



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 603 08 583 T2** 2007.08.23

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 357 085 B1**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C01D 7/00** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **603 08 583.0**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **03 006 843.1**

(96) Europäischer Anmeldetag: **27.03.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **29.10.2003**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **27.09.2006**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **23.08.2007**

(30) Unionspriorität:

**2002096672      29.03.2002      JP**

(73) Patentinhaber:

**Asahi Glass Co., Ltd., Tokio/Tokyo, JP**

(74) Vertreter:

**Müller-Boré & Partner, Patentanwälte, European  
Patent Attorneys, 81671 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,  
GR, HU, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,  
TR**

(72) Erfinder:

**Yokoyama, Asahi Glass Company, Kouichi,  
Kitakyushu-shi, Fukuoka, JP; Narituka, Asahi  
Glass Company, Sadaji, Kitakyushu-shi, Fukuoka,  
JP; Yamamoto, Asahi Glass Company, Kiyoshi,  
Yokohama-shi, Kanagawa, JP; Hirano, Asahi  
Glass Company, Hachiro, Tokyo, JP**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung kristalliner Partikel aus Natriumwasserstoffcarbonat mit geringer Zusammenhaftungseigenschaft sowie diese Partikel**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung**

**[0001]** Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein neues Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft, welches insbesondere in dem Bereich von Nahrungsprodukten, Arzneimitteln usw. nützlich ist und welches kein Antibackmittel enthalten muß, und solche Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft.

**[0002]** Bisher wird Natriumhydrogencarbonat (auch als Natriumbicarbonat bezeichnet) weiträumig in dem Bereich verschiedener Nahrungsprodukte als Zusatzstoff für Backpulver, alkoholfreie Getränke usw., in der Arzneimittelindustrie als Dialysat, Antazidum usw. und ferner als Feuerlöschmittel, als Badezusatzstoff, als Reinigungsmittel usw. verwendet. In den meisten Fällen wird ein solches Natriumhydrogencarbonat hergestellt, transportiert, gelagert, verkauft oder in Form von pulverförmigen oder granulären Kristallteilchen verwendet.

**[0003]** Kristallteilchen von Natriumhydrogencarbonat weisen jedoch eine Zusammenbackeigenschaft auf und zersetzen sich leicht und wandeln sich in Natriumcarbonat um, und weisen außerdem eine ausgeprägte Zusammenbackeigenschaft auf, insbesondere in der Atmosphäre in der Gegenwart von Feuchtigkeit bei hoher Temperatur. Wenn ein Zusammenbacken eintritt, weisen die Teilchen ein geringes Fließvermögen auf, und in jedem Schritt in der obigen Verteilung verschlechtert sich die Handhabungseffizienz deutlich, und wahrscheinlich werden verschiedene Probleme verursacht. Das Zusammenbacken ist außerdem ein ernsthaftes Problem, das den kommerziellen Wert von Natriumhydrogencarbonat beeinträchtigen kann.

**[0004]** Um das Zusammenbacken von Kristallteilchen von Natriumhydrogencarbonat zu verhindern, schlägt beispielsweise JP-A-5-58622 den Einschluß verschiedener Anti-Zusammenbackmittel, wie Stearate, Carbonat, Phosphate, Silicate, Kaolin, Talk oder Siliciumdioxid, bzw. die Verwendung eines speziellen Materials mit einer geringen Feuchtigkeitsdurchlässigkeit zum Verpacken von Natriumhydrogencarbonat vor.

**[0005]** In einem solchen konventionellen Verfahren zum Einschluß eines Anti-Zusammenbackmittels entstehen jedoch nicht nur Kosten für das Anti-Zusammenbackmittel oder das Verfahren zu dessen Einschluß, sondern es muß auch der Typ des Anti-Zusammenbackmittels je nach der bestimmten Verwendung ausgewählt werden. Außerdem kann es für Nahrungsprodukte, Arzneimittel usw. nicht oder nur eingeschränkt verwendet werden. Ferner kann in dem Fall des Einschlusses eines Anti-Zusammenbackmittels oder dergleichen dadurch die Verwendung eingeschränkt werden, und beim Verkauf wird eine große Sorgfalt erforderlich sein. Andererseits steigen durch das Verfahren, bei dem ein spezielles Verpackungsmaterial mit einer geringen Feuchtigkeitsdurchlässigkeit verwendet wird, nicht nur die Kosten, sondern es wird außerdem ein Zusammenbacken im wesentlichen nicht verhindert, da die Wirkung sofort nach dem Öffnen der Verpackung verloren geht.

**[0006]** Unter diesen Umständen ist es ein Gegenstand der vorliegenden Erfindung, ein neues Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft, und die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen bereitzustellen, wodurch das Zusammenbacken sogar ohne Verwendung eines Anti-Zusammenbackmittels, welches in dem konventionellen Verfahren verwendet worden ist, oder ohne Verwendung beispielsweise eines speziellen Verpackungsmaterials mit einer geringen Feuchtigkeitsdurchlässigkeit verhindert werden kann, und folglich muß der Typ des Anti-Zusammenbackmittels nicht mehr ausgewählt werden, oder seine Verwendung ist nicht mehr eingeschränkt.

**[0007]** Die betreffenden Erfinder haben eine gründliche Untersuchung zum Verhindern eines Zusammenbackens von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen durchgeführt und haben dabei festgestellt, daß es möglich ist, ein Zusammenbacken von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen durch möglichst starkes Erniedrigen der Konzentration von bestimmten Verunreinigungen, welche in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen enthalten sind, zu verhindern, was einen Unterschied zu dem konventionellen Verfahren, bei dem ein Zusatzstoff wie ein Anti-Zusammenbackmittel verwendet wird, darstellt. Die betreffenden Erfinder haben nämlich festgestellt, daß die Gegenwart von Kalium, enthalten in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, deutlich am Zusammenbacken der Kristallteilchen beteiligt ist und es möglich ist, das Zusammenbacken erheblich durch möglichst starkes Erniedrigen der Kaliumkonzentration zu verhindern.

**[0008]** Kalium, enthalten in Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, ist Kalium zuzuschreiben, das anfänglich als Verunreinigungen in Natriumhydroxid oder Natriumcarbonat als das Ausgangsmaterial für Natriumhydrogencarbonat enthalten ist. Erstaunlicherweise wurde gemäß den Ergebnissen, zu denen die betreffenden Erfinder gelangt sind, nachgewiesen, daß, wenn Kristallteilchen von Natriumhydrogencarbonat durch Kristallisation aus der Stammlösung hergestellt werden, Kalium in der Stammlösung nicht in das Innere der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eingeschlossen wird und der Großteil davon liegt selektiv an der Oberfläche

oder in der Oberflächenschicht der hergestellten Kristallteilchen vor. Das Verhalten verleiht Kalium seine Besonderheit im Vergleich zu anderen Metallionen. Beispielsweise, wie in dem folgenden Referenzbeispiel gezeigt, wird Calcium in das Innere der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eingeschlossen und liegt nicht nur selektiv auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Kristallteilchen vor, wie es bei Kalium der Fall ist.

**[0009]** Andererseits weist Kalium als ein Kaliumsalz wie Kaliumhydrogencarbonat, Kaliumcarbonat oder Kaliumchlorid eine stärkere hygroskopische Eigenschaft und Zusammenbackeigenschaft als Natriumhydrogencarbonat auf, und Kalium liegt auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen wie oben erwähnt vor, wodurch es direkt durch die Temperatur der Atmosphäre oder durch Feuchtigkeit in der Atmosphäre beeinflusst wird, was eine starke Zusammenbackeigenschaft der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen bewirkt. Folglich weisen die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eine sehr starke Zusammenbackeigenschaft auf, auch wenn Kalium nur in geringer Menge auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen vorliegt.

**[0010]** Ferner ist festgestellt worden, daß das Zusammenbacken der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen stärker unterdrückt werden kann durch gleichzeitiges Erniedrigen der Carbonationenkonzentration zusätzlich zu der Kaliumkonzentration in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen. Der Grund dafür ist zwar nicht vollständig klar, doch es wird folgendes angenommen. Das heißt, ein Carbonat von einem Alkalimetall bildet mit Wahrscheinlichkeit Hydratkristalle mit einer starken hygroskopischen Eigenschaft im Vergleich zu einem Hydrogencarbonat, und in dem Fall, wo Kalium oder Natrium, das auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen vorliegt, ein solches Carbonat mit einer starken hygroskopischen Eigenschaft bildet, wird, selbst wenn es in geringer Menge vorliegt, Feuchtigkeit durch ein solches hygroskopisches Carbonat aufgenommen, was ein Zusammenbacken der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen verursacht. Je höher der Grad an selektiver Verteilung auf der Oberfläche ist, desto deutlicher ist der Einfluß. Es ist außerdem festgestellt worden, daß es, unabhängig von dem Kaliumgehalt, in ähnlicher Weise zum Verhindern eines Zusammenbackens durch ein Erniedrigen der Carbonationenkonzentration wirksam ist. Ein Carbonat liegt selektiv auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Kristallteilchen vor, da ein Carbonat auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Kristallteilchen durch übermäßiges Trocknen der Kristallteilchen gebildet wird oder ein Carbonat in der Stammlösung auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Kristallteilchen durch Haftung der Stammlösung vorliegt.

**[0011]** Die vorliegende Erfindung basiert auf den obigen neuen Erkenntnissen und stellt die folgenden Konstellationen bereit.

1. Ein Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft, welches das Erniedrigen der Kaliumkonzentration in Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 50 bis 500 µm auf einen Anteil von höchstens 50 Masse-ppm umfaßt.
2. Das Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft gemäß dem obigen Punkt 1, wobei die Carbonationenkonzentration in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen auf einen Anteil von höchstens 1 Masse-% erniedrigt wird, welches der Wert ist, umgewandelt von der Carbonationenkonzentration zur Natriumcarbonatkonzentration, was hierin nachstehend derselbe ist.
3. Ein Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft, welches das Erniedrigen der Carbonationenkonzentration in Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 50 bis 500 µm auf einen Anteil von höchstens 1 Masse-% umfaßt.
4. Das Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft gemäß dem obigen Punkt 1, 2 oder 3, wobei der Kaliumgehalt in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen auf einen Anteil von höchstens 50 Masse-ppm durch Spülen der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit Wasser oder einer wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, gefolgt von Trocknen, erniedrigt wird.
5. Das Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft gemäß dem obigen Punkt 4, wobei das Wasser oder die wäßrige Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, eine gesättigte wäßrige Lösung von Natriumhydrogencarbonat ist.
6. Das Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft gemäß dem obigen Punkt 1, 2 oder 3, wobei die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen durch Kristallisation aus einer Stammlösung einer wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, hergestellt werden, wobei die Kaliumkonzentration in der Stammlösung auf einen Anteil von höchstens 400 Masse-ppm erniedrigt wird, um den Kaliumgehalt in den Natriumhydrogencarbonat-Kristall-

teilchen auf einen Anteil von höchstens 50 Masse-ppm zu erniedrigen.

7. Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft, welche einen mittleren Teilchendurchmesser von 50 bis 500  $\mu\text{m}$ , eine Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen von höchstens 50 Masse-ppm und eine Carbonationenkonzentration in den Kristallteilchen von höchstens 1 Masse-% aufweisen.

8. Anti-Zusammenbackverfahren für Natriumhydrogencarbonat, welches das hermetische Verschließen der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, wie in einem der obigen Punkte 1 bis 7 definiert, durch ein Verpackungsmaterial mit einer Feuchtigkeitsdurchlässigkeit von höchstens 5  $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{Tag})$  bei 40 °C, wie in JIS Z0208 angegeben, umfaßt.

**[0012]** Die Erfindung wird nun unter Bezugnahme auf die bevorzugte Ausführungsform ausführlich beschrieben.

**[0013]** Die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, deren Zusammenbacken in der vorliegenden Erfindung verhindert wird, können solche sein, die auf verschiedenen Gebieten verwendet werden, aber die vorliegende Erfindung ist insbesondere für Natriumhydrogencarbonat wirksam, welches im Bereich von Nahrungsprodukten, Arzneimitteln usw. verwendet wird, wo es nicht möglich ist, ein Anti-Zusammenbackmittel einzuschließen, oder der Einschluß eingeschränkt ist. Die Größe der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen hängt mit der Zusammenbackeigenschaft zusammen, und die vorliegende Erfindung ist für jene Teilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 50 bis 500  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise von 50 bis 400  $\mu\text{m}$  wirksam. In der vorliegenden Erfindung wird der mittlere Teilchendurchmesser als die Teilchengröße von Teilchen bei einer Gesamteilchengrößenverteilung von 50 %, bezogen auf die Masse, mittels einer Siebanalyse definiert. Wenn der mittlere Teilchendurchmesser kleiner als 50  $\mu\text{m}$  ist, ist der Einfluß der Kraft zwischen Teilchen gewöhnlich größer als der des Eigengewichts der Teilchen, und der Einfluß von Faktoren, welche einen Einfluß auf die Kraft zwischen Teilchen haben, wie Temperatur und Feuchtigkeit, sind gewöhnlich groß. Folglich backen die Kristallteilchen mit Wahrscheinlichkeit im wesentlichen zusammen, und obgleich durch die vorliegende Erfindung ein Zusammenbacken eher unwahrscheinlich ist, sind seine Wirkungen gewöhnlich gering. Andererseits weisen die Teilchen, wenn der mittlere Teilchendurchmesser 500  $\mu\text{m}$  übersteigt, gewöhnlich ein hohes Eigengewicht auf, und der Einfluß eines Zusammenbackens zwischen Teilchen nimmt gewöhnlich ab, wodurch die Kristallteilchen mit Wahrscheinlichkeit im wesentlichen zerfallen, selbst wenn sie zusammenbacken, und obgleich durch die vorliegende Erfindung ein Zusammenbacken eher unwahrscheinlich ist, sind seine Wirkungen gewöhnlich gering.

**[0014]** In der vorliegenden Erfindung muß Kalium, welches in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen vorliegt, entfernt werden, um seine Konzentration zum Verhindern eines Zusammenbackens möglichst stark zu erniedrigen. Idealerweise wird Kalium in den Kristallteilchen entfernt, doch ist dies im Hinblick auf die Kosten nicht praktisch, und außerdem ist festgestellt worden, daß übermäßiges Entfernen im Hinblick auf das Verhindern eines Zusammenbackens nicht so wirksam ist. Folglich ist nachgewiesen worden, daß die Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen vorzugsweise höchstens 50 Masse-ppm, stärker bevorzugt höchstens 30 Masse-ppm beträgt, und besonders bevorzugt beträgt die Gesamtkaliumkonzentration höchstens 10 Masse-ppm. Die Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen kann mit einem konventionellen Verfahren unter Lösen der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen gemessen werden. Außerdem liegt Kalium, wie oben erwähnt, im wesentlichen auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen vor, und folglich läßt sich die Tendenz durch Messen der Kaliumkonzentration auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der Kristallteilchen einfach durch Elektronenspektroskopie für die chemische Analyse (ESCA) feststellen.

**[0015]** In der vorliegenden Erfindung wird zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, deren Kaliumkonzentration möglichst stark erniedrigt worden ist, vorzugsweise das folgende Verfahren verwendet. Ein Verfahren ist ein Verfahren des Spülens der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit Wasser oder einer wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, gefolgt von Trocknen. In diesem Verfahren wird die wäßrige Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, vorzugsweise eine wäßrige Lösung mit einer von mindestens 5 Masse-%, stärker bevorzugt eine gesättigte wäßrige Lösung von Natriumhydrogencarbonat verwendet, so daß ein Verlust der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen durch Auflösung zur Zeit der Spülung verhindert werden kann. Für diese Spülung hängt die Entscheidung, ob Wasser oder die wäßrige Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, verwendet wird und welcher Sättigungsgrad der wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, wenn überhaupt, verwendet wird, von dem Erniedrigungsgrad der Kaliumkonzentration in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, der Teilchengröße der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen oder dem Typ des Fest-Flüssig-Trennungsvorgangs, das verwendet werden muß, um Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen aus der Aufschlämmung nach der Kristallisation zu erhalten, ab. Die Spülung wird vorzugsweise durch Inkontaktbringen von Wasser oder der wäßrigen Lösung, enthaltend Natri-

umhydrogencarbonat, mit den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen unter Spritzen oder durch eine Dusche durchgeführt.

**[0016]** Das Verfahren des Spülens wird vorzugsweise durchgeführt, wenn eine Saugfiltration einer Aufschlämmung, bestehend aus den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, erhalten durch Kristallisation, und der Stammlösung, die in einen Saugfilter gegeben wurde, durchgeführt wird, so daß die gespritzte wäßrige Lösung schnell entfernt werden kann. Außerdem können bei großtechnischer Durchführung der Spülung die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen in einen Zentrifugalabscheider anstelle des Saugfilters gegeben werden, und Wasser oder die wäßrige Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, wird gespritzt. Das Spülen mit Wasser oder der wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, wird je nachdem vorzugsweise wiederholt durchgeführt, so daß die Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen die vorstehend festgelegte Konzentration oder weniger erreicht, doch im Fall einer Zentrifugalabscheidung wird das Spülen für eine vorbestimmte Dauer durchgeführt. Um die Reinigungsleistung durch das Spülen zu steigern, wird es vorzugsweise bei einer Temperatur des Wassers oder der wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, von 1 bis 60 °C durchgeführt.

**[0017]** Nach der Spülung werden die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen getrocknet. Das Trocknen wird industriell vorzugsweise unter Verwendung von Gas mit einer Temperatur von 50 bis 500 °C, besonders bevorzugt von 50 bis 350 °C, für 1 bis 120 Minuten durchgeführt. Um eine Zersetzung von Natriumhydrogencarbonat durch das Trocknen zu verhindern, wird dieses vorzugsweise in einer Atmosphäre, enthaltend 3 bis 100 Vol.-% Kohlendioxid, durchgeführt. Nach dem Trocknen werden die Kristallteilchen unter Verwendung einer geeigneten Siebmaschine gesiebt, damit sie eine Korngröße in Abhängigkeit der speziellen Anwendung aufweisen. Wenn Kristallteilchen mit einer kleineren Teilchengröße erforderlich sind, können die Kristallteilchen mittels einer Mühle pulverisiert werden.

**[0018]** Eine andere bevorzugte Ausführungsform zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren, wobei die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen durch Kristallisation aus einer Stammlösung einer wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, hergestellt werden, wobei die Kaliumkonzentration in der Stammlösung kontrolliert wird. Natriumhydrogencarbonat wird im allgemeinen durch Blasen von Kohlendioxidgas in ein wäßriges Lösungssystem, enthaltend Natriumhydroxid und/oder Natriumcarbonat, um ein Bicarbonat zu bilden, und Ausfällen von Kristallteilchen von Natriumhydrogencarbonat hergestellt. In dem Verfahren der vorliegenden Erfindung wird die Kaliumkonzentration in der Stammlösung aus der Kristallteilchen von Natriumhydrogencarbonat kristallisiert werden, auf einen Anteil von höchstens 400 Masse-ppm erniedrigt.

**[0019]** Kalium, enthalten in der Stammlösung, aus der die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen kristallisiert werden, wird nicht ins Innere der kristallisierten Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eingeschlossen, sondern liegt selektiv auf der Oberfläche oder in der Oberflächenschicht der erhaltenen Kristallteilchen vor. In diesem Fall kann bei einem mittleren Teilchendurchmesser der erhaltenen Kristallteilchen von 50 bis 500 µm die Kaliumkonzentration in den kristallisierten Kristallteilchen durch Kontrollieren der Kaliumkonzentration in der Stammlösung, aus der die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen kristallisiert werden, auf einen Anteil von höchstens 50 Masse-ppm erniedrigt werden, wodurch sie in obigem Bereich liegt.

**[0020]** Damit die Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen weiter erniedrigt werden kann, muß die Stammlösung eine noch weiter erniedrigtere Kaliumkonzentration aufweisen. Daher wird zum Erniedrigen der Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen auf einen Anteil von höchstens 30 Masse-ppm die Kaliumkonzentration in der Stammlösung vorzugsweise auf einen Anteil von höchstens 300 Masse-ppm erniedrigt. Ferner wird zum Erniedrigen der Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen auf einen Anteil von höchstens 20 Masse-ppm die Kaliumkonzentration in der Stammlösung vorzugsweise auf einen Anteil von höchstens 200 Masse-ppm erniedrigt. Das Verfahren des Erniedrigens der Kaliumkonzentration in der Stammlösung und das obenbeschriebene Verfahren der Spülung können zusammen verwendet werden.

**[0021]** Die obenerhaltenen Kristallteilchen von Natriumhydrogencarbonat werden in gleicher Weise wie in obenerwähntem Verfahren getrocknet. Außerdem werden die Kristallteilchen nach dem Trocknen unter Verwendung einer geeigneten Siebmaschine gesiebt, damit sie eine Korngröße in Abhängigkeit der speziellen Anwendung aufweisen. Wenn Kristallteilchen mit einer kleineren Teilchengröße erforderlich sind, können die Kristallteilchen mittels einer Mühle pulverisiert werden. Die Entfernung von Kalium auf der Oberfläche der Kristallteilchen durch Spülen wird vorzugsweise vor der Pulverisierung durchgeführt, wodurch die Spülungs- und Trocknungsverfahren ohne weiteres durchgeführt werden.

**[0022]** Es ist ferner nachgewiesen worden, daß die Anti-Zusammenbackeigenschaft der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen weiter verbessert werden kann, wenn zusätzlich zu der Kaliumkonzentration in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen die Carbonationenkonzentration in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen vorzugsweise höchstens 1 Masse-% beträgt. Die Carbonationen in den Kristallteilchen liegen als Natriumsalz oder Kaliumsalz vor, und wenn die Konzentration 1 Masse-% übersteigt, ist der hygroskopische Grad gewöhnlich hoch, und folglich wird angenommen, daß sich die Zusammenbackeigenschaft der Kristallteilchen erhöht. Insbesondere, wenn die Carbonationenkonzentration vorzugsweise höchstens 0,1 Masse-% beträgt, kann die Zusammenbackeigenschaft besonders stark erniedrigt werden.

**[0023]** In der vorliegenden Erfindung wird als ein Verfahren zum Kontrollieren der Carbonationenkonzentration in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, damit sie in obigem Bereich liegen, vorzugsweise das folgende Verfahren verwendet. In dem Trocknungsverfahren wird bei der Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen unter Verwendung dieser als Trocknungsgas, ein Trocknungsgas mit einer Kohlendioxidgaskonzentration von vorzugsweise mindestens 3 Vol.-%, besonders bevorzugt mindestens 10 Vol.-%, nämlich die Carbonationenkonzentration leicht kontrolliert, wodurch eine Zersetzung der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen in Natriumcarbonat unterdrückt werden kann, und außerdem reagieren die Carbonationen, enthalten in der Stammlösung, mit Kohlendioxidgas und werden in Hydrogencarbonationen umgewandelt, wodurch die Natriumcarbonatkonzentration erniedrigt wird. Außerdem ist es ebenfalls möglich, die angehaftete Stammlösung durch Spülen dieser mit Wasser auszuspülen, um Kalium zu entfernen, wodurch gleichzeitig Natriumcarbonat reduziert wird.

**[0024]** Wie oben erwähnt, können gemäß der vorliegenden Erfindung Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft erhalten werden, ohne Einschluß beispielsweise eines Anti-Zusammenbackmittels wie in einem konventionellen Verfahren, und folglich können Produkte mit hervorragender Handhabungseffizienz und mit hohem kommerziellen Wert selbst bei einer Verwendung im Bereich der Nahrungsprodukte, Arzneimittel usw. zur Verfügung gestellt werden. Die vorliegende Erfindung schließt jedoch nicht unbedingt den Einschluß eines Anti-Zusammenbackmittels in die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen aus, und in dem Fall, wo eine höhere Anti-Zusammenbackeigenschaft oder ein höheres Fließvermögen als feine Teilchen erforderlich ist, kann je nach der bestimmten Verwendung selbstverständlich ein Anti-Zusammenbackmittel eingeschlossen werden.

**[0025]** Die vorliegende Erfindung wird nun unter Bezugnahme auf die Beispiele ausführlicher erläutert. Allerdings ist die vorliegende Erfindung keinesfalls auf diese speziellen Beispiele beschränkt.

**[0026]** In den Beispielen wurde der Kaliumgehalt in Kristallteilchen mittels eines Flammenphotometers durch Lösen von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen in Wasser gemessen. Außerdem wurde der Carbonatengehalt in Kristallteilchen durch Winkler-Titration als ein Neutralisationstitrationsverfahren durch Lösen von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen in Wasser gemessen, und die Carbonationenkonzentration wurde in eine  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Konzentration umgerechnet.

**[0027]** Ferner wurde der Grad des Zusammenbackens von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen visuell beobachtet, und eine Bewertung in folgende vier Abstufungen wurde vorgenommen.  
Null: keinerlei Nachweis eines Zusammenbackens.

**[0028]** Gering: Nachweis, obgleich in geringer Menge, von Blöcken einer Größe von mehreren cm beim Schöpfen der Kristallteilchen mit der Hand. Die Blöcke befanden sich in einem solchen Zustand, daß sie bei Berührung zerfielen.

**[0029]** Mäßig: Sporadischer Nachweis von Blöcken einer Größe von mehreren cm beim Schöpfen der Kristallteilchen mit der Hand. Die Blöcke befanden sich in einem solchen Zustand, daß sie bei Druckausübung zerfielen.

**[0030]** Erheblich: Nachweis von faustgroßen Blöcken beim Schöpfen der Kristallteilchen mit der Hand. Die Blöcke befanden sich in einem solchen Zustand, daß sie beim In-die-Hand-Nehmen zerfielen.

#### BEISPIEL 1

**[0031]** Zwei Typen von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von etwa 95  $\mu\text{m}$  bzw. etwa 235  $\mu\text{m}$  und mit unterschiedlichen Kaliumkonzentrationen in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, wie in Tabelle 1 angegeben, wurden durch Ändern der Bedingungen zur Herstellung

der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen hergestellt, wobei 25 kg jeden Typs hergestellt wurden.

**[0032]** Fünf Verpackungsbeutel, die mit 25 kg von jedem Typ der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen gefüllt waren, wurden aufeinander gestapelt, bei einer Temperatur von 25 °C 4 Wochen gelagert, und dann wurde die Zusammenbackeigenschaft der Kristallteilchen, die in dem untersten Verpackungsbeutel eingefüllt waren, geprüft. Die Ergebnisse des Tests sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
mittlerer Teilchendurchmesser (µm)	90	95	92	97	95	99	92	231	243	241	235
Kaliumkonzentration (Masse-ppm)	8	12	19	23	35	52	73	33	22	78	122
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> -Konzentration (Masse-%)	≤ 0,1	≤ 0,1	1,2	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	2,8	≤ 0,1	≤ 0,1
Zusammenbackzustand	Null	Null	gering	gering	gering	erheblich	erheblich	gering	erheblich	erheblich	erheblich

**[0033]** Wie aus den Ergebnissen in Tabelle 1 hervorgeht, ist festgestellt worden, daß Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer Kaliumkonzentration von mehr als 50 Masse-ppm eine hohe Zusammenbackeigenschaft zeigen und daß Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer Kaliumkonzentration von höchstens 50 Masse-ppm und mit einer Carbonationenkonzentration von höchstens 0,1 Masse-% eine äußerst geringe Zusammenbackeigenschaft zeigen.

## BEISPIEL 2

**[0034]** 30 kg von jedem der zwei Typen von granulären Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 92 µm bzw. 235 µm und mit einer Kaliumkonzentration in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen von 63 Masse-ppm bzw. 72 Masse-ppm wurden hergestellt. 5 kg von jedem der zwei Typen von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen wurden in eine Saugfiltrationsvorrichtung (Büchner-Trichter) mit einem Durchmesser von 50 cm und einem darin befindlichen Filterpapier (Filterpapier zur qualitativen Analyse Nr. 2, hergestellt von Advantec Co., Ltd.) eingefüllt.

**[0035]** Andererseits wurde unter Verwendung einer separat hergestellten gesättigten wäßrigen Lösung von Natriumhydrogencarbonat die gesättigte wäßrige Lösung auf die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, enthalten in dem Büchner-Trichter, mittels einer Sprüheinrichtung zum Spülen der Oberfläche der Kristallteilchen gesprüht. Die gespülten Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen wurden in einer Atmosphäre von 40 Vol.-% Kohlendioxidgas bei 70 °C 5 Stunden getrocknet. Nach dem Trocknen wurden die Kristallteilchen mittels eines Saftmischers leicht aufgelockert und durch ein Sieb mit einem lichten Lochmaß von 500 µm geleitet, um grobe Teilchen zu entfernen, wodurch Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser, wie in Tabelle 2 angegeben, erhalten wurden. Dieser Vorgang wurde mehrmals wiederholt, wodurch 25 kg der Kristallteilchen erhalten wurden.

**[0036]** Alle so erhaltenen Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen wurden in einen Verpackungsbeutel gefüllt und in gleicher Weise wie in Beispiel 1 auf die unterste Ebene gelegt, und die Zusammenbackeigenschaft nach 4 Wochen wurde geprüft. Die Ergebnisse des Tests sind in Tabelle 2 aufgeführt. In diesem Fall war der unterste der fünf Beutel der Verpackungsbeutel, in dem die in Beispiel 2 hergestellten Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eingefüllt waren, und die anderen Beutel waren Verpackungsbeutel, in denen die in Beispiel 1 hergestellten Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eingefüllt waren.

Tabelle 2

	1	2	3	4
mittlerer Teilchendurchmesser ( $\mu\text{m}$ )	92	93	235	231
Kaliumkonzentration (Masse-ppm)	63	9	72	7
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Konzentration (Masse-%)	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
Spülung	Null	durchgeführt	Null	durchgeführt
Zusammenbackzustand	erheblich	Null	erheblich	Null

**[0037]** Wie aus den Ergebnissen in Tabelle 2 hervorgeht, ist festgestellt worden, daß die Kaliumkonzentration der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen erniedrigt und die Zusammenbacktendenz der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen durch den Spülvorgang erheblich unterdrückt worden ist.

## BEISPIEL 3

**[0038]** 200 Liter von jedem der 20 Masse-%igen Natriumhydroxide mit unterschiedlichen Kaliumkonzentrationen als Verunreinigungen wurden in einen Behälter (500 Liter), ausgerüstet mit einem Rühren, gegeben, und die Temperatur wurde auf 80 °C erhöht. In diesem Zustand wurden 100 Vol.-% Kohlendioxidgas bei einer Fließgeschwindigkeit von 100 Liter/min 5 Stunden zur Reaktion geblasen. Anschließend wurde die Temperatur auf 40 °C gesenkt, wodurch Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen kristallisiert wurden. Die kristallisierten Kristallteilchen wurden einer Zentrifugalabscheidung unterzogen, um die Stammlösung abzutrennen, und dann in einer Atmosphäre von 40 Vol.-% Kohlendioxidgas bei 70 °C 5 Stunden getrocknet. Nach dem Trocknen wurden die Kristallteilchen mittels eines Saftmischers aufgelockert und durch ein Sieb mit einem lichten Lochmaß von 500  $\mu\text{m}$  geleitet, um grobe Teilchen zu entfernen, wodurch Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser, wie in Tabelle 3 angegeben, erhalten wurden.

**[0039]** Von allen erhaltenen Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen wurde die Zusammenbackeigenschaft in gleicher Weise wie in Beispiel 2 geprüft. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Tabelle 3

	1	2	3	4	5
mittlerer Teilchendurchmesser ( $\mu\text{m}$ )	171	185	157	169	191
Kaliumkonzentration in der Stammlösung (Masse-ppm)	183	245	701	1454	3405
Kaliumkonzentration im Kristall (Masse-ppm)	18	24	63	164	393
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Konzentration (Masse-%)	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
Zusammenbackzustand	Null	Null	gering	mäßig	erheblich

**[0040]** Wie aus den Ergebnissen in Tabelle 3 hervorgeht, ist festgestellt worden, daß Kristallteilchen mit einer geringen Kaliumkonzentration durch Kontrollieren der Kaliumkonzentration in der Stammlösung, aus der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen kristallisiert werden, erhalten werden können. Die Erhöhung der Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen ist auf Kalium in der Stammlösung zurückzuführen, das nach der Zentrifugalabscheidung an die Kristallteilchen angehaftet ist.

## REFERENZBEISPIEL

**[0041]** Das vorliegende Referenzbeispiel dient dazu, zu zeigen, daß, wenn Calcium in der Stammlösung, aus der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen kristallisiert werden, enthalten ist, Calcium, anders als im Fall



von Kalium, in die kristallisierten Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eingeschlossen wird, und folglich keine Änderung der Ca-Konzentration, enthalten in den Kristallteilchen, vor und nach der Spülung der Kristallteilchen auftritt.

**[0042]** 200 Liter von jedem der 20 Masse-%igen Natriumhydroxide mit unterschiedlichen Calciumkonzentrationen wurden in einen Behälter (500 Liter), ausgerüstet mit einem Rührer, gegeben, und die Temperatur wurde auf 80 °C erhöht. In diesem Zustand wurden 100 Vol.-% Kohlendioxidgas bei einer Fließgeschwindigkeit von 100 Liter/min 5 Stunden zur Reaktion geblasen. Anschließend wurde die Temperatur auf 40 °C gesenkt, und so kristallisierte Kristallteilchen wurden einer Zentrifugalabscheidung unterzogen, um Feuchtigkeit abzuscheiden, und in einer Atmosphäre von 40 Vol.-% Kohlendioxidgas bei 70 °C 5 Stunden getrocknet. Nach dem Trocknen wurden die Kristallteilchen mittels eines Saftmischers aufgelockert, und grobe Teilchen wurden mittels eines Siebs mit einem lichten Lochmaß von 500 µm entfernt, wodurch Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen erhalten wurden. Eine Einstellung des mittleren Teilchendurchmessers der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen wurde durch Ändern der Rührbedingungen zur Zeit der Kristallisation durchgeführt.

**[0043]** 5 kg der obigen Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen wurden in eine Saugfiltrationsvorrichtung (Büchner-Trichter) mit einem Durchmesser von 50 cm und einem darin befindlichen Filterpapier (Filterpapier zur qualitativen Analyse Nr. 2, hergestellt von Advantec Co., Ltd.) eingefüllt. Unter Verwendung einer separat hergestellten gesättigten wäßrigen Natriumhydrogencarbonatlösung wurde die gesättigte wäßrige Lösung auf die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, enthalten in dem Büchner-Trichter, mittels einer Sprüheinrichtung gesprüht, um die Oberfläche der Kristallteilchen zu spülen. Die gespülten Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen wurden in einer Atmosphäre von 40 Vol.-% Kohlendioxidgas bei 70 °C 5 Stunden getrocknet. Nach dem Trocknen wurden die Kristallteilchen mittels eines Saftmischers aufgelockert und durch ein Sieb mit einem lichten Lochmaß von 500 µm geleitet, um grobe Teilchen zu entfernen, wodurch Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser, wie in Tabelle 4 angegeben, erhalten wurden.

**[0044]** Die Konzentration von Calcium, enthalten in jedem der erhaltenen Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, wurde gemessen, und die Ergebnisse sind in Tabelle 4 aufgeführt im Vergleich zu der Konzentration von Calcium, enthalten in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, die nicht mit Wasser gespült wurden. Die Calciumkonzentration wurde mittels eines Atomabsorptionsphotometers gemessen.

Tabelle 4

	1		2		3		4	
mittlerer Teilchendurchmesser (µm)	91	92	97	95	223	224	225	221
Spülung	Null	durchgeführt	Null	durchgeführt	Null	durchgeführt	Null	durchgeführt
Calciumkonzentration im Kristall (Masse-ppm)	5	6	15	14	23	24	7	8

**[0045]** Wie aus den Ergebnissen in Tabelle 4 hervorgeht, wird Calcium, enthalten in dem Ausgangsmaterial Natriumhydroxid, in das Innere von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eingeschlossen, wenn die Kristallteilchen kristallisiert werden, und kann selbst durch Spülen der Kristallteilchen nicht entfernt werden, was einen Gegensatz zu Kalium als der Gegenstand der vorliegenden Erfindung darstellt, das nicht in das Innere der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen eingeschlossen wird, wenn die Kristallteilchen kristallisiert werden und das durch Spülen entfernt werden kann, wie oben erwähnt.

**[0046]** Die betreffenden Erfinder nehmen an, daß dieses Phänomen auf eine hohe Löslichkeit von Kaliumbicarbonat in Wasser zurückzuführen ist und daß Kalium mit geringerer Wahrscheinlichkeit in die Kristallteilchen von Natriumhydrogencarbonat eingeschlossen wird.

**[0047]** Um ein Zusammenbacken weiter zu unterdrücken, werden die in der vorliegenden Erfindung erhaltenen Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen zur Lagerung ferner vorzugsweise durch ein Verpackungsmaterial mit einer Feuchtigkeitsdurchlässigkeit von höchstens 5 g/(m<sup>2</sup>·Tag) bei 40 °C hermetisch verschlossen,

wie in JIS Z0208 erläutert, wodurch der Einfluß von in geringer Menge verbleibendem Kalium oder Natriumcarbonat wirksamer ausgeschlossen werden kann. Die Feuchtigkeitsdurchlässigkeit ist als die Masse von Wasserdampf, der durch die Grenzfläche in 24 Stunden strömt, definiert, wenn ein Verpackungsmaterial als Grenzfläche in einem solchen Zustand gehalten wird, daß eine Seite der atmosphärischen Luft mit einer relativen Feuchtigkeit von 90 % ausgesetzt und die andere Seite mit Calciumchlorid getrocknet wird, und die Masse von Wasserdampf wird in einen Wert pro Einheitsfläche des Verpackungsmaterials umgerechnet. Eine stärker bevorzugte Feuchtigkeitsdurchlässigkeit beträgt höchstens  $1 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{Tag})$  bei  $40^\circ \text{C}$ .

**[0048]** In Spalte 8 von Tabelle 1 für Beispiel 1, betrug in dem Fall, wo die Kristallteilchen mittels eines Verpackungsmaterials aus Aluminium-laminiertem Polyethylen mit einer Feuchtigkeitsdurchlässigkeit von höchstens  $0,5 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{Tag})$  anstelle von Polyethylen mit einer Feuchtigkeitsdurchlässigkeit von  $10 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{Tag})$  bei  $40^\circ \text{C}$  verpackt wurden, betrug der Zusammenbackzustand „Null“.

**[0049]** Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ein neues Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft bereitgestellt, das im Bereich der Nahrungsprodukte, Arzneimittel, Badezusatzstoffe usw. nützlich ist, wodurch das Zusammenbacken ohne Verwendung eines Anti-Zusammenbackmittels oder ohne Verwendung eines speziellen Verpackungsmaterials verhindert werden kann, und folglich muß nicht mehr der Typ des Anti-Zusammenbackmittels ausgewählt werden, bzw. seine Verwendung ist nicht mehr eingeschränkt.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft, welches das Erniedrigen der Carbonationenkonzentration in Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 50 bis  $500 \mu\text{m}$  auf einen Anteil von höchstens 1 Masse-% umfaßt.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1 zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft, welches das Erniedrigen der Kaliumkonzentration in Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 50 bis  $500 \mu\text{m}$  auf einen Anteil von höchstens 50 Masse-ppm umfaßt.

3. Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft gemäß Anspruch 1, wobei die Carbonationenkonzentration in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen auf einen Anteil von höchstens 1 Masse-% erniedrigt wird, welches der Wert ist, umgewandelt von der Carbonationenkonzentration zur Natriumcarbonatkonzentration.

4. Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft gemäß Anspruch 1, 2 oder 3, wobei der Kaliumgehalt in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen auf einen Anteil von höchstens 50 Masse-ppm durch Spülen der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit Wasser oder einer wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, gefolgt von Trocknen, erniedrigt wird.

5. Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft gemäß Anspruch 4, wobei das Wasser oder die wäßrige Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, eine gesättigte wäßrige Lösung von Natriumhydrogencarbonat ist.

6. Verfahren zur Herstellung von Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft gemäß Anspruch 1, 2 oder 3, wobei die Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen durch Kristallisation aus einer Stammlösung einer wäßrigen Lösung, enthaltend Natriumhydrogencarbonat, hergestellt werden, wobei die Kaliumkonzentration in der Stammlösung auf einen Anteil von höchstens 400 Masse-ppm erniedrigt wird, um den Kaliumgehalt in den Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen auf einen Anteil von höchstens 50 Masse-ppm zu erniedrigen.

7. Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen mit einer geringen Zusammenbackeigenschaft, welche einen mittleren Teilchendurchmesser von 50 bis  $500 \mu\text{m}$ , eine Kaliumkonzentration in den Kristallteilchen von höchstens 50 Masse-ppm und eine Carbonationenkonzentration in den Kristallteilchen von höchstens 1 Masse-% aufweisen.

8. Anti-Zusammenbackverfahren für Natriumhydrogencarbonat, welches das hermetische Verschließen

der Natriumhydrogencarbonat-Kristallteilchen, wie in einem der Ansprüche 1 bis 7 definiert, durch ein Verpackungsmaterial mit einer Feuchtigkeitsdurchlässigkeit von höchstens  $5 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{Tag})$  bei  $40^\circ \text{C}$ , wie in JIS Z0208 angegeben, umfaßt.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen