt, werden auch Kandiszucker genannt.

**[0002]** Bei besonderen Anwendungen des Zuckers kommt es darauf an, dass sich der Zucker langsam auflöst und sich erst langsam eine hohe Konzentration bzw. der süße Geschmack einstellt. Hierfür wird nach wie vor Kandiszucker mit Kristallgrößen über 5 mm, vorzugsweise sogar über 8 mm eingesetzt.

**[0003]** Die Herstellungsverfahren für Zuckerkrystalle mit Kristallgrößen über 5 mm, vorzugsweise über 8 mm, entwickelten sich aus der Kristallisation an Fäden, welche, in übersättigte Zuckerlösungen eingebracht, ein langsames und gleichmäßiges Wachsen der Zuckerkrystalle ermöglichen. Die Fäden verbleiben dabei jedoch in den Zuckerkrystallen, was von Verbrauchern als störend empfunden wird. Für Kandis ohne Fäden sind daher seit ca. 100 Jahren verschiedene Herstellungsverfahren entwickelt und eingesetzt worden; vgl. AT 35 841.

**[0004]** Bei der Kristallisation von Zucker aus übersättigten Lösungen entstehen je nach Verfahrensbedingungen mehr oder weniger feinkörnige Produkte und unter gewissen anderen Bedingungen feste Agglomerate von Kristallen verschiedener Größe, die mechanisch aufgebrochen grobkörnig anfallen. Diese Produkte haben die unregelmäßige Form von Mahlgut und nicht die regelmäßige monoklin sphenoidale Form von Zuckerkrystallen, die für den Verbraucher ein Zeichen von Qualität und Reinheit darstellt.

**[0005]** Aus der Patentliteratur der Jahre 1896 bis 1910 sind eine Reihe von mehr oder weniger aufwendigen und umständlichen Verfahren zur Herstellung von Kandis bekannt, d.h. grobkristallinem Zucker. Eine Zusammenfassung dieser Patentliteratur findet sich in der Zeitschrift des Vereins der deutschen Zuckerindustrie 62, (1912) Seiten 1212 bis 1228. Später hinzugekommen ist noch das deutsche Patent 239906, welches eine Bodenausbildung für Kristallisationsgefäße beschreibt. Hierbei wird durch einen mechanischen Rührer am Boden des Kristallisationsgefäßes die übersättigte Zuckerlösung von oben nach unten befördert und derartig in das Gemisch aus Zuckerlösung und Kristallen eingeführt, dass die Zuckerkrystalle aufgewirbelt beständig in Bewegung gehalten werden und wodurch die Reibung an den Gefäßwänden verringert wird. Dieses Verfahren

wird im Prinzip noch heute zur Herstellung von Zuckerkrystallen ohne Fäden verwendet, jedoch gelingt es hiermit nur außerordentlich schwierig, Kristallgrößen über 5 mm zu erzeugen.

**[0006]** Da die spezifische Oberfläche der Kristalle (Fläche/Kristallmasse) mit zunehmendem Kristalldurchmesser abnimmt, nehmen die Schwierigkeiten der Steuerung der Kristallisation mit der Kristallgröße zu. Der Wasserentzug aus der Lösung, durch den die Übersättigung als Triebkraft der Kristallisation erzeugt wird, sollte nicht größer sein als die bei der gegebenen Kristalloberfläche mögliche Kristallisationsrate. Bei den bestehenden Verfahren wird das Gleichgewicht nicht eingehalten. Dadurch entstehen unerwünschte Kristallkeime, die die Ausbeute an großen Kristallen verringern und deren Qualität mindern.

**[0007]** Weiterhin ist das Verfahren nach Wulf und Bock bekannt, bei dem eine längere, flache Wanne mit Impfkristallen in schaukelnder Bewegung gehalten wird. Die Ausbeute beträgt aber nur 18 bis 20 % der eingebrachten Zuckermenge; vgl. Technologie des Zuckers, M. & H. Schaper Hannover, 1968, Seiten 491 und 492.

**[0008]** Aus der DD 294 731 ist ein Verfahren zur Herstellung von fadenlosem Kandis bekannt, bei welchem eine außerhalb des Kristallisationsgefäßes kontinuierlich regenerierte, ständig übersättigte heiße Saccharoselösung im Kreislauf geführt wird, wobei während des Kristallisierungsvorganges bei konstanter Temperatur Impfkristalle im Gleich- oder Gegenstrom zugegeben werden. Die in der im Kreislauf geführten Saccharoselösung wachsenden Saccharosekrystalle werden nach Erreichen der gewünschten Kristallgröße durch Sieben abgetrennt. Auch dieses Verfahren führt zu einer relativ starken mechanischen Belastung der Zuckerkrystalle und somit nicht oder nur mit sehr geringen Ausbeuten zu den gewünschten großen Zuckerkrystallen.

**[0009]** Auch das Verfahren gemäß DE-B-1172200 führt nur zu Kristallkonglomeraten und nicht zu den gewünschten großen Kristallen.

**[0010]** Die Erfindung hat sich somit die Aufgabe gestellt, ein Verfahren zur Herstellung von großen Zuckerkrystallen mit Kristallgrößen über 5 mm, vorzugsweise über 8 mm zur Verfügung zu stellen, bei dem durch Verdampfungskristallisation in einem Kristallisationsbehälter zwischen den wachsenden Zuckerkrystallen und der übersättigten Zuckerlösung eine Relativbewegung hergestellt wird, welche die wachsenden Zuckerkrystalle in der Schwebelage hält, jedoch durch weitere Maßnahmen dafür gesorgt wird, dass der Kristallisationsprozess so gesteuert wird, dass Störungen durch Keimbildung minimiert werden, damit die eingebrachten Zuckerkrystalle sicher die Größe erreichen, die sonst nur in schlechten Ausbeuten erreichbar war.

**[0011]** Die Aufgabe wird jetzt dadurch gelöst, dass die Relativbewegung hergestellt wird ohne mechanisch bewegte Teile im Kristallisationsbehälter durch einen aufwärtsgerichteten Strom der Zuckerlösung, welcher die wachsenden Zuckerkrystalle in der Schwebelage hält, wobei

die durch Verdampfung aus dem System abgeführte Wassermenge gesteuert wird durch die Wärmezufuhr in die Zuckerlösung und die Wärmezufuhr so gesteuert wird, dass die Übersättigung der Zuckerlösung erhalten bleibt.

**[0012]** Vorzugsweise wird dabei dafür gesorgt, dass in der Zuckerlösung neugebildetes Feinkorn abgetrennt wird und somit nicht das weitere Wachstum der großen Zuckerkristalle stören kann.

**[0013]** Da die Oberfläche der wachsenden Zuckerkristalle zunehmend größer wird, wächst auch die Menge des aus der Lösung entfernten Zuckers. Dies wird vorzugsweise dazu ausgenutzt, die Produktionsgeschwindigkeit zu erhöhen, indem die Geschwindigkeit des aufwärtsgerichteten Stromes der Zuckerlösung mit zunehmender Größe der wachsenden Zuckerkristalle erhöht wird.

**[0014]** Um die Übersättigung in der Lösung als Triebkraft für die Kristallisation aufrecht zu erhalten, muss Wasser aus der Lösung entfernt werden. Vorzugsweise erfolgt dies beim erfindungsgemäßen Verfahren durch Verdampfung bei Unterdruck. Die durch die Verdampfung verbrauchte Wärmemenge wird durch entsprechende Wärmezufuhr in die Zuckerlösung geliefert, wobei ein geringer Teil auch durch die freiwerdende Kristallisationswärme zur Verfügung steht. Das erfindungsgemäße Verfahren ist in der Lage, mit hoher Ausbeute große Zuckerkristalle zu liefern mit Kristallgrößen bis 25 mm.

**[0015]** Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens dient vorzugsweise eine Vorrichtung bestehend aus

- a) einem senkrecht stehenden Kristallisationsbehälter mit
- b) einer unteren Zuführung für die übersättigte Zuckerlösung,
- c) einem beheizbaren Siebboden,
- d) einem Überlauf in ein Auffanggefäß mit größerem Durchmesser als der Kristallisationsbehälter, welcher Einbauten zur Strömungsberuhigung aufweist,
- e) einer Rückföhrleitung mit Pumpe für die Zuckerlösung vom Auffanggefäß zur unteren Zuföhrung des Kristallisationsbehälters,
- f) einer Abföhrung im oberen Teil des Auffanggefäßes für Wasserdampf
- g) einer Zuföhröffnung im oberen Teil des Auffanggefäßes für Impfkristalle
- h) eine Entleerungsöffnung oberhalb des Siebbodens für die fertigen Zuckerkristalle

i) Mess- und Steuerungseinrichtungen für Temperatur, Wärmezufuhr und Fließgeschwindigkeit der Zuckerlösung.

5 **[0016]** Der erfindungsgemäße Kristallisationsbehälter weist am oberen Ende einen Überlauf auf in ein Auffanggefäß mit einem größeren Durchmesser als der Kristallisationsbehälter, was bereits zu einer Verlangsamung der Strömungsgeschwindigkeit föhrt. Durch Einbauten zur Strömungsberuhigung föhrt dies zu einer Sedimentation von neugebildetem Feinkorn, welches sich am Boden des Auffanggefäßes sammeln kann und somit nicht mehr das Kristallwachstum der großen Zuckerkristalle stören kann.

10 **[0017]** Durch Messung der Temperatur, der Wärmezufuhr und der Fließgeschwindigkeit der Zuckerlösung ist es möglich, das gesamte System so zu steuern, dass in möglichst kurzer Zeit ungestört große Zuckerkristalle mit Kristallgrößen über 5 mm und auch deutlich über 8 mm entstehen können, so dass Kristallgrößen zur Verfügung gestellt werden, die sonst nur in schlechten Ausbeuten erzielt werden könnten.

## 25 Patentansprüche

1. Verfahren zur chargenweisen Herstellung von großen Zuckerkristallen mit Kristallgrößen über 5 mm, vorzugsweise über 8 mm durch Verdampfungskristallisation in einem Kristallisationsbehälter, wobei zwischen den wachsenden Zuckerkristallen und der übersättigten Zuckerlösung eine Relativbewegung hergestellt wird, welche die wachsenden Zuckerkristalle in der Schwebe hält, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Relativbewegung hergestellt wird ohne mechanisch bewegte Teile im Kristallisationsbehälter durch einen aufwärtsgerichteten Strom der Zuckerlösung, wobei die durch Verdampfung aus dem System abgeführte Wassermenge gesteuert wird durch die Wärmezufuhr in die Zuckerlösung und die Wärmezufuhr so gesteuert wird, dass die Übersättigung der Zuckerlösung erhalten bleibt.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** aus dem Strom der übersättigten Zuckerlösung neugebildetes Feinkorn abgetrennt wird.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Geschwindigkeit des aufwärtsgerichteten Stroms der Zuckerlösung mit zunehmender Größe der wachsenden Zuckerkristalle erhöht wird.
4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Verdampfung des Wassers bei Unterdruck erfolgt.

5. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Ansprüchen 1 bis 4 bestehend aus

- a) einem senkrecht stehenden Kristallisationsbehälter mit 5
- b) einer unteren Zuführung für die übersättigte Zuckerlösung,
- c) einem beheizbaren Siebboden, 10
- d) einem Überlauf in ein Auffanggefäß mit größerem Durchmesser als der Kristallisationsbehälter, welcher Einbauten zur Strömungsberuhigung aufweist, 15
- e) einer Rückführleitung mit Pumpe für die Zuckerlösung vom Auffanggefäß zur unteren Zuführung des Kristallisationsbehälters, 20
- f) einer Abführung im oberen Teil des Auffanggefäßes für Wasserdampf
- g) einer Zuführöffnung im oberen Teil des Auffanggefäßes für Impfkristalle 25
- h) eine Entleerungsöffnung oberhalb des Siebbodens für die fertigen Zuckerkristalle
- i) Mess- und Steuerungseinrichtungen für Temperatur, Wärmezufuhr und Fließgeschwindigkeit der Zuckerlösung. 30

35

40

45

50

55



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X,D	DE 11 72 200 B (TINTELOT GEB) 11. Juni 1964 (1964-06-11)	1,3	C13F1/02
A	* Ansprüche; Abbildung 1 *	5	C13G1/00
	---		C13F1/12
			C13F1/14
X	EP 0 163 184 A (PFEIFER & LANGEN) 4. Dezember 1985 (1985-12-04)	1,3,4	B01D9/00
A	* Seite 1 - Seite 4; Abbildung 1 *	5	
	* Seite 10, Zeile 28 - Seite 12, Zeile 4 *		
	---		
X	FR 1 455 919 A (SOCIETE DES RAFFINERIES DE SUCRE DE SAINT-LOUIS) 5. Januar 1967 (1967-01-05)	1,3	
A	* Abbildung *	5	
	---		
A	US 5 223 040 A (DE CREMOUX JACQUES) 29. Juni 1993 (1993-06-29)	1-5	
	* Spalte 3, Zeile 8 - Spalte 4, Zeile 15; Abbildungen 1,2 *		
	---		
A	US 4 004 886 A (THIJSSSEN HENRICUS A C ET AL) 25. Januar 1977 (1977-01-25)	1-5	
	* Ansprüche; Abbildungen 1,2 *		
	---		
A	FR 838 690 A (QUINT & FLAMANT REUNIS ETS) 13. März 1939 (1939-03-13)	1-5	C13F
	* Abbildung *		C13G
	---		B01D
	---		
A,D	DD 294 731 A (INST FORSCH RATION ZUCKERIND) 10. Oktober 1991 (1991-10-10)	1-5	
	* Seite 2; Anspruch; Beispiel 1 *		
	-----		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
MÜNCHEN	5. Dezember 2002	Muller, I	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet		E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder	
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer		nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	
anderen Veröffentlichung derselben Kategorie		D : in der Anmeldung angeführtes Dokument	
A : technologischer Hintergrund		L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument	
O : mündliche Offenbarung		& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes	
P : Zwischenliteratur		Dokument	

EPO FORM 1503 03/82 (F04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 02 01 5121

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am

Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

05-12-2002

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 1172200	B	11-06-1964	BE	644404 A	15-06-1964
			NL	6401900 A	31-08-1964
EP 0163184	A	04-12-1985	DE	3420001 A1	05-12-1985
			EP	0163184 A2	04-12-1985
FR 1455919	A	05-01-1967	CH	447980 A	30-11-1967
			BE	664923 A	03-12-1965
			DE	1567295 A1	17-12-1970
US 5223040	A	29-06-1993	FR	2669510 A1	29-05-1992
			AT	132910 T	15-01-1996
			CA	2055793 A1	23-05-1992
			DE	69116325 D1	22-02-1996
			DE	69116325 T2	04-07-1996
			DK	488839 T3	09-04-1996
			EP	0488839 A1	03-06-1992
			ES	2081454 T3	01-03-1996
US 4004886	A	25-01-1977	NL	6918686 A	15-06-1971
			NL	7002961 A	06-09-1971
			AT	317850 B	10-09-1974
			BE	760140 A1	10-06-1971
			CA	919578 A1	23-01-1973
			CH	524382 A	30-06-1972
			DE	2061111 A1	24-06-1971
			DK	130047 B	16-12-1974
			ES	386356 A1	16-03-1973
			FR	2073064 A5	24-09-1971
			GB	1322197 A	04-07-1973
			IL	35793 A	25-10-1973
			JP	56051803 B	08-12-1981
			LU	62210 A1	14-05-1971
			NO	128252 B	22-10-1973
			OA	3541 A	30-03-1971
			SE	388362 B	04-10-1976
			ZA	7008207 A	29-09-1971
FR 838690	A	13-03-1939	KEINE		
DD 294731	A	10-10-1991	DD	294731 A5	10-10-1991

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82