



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

208 991

Int.Cl.³

3(51) C 13 L 1/10

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 13 L/ 2394 322

(22) 30.04.82

(44) 18.04.84

(71) VVB ZUCKER- UND STAERKEINDUSTRIE;DD;

(72) SCHIRNER, ROLF,DR.-ING., DIPL.-ING.-OEC.;LEISSNER, MARTIN; FISCHER, HORST, DD

(73) siehe (72)

(74) KUEGLER, OTFRIED VVB ZUCKER- UND STAERKEINDUSTRIE 4010 HALLE JOLIOT-CURIE-PLATZ
31

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON DEXTRIN

(57) Verbessertes Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Säuredextrinen mit hoher Pastenviskosität in der Wirbelschicht durch eine kombinierte Verfahrensführung in drei endothermen Verfahrensstufen, bei der der Reaktor 1 mit angesäuerter nativer Stärke mit einer Temperatur von 20°C und einer Feuchte bis zu 20% beschickt wird, die Zwischenprodukte in einem kontinuierlichen Fluß durch die endothermen Reaktoren geführt werden, dem Reaktor 2 und/oder dem Reaktor 3 über eine separate Förderleitung zusätzlich angesäuerte native Stärke mit einer Temperatur von 20°C und einer Feuchte von 20% zugeführt wird, die Trocknung, Depolymerisation und Stabilisierung des Dextrins im Reaktor 1 bei 130–140°C, im Reaktor 2 bei 145–155°C, im Reaktor 3 bei 155–180°C ablaufen, in jedem endothermen Reaktor das fluidisierte Haufwerk auf eine Restfeuchte kleiner 0,1% getrocknet und das fertigeröstete Dextrin im Kühler/ Befeuchter 4 gekühlt, befeuchtet und granuliert wird. Die erfindungsgemäß hergestellten Dextrine werden für Spezialleime und -klebstoffe verwendet.

Verfahren zur Herstellung von Dextrin

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Säuredextrin aus handelsüblicher Stärke und stärkehaltigen Materialien in einer Wirbelschichtanlage. Säuredextrine werden zur Herstellung von wasserlöslichen Klebstoffen und Leimen verwendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die DD-PS 403 460 hat die Herstellung von Dextrin aus handelsüblicher Stärke unter Ausschluß von Fließhilfsmitteln zum Gegenstand. Die in dieser Erfindungsbeschreibung offenbarten Verfahrensschritte sind:

- Ansäuern mit einer gasförmigen oder flüssigen Säure bei gleichzeitiger Vortrocknung der angesäuerten Stärke
- Nachtrocknung der angesäuerten und vorgetrockneten Stärke auf eine Restfeuchte von 3...5 %.
- Röstung oder Dextrinierung
- Kühlung des röstheißen Dextrins auf eine Temperatur von weniger als 60 °C
- Wiederbefeuchtung des Dextrins durch eingedüstes Wasser

Das Verfahren wird in einer fünfstufigen Wirbelschichtapparaturs realisiert, wobei jeder Verfahrensschritt in einer separaten Apparatur durchgeführt wird. Die Verfahrensführung erfolgt bevorzugt kontinuierlich. Die einzelnen Wirbelschichtapparate sind dazu in Reihe geschaltet. In den ersten Apparat wird handelsübliche Stärke eingespeist, mit Säure vermischt, mäßig erwärmt und dabei vorgetrocknet. Die angesäuerte und vorgetrocknete Stärke wird pneumatisch zum Nachrockner gefördert und hier auf eine Restfeuchte von weniger als 3 % abgetrocknet. Bei dieser Feuchte erhält man nach konventionellen Vorstellungen bei der anschließenden Röstung ein klar lösliches Dextrin. Die Förderung zum Dextrinisateur erfolgt ebenfalls pneumatisch. Die Dextrinierung erfolgt bei den sonst üblichen Dextrinierungstemperaturen, die für Säuredextrine im Bereich von 160-180 °C liegen. Nach der Dextrinierung wird zum schnellen Abbruch unerwünschter Nachreaktionen in einem weiteren Apparat das Dextrin durch indirekten Wärmetausch gekühlt und in einer fünften Apparatur wieder befeuchtet.

Bestimmend für die Qualitätsparameter des Endproduktes ist vorrangig die Verfahrensführung und -gestaltung in den Teilprozessen Ansäuerung/Vortrocknung, Nachrocknung und Dextrinierung sowie mit Einschränkung in dem Teilprozeß Kühlung. Die Wiederbefeuchtung erfolgt vor allem aus wirtschaftlichen und anwendungstechnischen Erwägungen. Bedingt durch die Reihenschaltung und kontinuierliche Verfahrensführung der endothermen Prozesse in einer dreistufigen Kaskade kann man durch die Wahl der Verfahrensparameter Temperatur, Säurezusatz und Verweilzeit qualitativ hochwertige Dextrine erzeugen, die sich durch hohe Löslichkeit, niedrigen DE-Wert und helle Farben auszeichnen. Auch aus wärmewirtschaftlichen Gründen ist die Kaskadenschaltung sinnvoll, da es hierbei möglich ist, im Hinblick auf hohe Leistungen die thermischen Gradienten durch optimale Gegenkräfte abzubauen.

Gleichzeitig erzielt man in einer dreistufigen Kaskade annähernd gleichmäßige Behandlungszeiten, so daß die erzeugten Dextrine eine sehr geringe Nachdickung aufweisen. Verschiedene Anwendungsgebiete erfordern jedoch ein Dextrin mit hoher Pastenviskosität, beispielsweise für spezielle Leimsorten, wie z. B. Etiketten oder Leime für Verpackungsautomaten. Der Leimhersteller stellt solche speziellen Leime oder Klebstoffe her, indem er in der Rezeptur hoch- und niedrigviskose Dextrine unter Umständen mit Zusätzen von Borax, Soda oder Weißkalk kombiniert. Diese verbreitete Arbeitsweise erfordert jedoch zusätzliche Mischprozesse bei der Leimherstellung und verursacht erhöhte Kosten durch die notwendigen Hilfsstoffe.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, ein verbessertes Verfahren zur Herstellung von Dextrin zu finden, so daß die Qualitätsparameter der Dextrintypen so gestaltet werden, daß eine anwendungsspezifische Produktion erfolgt, die Leistung der Anlage gesteigert und die Verfahrensführung flexibel gestaltet wird.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das Herstellungsverfahren für Dextrin so umzugestalten, daß Dextrine mit einer typäquivalenten Nachdickung in einer mehrstufigen Wirbelschichtanlage bzw. Anordnung der endothermen Reaktoren in Kaskadenschaltung hergestellt werden können.

Die Aufgabe wird gelöst, indem die Herstellung von Dextrin in einer mehrstufigen Wirbelschichtanlage bzw. Anordnung der endothermen Reaktoren als Vortrockner (Reaktor 1), Nach-trockner (Reaktor 2) und Dextrinisator (Reaktor 3) in einer kombinierten Verfahrensführung erfolgt, bei der dem Reaktor 1 native angesäuerte Stärke und den Reaktoren 2 und 3 das Zwischenprodukt aus der vorhergehenden Stufe sowie gleich

zeitig native angesäuerte Stärke zugeführt wird. Das jedem Reaktor zugeführte Material wird bis auf einen Restwassergehalt unter 0,1 % getrocknet und dabei sukzessive depolymerisiert und stabilisiert wird.

Die verbesserte Herstellung eines Dextrins von hoher Pastenviskosität erfolgt in einer vierstufigen Anlage, bestehend aus drei endothermen Reaktoren und einem Kühler/Befeuchter. Der prinzipielle Aufbau dieser Apparate ist in den Patentschriften DD-PS 140 635 und DD-PS 143 929 ausführlich dargelegt. Die Ansäuerung wird bei der erfindungsgemäßen Lösung getrennt von der pneumatischen vierstufigen Wirbelschichtanlage durchgeführt. Die ausführliche Beschreibung und Arbeitsweise der Ansäuerungsanlage ist in der Erfindungsbeschreibung DD-PS 146 395 dargelegt. Die bisher beschriebene Ansäuerungs-
vorrichtung arbeitet als Teil einer autonomen Anlage. Das autonome Ansäuerungsverfahren endet mit der Übergabe der nativen angesäuerten Stärke in einen Zwischenbunker.

Die erfindungsgemäße Wirbelschichtdextrinierungsanlage wird deshalb bereits mit nativer angesäuerter Stärke beschickt. Im Reaktor 1 wird die eingespeiste Stärke sprunghaft auf eine Temperatur von 130-140 °C erwärmt und auf einen Restwassergehalt kleiner als 0,1 % getrocknet.

Unter diesen Bedingungen erfolgt bereits der hydrolytische Abbau zu Weißdextrin. Die praktisch wasserfreie und vorhydrolysierte Stärke wird zum Reaktor 2 gefördert und fluidisiert. Dem Reaktor 2 wird über eine separate Förderleitung ebenfalls native angesäuerte Stärke aus dem Zwischenbunker pneumatisch zugeführt und in diesen eingespeist. Im Reaktor 2 wird das Produkt auf eine Temperatur von ca. 145-155 °C erwärmt und die zusätzlich zugeführte Stärke auf einen Restwassergehalt von weniger als 0,1 % getrocknet. Unter den im Reaktor 2 gewählten Bedingungen wird das aus dem Reaktor 1 zugeführte Zwischenprodukt und die über eine separate Förderleitung eingespeiste native angesäuerte Stärke bereits erheblich dextriniert.

Das Zwischenprodukt aus dem Reaktor 2 wird pneumatisch zum Reaktor 3 gefördert und in diesen gleichzeitig über eine separate Fördereinrichtung native angesäuerte Stärke zugeführt. Die Reaktionstemperatur liegt im Dextrinisator zwischen 155 und 180 °C. Unter den im Reaktor 3 gewählten Bedingungen wird das aus dem Reaktor 2 zugeführte Zwischenprodukt und die über eine separate Förderleitung eingespeiste native angesäuerte Stärke auf einen Restwassergehalt kleiner 0,1 % getrocknet, bis zu einem niedrigviskosen Gelbdextrin abgebaut und beim gewünschten Abbaugrad stabilisiert. Das fertiggeröstete Produkt wird danach zum Kühler/Befeuchter gefördert, dort gekühlt, befeuchtet und granuliert.

Aus der Darlegung der erfindungsgemäßen Lösung wird ersichtlich, daß zu den bekannten hauptsächlich verfahrenstechnischen Bedingungen, wie Säuregrad, Verweilzeit und Reaktionstemperatur, durch die kombinierte Verfahrensweise, bestehend aus der etappenweisen Zuführung nativer angesäuerter Stärke im Rahmen der kontinuierlichen Führung des Hauptproduktstromes, eine weitere wesentliche verfahrenstechnische Bedingung gefunden wurde.

Mit der erfindungsgemäßen Lösung kann das Verweilzeitspektrum des Dextrins durch die etappenweise Zuführung der nativen angesäuerten Stärke in einem weiten Bereich variiert werden. Dabei ist es möglich, den Reaktoren 2 und 3 gleichzeitig native angesäuerte Stärke zuzuführen. Man kann aber auch nur dem Reaktor 2 oder dem Reaktor 3 native angesäuerte Stärke zuführen. Welche konkrete Verfahrensweise gewählt wird, hängt besonders davon ab, wie hoch die Nachdickung des hergestellten Dextrins sein soll. Aus trocknungstechnischer Sicht ist die gleichzeitige Zuführung zu den Reaktoren 2 und 3 von Vorteil, weil hierdurch die Bedingungen für den Wärmeübergang verbessert werden und die Trocknungslast gleichmäßiger verteilt wird. Dadurch wird eine wesentliche Steigerung der Leistung der Gesamtanlage erreicht.

Bei den im Reaktor 1 herrschenden Bedingungen kann ein Teil des Materials über eine separate Schleuse abgezogen werden, da die native angesäuerte Stärke bereits bis zum Weißdextrin abgebaut ist. Die Möglichkeit der vorzeitigen Entnahme eines Zwischenproduktes erhöht die Flexibilität und Leistungsfähigkeit der Anlage erheblich. Positiv wirkt sich auch die Zuführung einer Trocknungslast in den Nachrockner und Dextrinisator aus. Durch die Abtrocknung des eingetragenen Wassers erhöht sich die absolute Feuchte der Wirbelluft, wodurch die Hydrolysebedingungen wirksamer gestaltet werden.

Die geschilderte erfindungsgemäße Lösung ist prinzipiell für pneumatische, mechanisch/pneumatische und mechanische Wirbelschichten anwendbar.

Ausführungsbeispiele

Nachfolgend soll die Erfindung durch Ausführungsbeispiele näher erläutert werden. In der dazugehörigen Zeichnung zeigt Fig. 1 das apparative Fließbild einer vierstufigen Wirbelschichtanlage zur Herstellung von Dextrin aus handelsüblicher Stärke. Sie besteht aus einem Reaktor 1, einem Reaktor 2, einem Reaktor 3 und einem Kühler 4. Die Symbole G und H bedeuten die Abführung der Abluft der pneumatischen Förderung und der Wirbelschichtentstaubung. Die Reaktoren sind mit einem in der Zeichnung nicht dargestellten inneren Rohrwärmeübertrager ausgerüstet. Die Förderleitung A dient der Zuführung der nativen angesäuerten Stärke zum Reaktor 1. Die Leitungen B, D, F dienen der Förderung der Zwischenprodukte zur jeweils nachgeschalteten Stufe. Über die Leitungen C und D werden den Reaktoren 2 und 3 native angesäuerte Stärken zugeführt.

Beispiel 1: Herstellung eines gelben Säuredextrins mit hoher Nachdickung

Die Herstellung eines gelben Säuredextrins mit hoher Nachdickung erfolgt in einer vierstufigen Wirbelschichtanlage,

wovon drei Apparate endotherme Reaktoren sind. Der Reaktor 1 wird über die Leitung A mit 4 t/h angesäuerter Stärke beschickt. Die eingeführte Stärke wird auf einen Restwassergehalt von weniger als 0,1 % H_2O abgetrocknet. Die Leerraumgeschwindigkeiten betragen im Bereich des inneren Rohrwärmeübertragers (im weiteren RWD) $w_1 = 1,45$ m/s und oberhalb sowie unterhalb des RWD in der Wirbelschicht $w_2 = 0,76$ m/s. Die Feuchtebeladung der Wirbelschicht beträgt 303 g/kg trockene Luft. Die praktisch trockene Stärke wird pneumatisch mittels der Leitung B in den Reaktor 2 gefördert. In den Reaktor 2 wird über eine separate Förderleitung C zusätzlich 1,2 t/h native angesäuerte Stärke mit einer Temperatur von 20 °C eingespeist. Beide in den Reaktor 2 eingeführten Zwischen- und Ausgangsprodukte werden intensiv fluidisiert, getrocknet und auf 145–155 °C erhitzt. Die Leerraumgeschwindigkeit im Bereich des internen Wärmetauschers beträgt $w_1 = 0,67$ m/s. Unterhalb und oberhalb des Wärmetauschers in der Wirbelschicht beträgt die Leerraumgeschwindigkeit $w_2 = 0,47$ m/s. Die Feuchtebeladung der abstreichenden Wirbelluft beträgt 152 g/kg trockene Luft. Vom Reaktor 2 zum Reaktor 3 wird das heiße Material ebenfalls pneumatisch gefördert. Dem Reaktor 3 wird mittels einer separaten pneumatischen Förderleitung 0,8 t/h native angesäuerte Stärke zugeführt. Das Zwischen- und Ausgangsprodukt wird im Dextrinisator fluidisiert, vollständig getrocknet und auf eine Temperatur von 165 °C erwärmt. Die Leerraumgeschwindigkeit im Bereich des Wärmetauschers beträgt $w_1 = 0,60$ m/s; oberhalb und unterhalb des Wärmetauschers beträgt die Leerraumgeschwindigkeit in der Wirbelschicht $w_2 = 0,55$ m/s. Die Feuchtebeladung der abstreichenden Wirbelluft beträgt 63 g/kg trockene Luft. Das fertiggeröstete Dextrin wird pneumatisch zum Kühler gefördert und dort gekühlt, befeuchtet und granuliert. Das nach Beispiel 1 hergestellte Gelbsäuredextrin hat eine Viskosität von 230 Cp und eine Nachdickung von 25 %.

Beispiel 2: Herstellung eines gelben Säuredextrins mit mittlerer Nachdickung

Die Herstellung des gelben Säuredextrins mit mittlerer Nachdickung erfolgt auf der Anlage nach Beispiel 1. Der Einfachheit halber sind die wesentlichen verfahrenstechnischen Parameter tabellarisch dargestellt.

	ME	Reaktor 1	Reaktor 2	Reaktor 3
Primäreinspeisung	t/h	4000	-	-
Sekundäreinspeisung	t/h	-	0,8	0,5
Produkttemperatur	°C	140	155	170
W_1	m/s	1,45	0,67	0,60
W_2	m/s	0,76	0,47	0,55
Feuchtebeladung				
8 H ₂ O/kg tr. Luft		300	90	63

Das nach Beispiel 2 hergestellte gelbe Säuredextrin hat eine Viskosität von 150 cP und eine Nachdickung von 6 %.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Dextrin in der Wirbelschicht, gekennzeichnet dadurch, daß die Herstellung von Säuredextrinen bei kontinuierlicher Fahrweise durch eine kombinierte Verfahrensführung für die endothermen Verfahrensstufen erfolgt, wobei der Reaktor (1) der Wirbelschichtdextrinierungsanlage mit angesäuerter nativer Stärke mit einer Temperatur von 20 °C und 20 % Feuchte beschickt wird, die Zwischenprodukte in einem kontinuierlichen Fluß durch die endothermen Reaktoren geführt werden, dem Reaktor (2) und/oder dem Reaktor (3) über eine separate Förderleitung zusätzlich angesäuerte native Stärke mit einer Temperatur von 20 °C und einer Feuchte von 20 % zugeführt wird, die Trocknung, Depolymerisation und Stabilisierung des Dextrins im Reaktor (1) bei 130-140 °C, im Reaktor (2) bei 145-155 °C, im Reaktor (3) bei 155-180 °C ablaufen, in jedem endothermen Reaktor das fluidisierte Haufwerk auf eine Restfeuchte kleiner 0,1 % getrocknet und das fertigeröstete Dextrin im Kühler/Befeuchter (4) gekühlt, befeuchtet und granuliert wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß in den endothermen Reaktoren im Bereich der internen Wärmeaustauscher Leerraumgeschwindigkeiten W_1 von 0,60-1,45 m/s und in der Wirbelschicht W_2 unterhalb sowie oberhalb der internen Wärmeaustauscher Leerraumgeschwindigkeiten W_2 von 0,55-0,76 m/s angewendet werden.
3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Verhältnis von W_1 zu W_2 in den endothermen Reaktoren 1,1-1,91 beträgt.
4. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die endothermen Reaktoren als zirkulierende Wirbelschicht betrieben werden, bei denen die Stabilität der Wirbelschicht durch nahezu vollständige Rückführung des durch die hohe Leerraumgeschwindigkeit ausgetragenen Bettinhalts gewährleistet wird.

5. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren gleichzeitig Weißdextrin und Gelbdextrin erzeugt werden kann, wobei die Entnahme des Weißdextrins am Reaktor (1) erfolgt.
6. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der Feuchtegehalt der Wirbelluft in den endothermen Verfahrensstufen von 60-300 g H₂O/kg trockene Luft beträgt.

Hierzu 1 Blatt Zeichnung

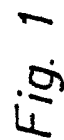


Fig. 1