



(11) **EP 2 253 363 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
24.11.2010 Patentblatt 2010/47

(51) Int Cl.:
B01D 9/00 (2006.01) **B01D 9/02** (2006.01)
C13F 1/02 (2006.01) **C13F 3/00** (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **10162806.3**

(22) Anmeldetag: **14.05.2010**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO SE SI SK SM TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
BA ME RS

(30) Priorität: **18.05.2009 DE 102009021766**

(71) Anmelder: **Nordzucker AG**
38100 Braunschweig (DE)

(72) Erfinder:
• **Ekelhof, Bernhard**
38104, Braunschweig (DE)
• **Heppner, Stefan**
38114, Braunschweig (DE)
• **Wullbrandt, Dieter**
38321, Groß Denkte (DE)

(74) Vertreter: **Ahrens, Gabriele**
Patentanwälte Einsele & Kollegen
Jasperallee 1A
38102 Braunschweig (DE)

(54) **Verfahren zur Herstellung von Saatkristallen für die Zucker-Fabrikation sowie Zusammensetzung enthaltend Saatkristalle für den Einsatz bei der Zucker-Fabrikation**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Saatkristallen zur Impfung von Saccharoselösungen für die Zuckerfabrikation, wobei die Saatkristalle durch Kühlungskristallisation aus einer übersättigten Saccharoselösung erhalten werden, die

Verwendung der erhaltenen Saatkristall-Suspension als Impfung in der Zuckerfabrikation sowie eine Saatkristall-Suspension für die Zuckerfabrikation.

EP 2 253 363 A1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Saatkristallen für die Fabrikation von Zucker, die Verwendung der erfindungsgemäß hergestellten Saatkristalle in der Zuckerfabrikation sowie eine Zusammensetzung enthaltend die erfindungsgemäß hergestellten Saatkristalle.

[0002] Haushaltszucker oder Kristallzucker ist chemisch betrachtet Saccharose, ein Disaccharid aufgebaut aus Dimeren bestehend aus Glukose und Fruktose. Hauptquellen für Saccharose sind Zuckerrohr und Zuckerrüben, wobei in gemäßigten Breiten wie in Deutschland Zuckerrüben angebaut werden.

[0003] Zur Zuckergewinnung werden diese Rohstoffe zerkleinert und die Saccharose in wässriger Lösung daraus gewonnen. Aus der wässrigen Lösung wird dann der Zucker auskristallisiert.

[0004] Verfahren zur Herstellung von Zucker sind zahlreich beschrieben. Beispielsweise ist in WO 2009/049391 A1 ein Verfahren zur Herstellung von Kristallzucker in hoher Reinheit beschrieben, wobei gemäß diesem Verfahren von einer Rohzuckerlösung ausgegangen wird, die aus Zuckerrohr oder Zuckerrüben gewonnen worden ist. Diese Rohzuckerlösung wird einem Kristallisator bei einer Temperatur von 78 °C bis 120 °C zugesetzt, wobei in einer ersten Stufe durch Erhitzen der Rohzuckerlösung eine übersättigte Lösung hergestellt wird. Die übersättigte Lösung wird dann schrittweise unter Kristallisation abgekühlt. Im Ergebnis werden reine Zuckerkristalle in einer Größe von 0,3 bis 1 mm erhalten. Gemäß einer Ausführungsform kann der gesättigten Rohzuckerlösung in der ersten Stufe eine Saatkristallsuspension zugesetzt werden. Über die Herstellung und Zusammensetzung dieser Saatkristallsuspension finden sich jedoch keine Angaben.

[0005] Das US-Patent 5,989,351 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von braunem Zucker. Anders als bei der Herstellung von weißem Zucker wird hierbei die Molasse, die in dem Rohrzuckersaft beziehungsweise Zuckerrübensaft enthalten ist, nicht abgetrennt.

[0006] Dabei sollen für die Ernährung förderliche Inhaltsstoffe der Molasse beibehalten werden. Jedoch ist eine Behandlung zur Einstellung des Geschmacks erforderlich. Hierzu wird gemäß dem US-Patent der rohe Zuckersaft zunächst filtriert, der pH auf einen Wert von 5,0 bis 6,0 eingestellt und zur Einstellung der Reinheit Zucker oder flüssiger Zucker zugesetzt. Der erhaltene Zuckersirup wird dann einer üblichen Kristallisation unterzogen, wobei der Zuckersirup zunächst unter Erwärmung aufkonzentriert und anschließend zur Kristallisation abgekühlt wird.

[0007] Nach dem US-Patent wird die Abkühlung unter Einwirkung von Scherkräften ausgeführt, um so ein Zuckergranulat zu erhalten.

[0008] Auch dieses Verfahren betrifft die Herstellung von Zucker, nicht jedoch ein Verfahren zur Herstellung einer Saatkristallsuspension für die Zuckererzeugung.

[0009] Bei der großtechnischen Kristallisation von Saccharose kann die Kristallgröße durch Zugabe einer bestimmten Menge eines sogenannten "Saatgutes" gesteuert werden. Das Saatgut kann in Form einer Suspension von Saatkristallen in einem geeigneten Dispergiermedium, das heißt einer Flüssigkeit, vorliegen. Das Dispergiermedium ist dabei so zu wählen, dass es einerseits die Saatkristalle aus Saccharose nicht löst und andererseits für Lebensmittel geeignet ist.

[0010] Durch Zugabe des Saatgutes soll die mittlere Kristallgröße und die Gleichförmigkeit des erhaltenen Zuckers gesteuert werden. Hierfür ist es erforderlich, dass die Saatkristalle im Saatgut eine möglichst gleichförmige Größe und Gestalt aufweisen.

[0011] Das Saatgut wird außerhalb des Kristallisationsprozesses des Zuckers hergestellt und am Saatpunkt der übersättigten Saccharoselösung für die Zuckerfabrikation zugesetzt. Die kleinen Kristalle des Saatgutes wachsen dann über eine oder mehrere Kristallisationsstufen bis auf die gewünschte mittlere Endkristallgröße aus.

[0012] Es ist bekannt, Saatgut in Form einer sogenannten Slurry herzustellen. Dabei wird eine Zucker/Isopropanol-Suspension nass vermahlen. Beispielsweise werden bei der Nassvermahlung in einer Kugelmühle je Charge 1 kg Raffinade-Zucker mit einer Kristallgröße von 0,2 bis 0,7 mm zusammen mit 2,2 l Isopropanol vermahlen. Die Mahldauer ist hier auf 4 Stunden festgelegt.

[0013] Die so hergestellte Slurry hat einen definierten Kristallgehalt von 33 %. Die Kristallgröße beträgt etwa 10 µm mit einer vergleichsweise breiten Teilchengrößenverteilung.

[0014] Bei einer durch Vermahlung hergestellten Slurry handelt es sich um ein Mahlgut, das heißt die erhaltenen kleinen Saccharoseteilchen sind Bruchstücke und Kristallsplitter, aber keine ganzen Kristalle. Aufgrund der gebrochenen Oberflächen können sich die Kristallbruchstücke sehr leicht ineinander verhaken. Diese ineinander verhakten Kristallbruchstücke würden ohne weitere Vorbehandlung in einem Kristallisator zur unerwünschten Kristallaggregatbildung führen. Daher besteht die Notwendigkeit, die Slurry vor Zugabe zu der Saccharoselösung einer ausreichend hohen Scherwirkung auszusetzen, um die zusammenhängenden Kristallbruchstücke wieder zu vereinzeln.

[0015] Aufgrund von Untersuchungen (Buchholz und Schliephake 1988) ist hierfür eine spezifische Rührwerksleistung von mindestens 10 kW/m³ unmittelbar vor Zugabe des Saatgutes zur Saccharoselösung notwendig, um den Aggregatanteil hinreichend verringern zu können.

[0016] Weiter wird zur Erhöhung der Dispergierwirkung der Zusatz von Viskositätserhöhenden Mitteln empfohlen. Wie das Dispergiermedium dürfen auch diese Dispergiermittel einerseits die Saatkristalle nicht lösen, und müssen andererseits für den Nahrungsmittelbereich geeignet sein. Üblicherweise wird hierfür Glycerin eingesetzt.

[0017] Glycerin hat aber den Nachteil, dass es hygroskopisch ist und unbehandelt einen hohen Anteil an Wasser enthält, der die Saatkristalle lösen würde. Daher muss vor Zusatz von Glycerin zu der Slurry das Wasser im Glycerin mit Saccharose gesättigt werden.

[0018] Insgesamt zeichnet sich das vorstehend beschriebene Verfahren durch einen hohen Arbeitsaufwand und viele Fehlermöglichkeiten aus, die eine genaue Einhaltung der Abläufe und deren Überwachung erfordern.

[0019] Eine weitere am Markt unter dem Handelsnamen "Seed Crystal Fondant" vertriebene Slurry enthält gleichfalls gemahlene Kristallbruchstücke. Mit einer Größe von 7 μm sind die darin erhaltenen Kristallbruchstücke erheblich kleiner als vorstehend beschrieben und sollen eine engere Verteilung aufweisen. Die Dispergierung ist hier offensichtlich durch den Einsatz von speziellen Emulgatoren verbessert. Die gegenüber der vorstehend beschriebenen Slurry geringere mittlere Kristallgröße führt nach der d^3 -Regel zu einer geringeren erforderlichen Slurrymenge, da für die Impfung der Saccharoselösung die Anzahl der zugesetzten Saatkristalle, nicht aber deren Masse von Bedeutung ist. Allerdings wird dieser Vorteil durch den geringeren Kristallgehalt von lediglich 19 % in der Slurry relativiert. Die Emulgatoren verhindern eine Sedimentation der Saatkristalle und erleichtert so eine exakte Dosierung des Saatgutes zur Saccharoselösung.

[0020] Ein weiteres Verfahren zur Herstellung einer Slurry ist von Krapka (1989) beschrieben. Hierbei wird die Nassvermahlung mit Alkohol durchgeführt und anschließend der Alkohol gegen ein Pflanzenöl ausgetauscht. Auch dieses Verfahren weist die prinzipiellen Nachteile einer Slurryherstellung durch Nassvermahlung auf und hat sich in der Praxis nicht durchgesetzt.

[0021] Gemäß einem weiteren Ansatz werden die Saatkristalle aus einer leicht übersättigten Saccharoselösung durch Einsatz eines Ultraschallfeldes gewonnen (Qui Tai-Quin 1993).

[0022] Bei diesem Verfahren werden in den Verdichtungspunkten des Schallfeldes Kristallkeime durch Kompression gebildet. Dieses Verfahren hat den Vorteil, dass nicht Kristallbruchstücke, sondern ganze Kristalle erhalten werden. Darüber hinaus ist die Mutterlösung als gesättigte Saccharoselösung hochviskos, so dass eine schnelle Sedimentation der Kristalle verhindert wird. Nachteilig bei diesem Verfahren ist jedoch, dass es nur schwer kontrollierbar ist. Zudem kann die Slurry nicht über einen längeren Zeitraum gelagert werden, da die kleinen Kristalle in der Lösung verschwinden und größere Kristalle weiterwachsen. Dieses als "Oswald-Reifung" bezeichnete Phänomen führt im Zeitverlauf zu deutlich weniger, aber dafür um so größeren Kristallen in der Lösung. Größere Kristalle im Saatgut haben den Nachteil, dass dann nach der d^3 -Regel auch größere Mengen an Saatgut am Saatpunkt der Saccharoselösung zugegeben werden müssen.

[0023] Es war Aufgabe der vorliegenden Erfindung,

ein Verfahren zur Herstellung von Saatgut für die Zuckerfabrikation sowie ein entsprechendes Saatgut bereitzustellen, mit dem die vorstehend aufgezeigten Nachteile überwunden werden können.

5 **[0024]** Insbesondere war es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein derartiges Verfahren bereitzustellen, mit dem kontrollierbar ein Saatgut erhalten werden kann, das ganze Kristalle als Saatkristalle aufweist, die eine geringe mittlere Größe und enge Teilchengrößenverteilung
10 aufweisen.

[0025] Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren zur Herstellung eines Saatgutes mit ganzen Saccharose-Saatkristallen für die Zuckerfabrikation, wobei eine Mischung aus Saccharose und Wasser hergestellt wird, die
15 erhaltene Mischung unter Auflösung der Saccharose im Wasser bis zum Siedepunkt erhitzt wird, gegebenenfalls der Trockensubstanzgehalt der Lösung durch Halten am Siedepunkt unter Verdunstung von Wasser eingestellt wird, die erhitzte Lösung unter Kristallisation der Saatkristalle auf 50 °C oder weniger abgekühlt wird, und wobei sich aufgrund der Abkühlung in der Lösung eine Übersättigung aufbaut, die die Kristallisation der Saatkristalle auslöst.

[0026] Eine wässrige Saccharoselösung siedet bei
25 über 100 °C, wobei die Siedetemperatur mit Zunahme des Trockensubstanzgehalts infolge der Verdunstung von Wasser ansteigt.

[0027] Erfindungsgemäß erfolgt damit die Erzeugung der kleinen Saccharosekristalle, die später als Saatkristalle eingesetzt werden, durch eine Kühlungskristallisation, wobei durch die Abkühlung in der Lösung eine Übersättigung auftritt, die durch spontane Keimbildung abgebaut wird.

[0028] Der Saccharosegehalt der erhitzten Lösung, gegebenenfalls nach Einstellung des Trockensubstanzgehalts, sollte 70 Gew% oder mehr, vorzugsweise zwischen 75 und 85 Gew%, betragen.

[0029] Der Saccharosegehalt der Mischung sollte nicht zu gering sein, um eine unnötig lange Zeitdauer der Trockensubstanzgehalteneinstellung in der heißen Lösung zu vermeiden. Vorzugsweise enthält die Mischung mindestens 60 Gew% Saccharose.

[0030] Die Größe der Saatkristalle sollte 30 μm nicht übersteigen und insbesondere 18 μm oder kleiner sein.

[0031] Wie vorstehend im Rahmen der Diskussion des Standes der Technik erwähnt, ist für die Kristallisation von Zucker aus einer Saccharoselösung die Anzahl der Saatkristalle, nicht aber deren Größe entscheidend. Je größer die Saatkristalle sind, um so höher ist die Masse,
40 die der Saccharoselösung für die Zuckerkristallisation zugesetzt werden muss, um eine entsprechende Anzahl an Saatkristallen zu erhalten. Diese größere Masse ist jedoch aus ökonomischer Sicht nachteilig.

[0032] Die Größe der erhaltenen Saatkristalle sowie deren Anzahl lässt sich über die gewählten Bedingungen der Abkühlung, wie Zeitdauer und Endtemperatur steuern.

[0033] Saatkristalle in einer geeigneten Größe und An-

zahl können erhalten werden, wenn die vorstehend genannte Lösung innerhalb von 2 Stunden oder weniger, vorzugsweise innerhalb von 1 Stunde oder weniger, und insbesondere bevorzugt innerhalb von 15 bis 40 min auf 50 °C oder weniger abgekühlt wird. Vorzugsweise erfolgt die Abkühlung auf 50 °C bis 30 °C.

[0034] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wird eine Slurry, das heißt Suspension, erhalten, in der die Saatkristalle in einer saccharosehaltigen wässrigen Lösung dispergiert vorliegen.

[0035] Zur Vermeidung einer vorzeitigen Sedimentation der Saatkristalle, die für deren weitere Verwendung als Impfgut für eine Saccharoselösung zur Zuckerherstellung nachteilig wäre, können geeignete Emulgatoren zugesetzt werden, wie sie in der Zuckerfabrikation für diese Zwecke allgemein bekannt sind. Beispielsweise kann Invertzucker zur Stabilisierung zugesetzt werden. Prinzipiell kann ein beliebiger handelsüblicher Invertzucker eingesetzt werden.

[0036] Gemäß einer weiteren Ausführungsform kann ein viskositätserhöhendes Mittel zugesetzt werden. Beispiele für viskositätserhöhende Mittel sind oligomere oder polymere Kohlenhydrate wie Glukosesirup, Polydextrose, Dickungsmittel wie zum Beispiel Xanthan, Johannisbrotkernmehl oder andere viskositätserhöhende Mittel wie sie für die Kristallisation bekannt und geeignet sind.

[0037] Der Zusatz des viskositätserhöhenden Mittels oder von Invertzucker kann bereits bei der Herstellung der Mischung aus Saccharose und Wasser erfolgen. Gute Effekte werden bei einem Gehalt von viskositätserhöhendem Mittel beziehungsweise Invertzucker von 5 bis 25 Gew% (bezogen auf den Trockensubstanzgehalt), insbesondere 8 bis 12 Gew.%, bezogen auf die Mischung aus Wasser und Saccharose (vor Erwärmung der Mischung), erhalten.

[0038] Die Obergrenze ist hier nicht weiter kritisch, jedoch würde ein höherer Anteil an viskositätserhöhendem Mittel beziehungsweise Invertzucker keine signifikant verbesserte Wirkung zeigen, jedoch andererseits den Saccharosegehalt und damit den Gehalt an Saatkristallen in der fertigen Suspension herabsetzen.

[0039] Das erfindungsgemäße Verfahren der Erzeugung von Saatkristallen für die Saccharoseherstellung mittels Kühlungskristallisation durch spontane Keimbildung ähnelt der Fondant-Produktion, sodass für das erfindungsgemäße Verfahren bestehende Fondant-Anlagen eingesetzt werden können. Handelsübliche Fondant-Anlagen umfassen einen Kocher zur Herstellung der Saccharoselösung sowie einen Schneckenförderer, der mit einem Kühlmantel umgeben ist, zur Abkühlung der erwärmten Saccharoselösung.

[0040] Nachstehend wird die vorliegende Erfindung anhand eines Beispiels näher erläutert werden, wobei für dieses Beispiel die bestehende Fondant-Anlage in einem Werk der Nordzucker AG eingesetzt wurde.

[0041] Es wird kristalline Saccharose in Wasser in einem Mengenverhältnis von 2:1 gelöst und anschließend

10 Gew% Glukosesirup mit der Produktbezeichnung GS3980H der Syral S.A. mit einem Trockensubstanzgehalt von 80 % zugesetzt. Anschließend wird die erhaltene Mischung in einem Kocher bei einer Temperatur von ca. 113 °C auf einen Trockensubstanzgehalt von 83,5 % eingedickt. Sobald der gewünschte Trockensubstanzgehalt erhalten worden ist, wird die heiße Lösung in einen Schneckenförderer eingeführt, der mit einem Kühlmantel umgeben ist. Durch diesen Kühlmantel strömt kaltes Wasser, um die Lösung abzukühlen. In Folge der Abkühlung baut sich in der Lösung eine Übersättigung auf, die eine spontane Keimbildung auslöst. Die Abkühlung erfolgt innerhalb von 20 min auf 40 °C. Im Ergebnis werden Zuckerkristalle mit einer mittleren Größe von 11 µm ± 2 µm erhalten. Die Menge an Saatkristallen beträgt am Ende der Kühlungskristallisation üblicherweise 40 bis 60 Gew%.

[0042] Um daher Kühlwasser mit einer möglichst tiefen Temperatur zu erhalten, beziehungsweise nach Durchlauf durch den Schneckenförderer zur Wiederverwendung rückzukühlen, kann eine Kältemaschine in den Kühlkreislauf zwischengeschaltet werden.

[0043] Selbstverständlich kann anstelle von Wasser jedes andere geeignete Kühlmittel eingesetzt werden.

[0044] Da sich erfindungsgemäß die Kristalle spontan aus der Lösung herausbilden, wird als Ergebnis der Kühlungskristallisation eine Kristallsuspension erhalten, die aus ganzen Kristallen und nicht aus Kristallbruchstücken besteht. Ganze Kristalle im Saatgut führen zu deutlich geringeren Anteilen an unerwünschten Kristallaggregaten bei der nachfolgenden Zuckerherstellung.

[0045] Im Ergebnis der Kühlungskristallisation wird eine Suspension von kleinen Saccharosekristallen in einer gesättigten Saccharoselösung erhalten. Bekanntermaßen unterliegt die Phasengrenze zwischen Kristalloberfläche und Lösung sehr dynamischen Prozessen. Permanent gehen Saccharosemoleküle aus der Kristalloberfläche in die Lösung und umgekehrt. Diese Prozesse werden noch verstärkt, wenn die Kristallsuspension gerührt, gepumpt oder anderweitig bewegt wird oder auch nur längerfristig Temperaturschwankungen ausgesetzt wird. Dies führt zur Oswald-Reifung, wobei sich die kleinen Kristalle auflösen und die großen Kristalle weiterwachsen. Am Ende bleiben nur wenige große Kristalle übrig, die als Saatkristalle ungeeignet sind.

[0046] Zur Unterbindung der Oswald-Reifung muss die Saccharoselösung, in denen die Saatkristalle dispergiert sind, gegen eine andere Nicht-Saccharoselösung ausgetauscht werden. Allerdings ist eine Trennung der Lösung von den Kristallen mittels mechanischer Mittel wie Zentrifugation aufgrund der Kleinheit der Kristalle in der für den großtechnischen Einsatz geforderten Menge von Tonnen nicht möglich.

[0047] Erfindungsgemäß wird dieses Problem gelöst, indem zumindest ein Teil der in Lösung vorliegenden Saccharosemoleküle chemisch umgewandelt, und somit dem vorstehend beschriebenen Prozess entzogen werden.

[0048] Die chemische Umwandlung eines Teils der gelösten Saccharose führt dazu, dass sich ein kleiner Teil der Saatkristalle wieder auflöst, so dass der Gehalt an Saatkristallen verringert wird. Allerdings ist in der erhaltenen Saatkristall-suspension die Ostwald-Reifung unterbunden, was den Nachteil der Reduzierung des Saatkristallgehalts bei weitem aufwiegt.

[0049] Im Prinzip ist jede chemische Umwandlung geeignet, die die Saccharose in Verbindungen beziehungsweise Umwandlungsprodukte überführt, die die technische Zuckerkristallisation nicht stören oder beeinflussen und vorzugsweise für Lebensmittel geeignet sind.

[0050] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform wird hierzu ein Teil der gelösten Saccharosemoleküle invertiert, das heißt, die Saccharose in Lösung wird in ihre Bestandteile, Glukose und Fruktose (auch als Invertzucker bezeichnet) gespalten. Da Invertzucker nicht in die Saccharosekristalle eingebaut werden kann, wird der Prozess der Ostwald-Reifung je nach Umfang der Umwandlung ganz oder zumindest stark unterdrückt. Ein Austausch der Lösung ist daher nicht mehr erforderlich, erfindungsgemäß erfolgt lediglich eine Transformation.

[0051] Die erfindungsgemäß bevorzugte Invertierung der Saccharose in Lösung kann grundsätzlich auf zwei verschiedene Arten erfolgen. Die Invertierung kann durch spezielle Enzyme, die sogenannten Invertasen, erfolgen oder durch säurekatalysierte Hydrolyse. Für die säurekatalysierte Hydrolyse wird die Lösung durch Zugabe einer Säure auf einen geeigneten pH-Wert abgesenkt.

[0052] Allerdings hat die enzymatische Invertierung den Nachteil, dass die Enzyme in der Lösung verbleiben. Dies bedeutet, dass sie zusammen mit den Saatkristallen in den Zuckerprozess eingebracht werden und dort gegebenenfalls weiterwirken können.

[0053] Erfindungsgemäß bevorzugt ist daher die säurekatalysierte Hydrolyse.

[0054] Nachdem der Saccharosegehalt in der Lösung soweit reduziert worden ist, dass die Ostwald-Reifung auf ein gewünschtes Maß reduziert wird, wird die Hydrolyse durch Erhöhung des pH-Wertes gestoppt. Die Unterbrechung der Hydrolyse beziehungsweise Invertierung, ist erforderlich, da die Saccharosekonzentration in Lösung nicht so weit abgesenkt werden darf, dass infolge des Phasengleichgewichts die Saatkristalle wieder in Lösung gehen.

[0055] Im Allgemeinen hat es sich als ausreichend erwiesen, den Saccharosegehalt der Suspension um ca. 15 bis 25 Gew.% zu reduzieren.

[0056] Es hat sich gezeigt, dass bis zur Beendigung der Umwandlung die Zuckerkristalle in der Suspension noch etwas wachsen können, so dass die endgültigen Saatkristalle eine geringfügig größere mittlere Größe aufweisen, als die bei der Kristallisation erhaltenen Zuckerkristalle.

[0057] Nachstehend wird ein Beispiel für eine säurekatalysierte Invertierung der gemäß dem vorstehenden Beispiel erhaltenen Saatkristall-Suspension zur besse-

ren Veranschaulichung der vorliegenden Erfindung beschrieben.

[0058] Für die säurekatalysierte Hydrolyse wird der pH-Wert der Kristallsuspension, der ca. pH 7 beträgt, durch Einrühren von schwacher Schwefelsäure (2,0 %) auf einen pH-Wert von 2 bis 3 abgesenkt. Anschließend wird die angesäuerte Saatkristallsuspension über einen Zeitraum von mehreren Stunden aufbewahrt, bis ein Invertzuckergehalt von 20 % erreicht worden ist. Der Anstieg des Invertzuckergehalts kann durch ein Prozessrefraktometer erfasst werden, da sich der Invertzuckergehalt durch einen Anstieg des Trockensubstanzgehalts der Lösung bemerkbar macht. Dann wird zur Neutralisierung 25%-ige Natronlauge zugegeben bis ein pH-Wert von etwa 9 erhalten worden ist.

[0059] Die im Ergebnis erhaltene Saatkristallsuspension hat folgende Zusammensetzung:

25 Gew.% Saatkristalle, 16 Gew.% Wasser, 29 Gew.% gelöste Saccharose,
20 Gew.% Invertzucker als chemisches Umwandlungsprodukt und 10 Gew.% Glukosesirup
Die mittlere Größe der Saatkristalle beträgt $16 \mu\text{m} \pm 2 \mu\text{m}$.

[0060] Die fertige Saatkristall-Suspension kann für den Transport in eine Zuckerfabrik und für die Lagerung in Behälter einer geeigneten Größe abgefüllt werden. Sie kann in diesen Behältern gelagert und vertrieben werden und ist jederzeit einsatzbereit für den Zusatz zu einer Saccharoselösung für die Zuckerfabrikation.

[0061] Es hat sich gezeigt, dass die Sedimentation der Saatkristalle über mehrere Monate hinweg lediglich gering ist.

[0062] Die Handhabung in den Zuckerfabriken ist sehr einfach. Beispielsweise können die Saatkristalle über eine Ringleitung den dafür vorgesehenen Kristallisatoren zugeführt werden.

[0063] Erfindungsgemäß wird damit ein Verfahren zur Verfügung gestellt, mit dem kontrollierbar eine Saatkristall-Suspension erhalten werden kann, die ganze Saccharosekristalle enthält, und die vorteilhaft als Saatgut Saccharoselösungen für die Zuckerfabrikation zugesetzt werden kann. Erfindungsgemäß ist es auch nicht erforderlich, in der Saatkristall-Suspension das Dispergiermedium auszutauschen beziehungsweise die Saatkristalle auf mechanische Art und Weise zu entfernen. Das erfindungsgemäße Saatgut enthält keinen Alkohol oder Dispergierungsmittel wie Glycerin. Damit werden in den Zuckerkristallisationsprozess keine Additive eingeführt, die gegebenenfalls Probleme verursachen könnten.

Literaturliste

[0064]

Buchholz, K.; Schliephake, D. Zuckerindustrie 113 (1988) 361,379

Qiu Tai-quin Int. Sugar J. 95 (1993) 513-519
Grabka, J. Zuckerindustrie 114 (1989) 467-468

Invertierung durch Neutralisierung der Lösung unter Zusatz von einer Base gestoppt wird.

Patentansprüche

- 1.** Verfahren zur Herstellung eines Saatgutes für die Zuckerfabrikation, wobei das Saatgut ganze Saccharose-Saatkristalle enthält und wobei eine Mischung aus Saccharose und Wasser hergestellt wird, die erhaltene Mischung unter Auflösung der Saccharose im Wasser bis zum Siedepunkt erhitzt wird, gegebenenfalls der Trockensubstanzgehalt der Lösung durch Halten der Lösung am Siedepunkt unter Verdunstung des Wassers eingestellt wird, die erhitzte Lösung unter Kristallisation der Saatkristalle auf 50 °C oder weniger abgekühlt wird, und wobei sich aufgrund der Abkühlung in der Lösung eine Übersättigung aufbaut, die die Kristallisation der Saatkristalle auslöst.

5
- 2.** Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Saatgut eine Saatkristallsuspension ist.

10
- 3.** Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Saccharosegehalt der heißen Lösung, gegebenenfalls nach Einstellung des Trockensubstanzgehalts, 70 Gew% oder mehr beträgt.

15
- 4.** Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Mischung ein Viskositätserhöhendes Mittel in einer Menge von mindestens 5 Gew%, bezogen auf die Mischung aus Wasser und Saccharose, zugesetzt wird.

20
- 5.** Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Abkühlung auf 50 °C oder weniger innerhalb von 1 Stunde oder weniger erfolgt.

25
- 6.** Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei der Gehalt an Saccharose in der Saatkristall-Suspension durch chemische Umwandlung der gelösten Saccharose reduziert wird.

30
- 7.** Verfahren nach Anspruch 6, wobei die chemische Umwandlung eine Invertierung der gelösten Saccharose zu Invertzucker ist.

35
- 8.** Verfahren nach Anspruch 7, wobei die Invertierung enzymatisch oder säurekatalysiert erfolgt.

40
- 9.** Verfahren nach Anspruch 8, wobei für die säurekatalysierte Invertierung der pH-Wert der Saatkristall-Suspension durch Zusatz von Säure in dem sauren Bereich eingestellt wird, die Saatkristall-Suspension für die Zeitdauer der Invertierung in dem sauren Bereich gehalten wird und die

45
- 10.** Verfahren nach Anspruch 9, wobei die Invertierung solange durchgeführt wird, bis der Gehalt an Saccharose um 15 bis 25 Gew% reduziert worden ist.

50
- 11.** Saatkristall-Suspension, enthaltend Saccharose-Saatkristalle in einer wässrigen Saccharoselösung und ein chemisches Umwandlungsprodukt von Saccharose.

55
- 12.** Saatkristall-Suspension nach Anspruch 11, wobei das chemische Umwandlungsprodukt Invertzucker ist.

60
- 13.** Saatkristall-Suspension nach Anspruch 11 oder 12, wobei die Saccharose-Saatkristalle eine mittlere Größe von 30 µm oder weniger aufweisen.

65
- 14.** Saatkristall-Suspension nach einem der Ansprüche 11 bis 13, wobei die Suspension zusätzlich ein Viskositätserhöhendes Mittel enthält.

70
- 15.** Verwendung einer Saatkristall-Suspension, erhältlich nach einem der Ansprüche 1 bis 10 oder nach einem der Ansprüche 11 bis 14 als Saatgut für die Impfung von Saccharoselösungen in der Zuckerfabrikation.

75



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 10 16 2806

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	GB 1 221 125 A (JOACHIM PFEIFER [DE]; ARNOLD LANGEN [DE]) 3. Februar 1971 (1971-02-03) * Seite 2, Zeile 3 - Zeile 33 * -----	1-5, 11-15	INV. B01D9/00 B01D9/02 C13F1/02 C13F3/00
X	WO 2009/049391 A1 (DEDINI S A IND DE BASE [BR]; MANTELATTO PAULO EDUARDO [BR]) 23. April 2009 (2009-04-23) * Seite 11, Zeilen 28-31; Ansprüche 2,3,15 * -----	1-5	
A	US 4 145 230 A (MADSEN RUD F ET AL) 20. März 1979 (1979-03-20) * Spalte 1, Zeile 45 - Zeile 48 * -----	1-15	
A	WINDHAB E J: "New Developments in Crystallization Processing" JOURNAL OF THERMAL ANALYSIS AND CALORIMETRY, KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS, DO, Bd. 57, Nr. 1, 1. Juli 1999 (1999-07-01), Seiten 171-180, XP019252991 ISSN: 1572-8943 * Seite 179 * -----	1-15	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC) B01D C13F
1	Recherchenort München	Abschlußdatum der Recherche 11. August 2010	Prüfer Merk1, Bernhard
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

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

EP 10 16 2806

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

11-08-2010

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB 1221125	A	03-02-1971	KEINE	

WO 2009049391	A1	23-04-2009	AR 068287 A1	11-11-2009
			AU 2008314446 A1	23-04-2009
			BR PI0705181 A2	16-06-2009

US 4145230	A	20-03-1979	AU 514990 B2	12-03-1981
			AU 2536377 A	23-11-1978
			DE 2722579 A1	01-12-1977
			DK 226976 A	22-11-1977
			ES 459003 A1	01-11-1978
			FR 2352059 A1	16-12-1977
			GB 1584216 A	11-02-1981
			IT 1084132 B	25-05-1985
			NL 7705555 A	23-11-1977
			PL 198292 A1	13-02-1978
			YU 127277 A1	31-10-1982
			ZA 7703003 A	26-04-1978

EPO FORM P0461

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

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- WO 2009049391 A1 [0004]
- US 5989351 A [0005]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **Buchholz, K. ; Schliephake, D.** *Zuckerindustrie*, 1988, vol. 113, 361, 379 [0064]
- **Qiu Tai-quin.** *Int. Sugar J.*, 1993, vol. 95, 513-519 [0064]
- **Grabka, J.** *Zuckerindustrie*, vol. 114, 467-468 [0064]