



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **264 026 A1**

4(51) C 13-F 1/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WPC 13 F / 305 224 6

(22) 22.07.87

(44) 18.01.89

(71) Institut für Forschung und Rationalisierung der Zuckerindustrie, Schleusenstraße 3, Halle, 4060, DD

(72) Petzold, Dietrich, Dipl.-Ing.; Dietrich, Werner, Dipl.-Ing.; Hoffmann, Frank; Janke, Eckard, Dipl.-Ing.; Anbau, Karl; Godulla, Peter, Dipl.-Ing.; Kopsch, Helmut, DD

(54) Verfahren zur Regelung des Kristallisationsprozesses von Saccharoselösungen

(55) Kristallisation, Saccharoselösung, Regelsystem, Kristallzucker, Prozeßführung, Verdampfungskristallisator, Impfung, Viskosität, Dichte, Leitfähigkeit, Dielektrizität, Übersättigung, Zuckerlösung

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung des Kristallisationsprozesses von Saccharoselösungen und ist bei der Gewinnung von Kristallzucker anwendbar. Das erfindungsgemäße Regelsystem, das durch zweckmäßige Verknüpfung gleichzeitig gemessener physikalischer Größen bei Veränderung der Prozeßbedingungen ohne Eingriffe durch das Bedienungspersonal die Einhaltung der technologisch optimalen Prozeßführung gewährleistet, vermeidet mit hoher Wahrscheinlichkeit eine unkontrollierte Übersättigung der Zuckerlösungen bzw. eine unerwünschte Kristallwachstumsverlangsamung. Erreicht wird dies dadurch, daß als Führungsgröße für den Zuzug untersättigter Saccharoselösung in den Verdampfungskristallisator nach der Impfung bis zum Erreichen einer Viskosität von 200...500 mPa · s bzw. einer Dichte von 1390...1480 kg/m³ die bei einer Viskosität von 150...250 mPa · s bzw. bei einer Dichte von 1370...1420 kg/m³ ermittelte Leitfähigkeit oder Dielektrizität und anschließend die Viskosität oder Dichte genutzt werden.

Patentanspruch:

Verfahren zur Regelung des Kristallisationsprozesses von Saccharoselösungen auf der Basis der kontinuierlichen Messung und Erfassung von Viskosität oder Dichte und Leitfähigkeit oder Dielektrizität, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Führungsgröße für den Zuzug untersättigter Saccharoselösungen in den Verdampfungskristallisator nach der Impfung bis zum Erreichen einer Viskosität von 200... 500 mPa · s bzw. einer Dichte von 1390... 1480 kg/m³ die bei einer Viskosität von 150... 250 mPa · s bzw. bei einer Dichte von 1370... 1420 kg/m³ ermittelte Leitfähigkeit oder Dielektrizität und anschließend die Viskosität oder Dichte genutzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung des Kristallisationsprozesses von Saccharoselösungen und ist bei der Gewinnung von Kristallzucker anwendbar.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Die Gewinnung von Kristallzucker erfolgt bekanntlich durch Kristallisation aus übersättigten Saccharoselösungen. Dabei besteht das Ziel der Prozeßführung darin, die Saccharosekristalle in der gewünschten Größe, Konfiguration und Kristallgrößenverteilung mit geringstem Energie- und Zeitaufwand zu erhalten.

Das ist nur möglich, indem der Prozeß mit Hilfe von bestimmten in der Saccharoselösung bzw. Kristallsuspension gemessenen Werten, z. B. Viskosität bzw. Konsistenz, Dichte, Leitfähigkeit, Dielektrizität, Siedepunkterhöhung und dgl. geführt wird.

Da sich alle diese Größen während des Prozesses ändern, erfolgt im Verlaufe des Kristallisationsprozesses eine Korrektur des Sollwertes. Diese Korrektur wird üblicherweise über die Füllstandshöhe vorgenommen. Dabei wird davon ausgegangen, daß bei der jeweiligen Füllstandshöhe ein entsprechender Sollwert der Meßgröße optimale Kristallisationsbedingungen repräsentiert.

Da die Veränderung des Meßwertes von der Kristallwachstumsgeschwindigkeit, der Füllstandsanzieg jedoch vom Heizdampfdruck und der zu verdampfenden Wassermenge abhängen, besteht bei unterschiedlichen Kristallisationsbedingungen (Reinheit und Zusammensetzung des Einzugsgutes, Prozeßtemperatur, pH-Wert, Heizdampfdruck) keine Korrespondenz zwischen Füllstandshöhe und Sollwert der jeweiligen Meßgröße.

Diese Kristallisationsbedingungen müssen daher ebenfalls erfaßt und geregelt werden. Wenn eine Beeinflussung nicht möglich ist, sind Korrekturen in der Verlaufskurve zwischen Füllstandshöhe und Sollwert des Meßwertes durch das Bedienungspersonal vorzunehmen.

Ein Verfahren zur Regelung des Kristallisationsprozesses von Saccharoselösungen in einem diskontinuierlich arbeitenden Verdampfungskristallisator ist aus der DE-OS 18 12457 bekannt, bei dem bis zu einem Kristallgehalt von etwa 25% der Einzug abhängig von der Übersättigung und anschließend abhängig vom Kristallgehalt regelbar ist. Bei diesem Verfahren wird in einer Anfangsphase zur Regelung der Übersättigung nur der Wassereinzug verändert und bei Erreichen eines bestimmten Kristallgehaltes der Kristallsuspension abhängig vom Kristallgehalt nur die Einzugsgutmenge verstellt. Nachteilig ist, daß das energiegunstige und kristallisationszeitparende Einhalten eines Gleichgewichtes zwischen Entzuckerung und Verdampfungsleistung nicht zu jedem Zeitpunkt gewährleistet ist.

Dieser Nachteil soll gemäß dem in der DE-PS 23 11231 beschriebenen Verfahren dadurch vermieden werden, daß in der Phase der Übersättigungsregelung im wesentlichen mit Sirupeinzug bei steigender Viskosität gearbeitet wird, daß der Meßwert für die Füllstandshöhe mit dem nach einem Programm gesteigerten Sollwert verglichen wird und daß das Verhältnis von Wasser zur Sirupeinzug vergrößert wird, wenn der Sollwert des Füllstandes überschritten ist.

Ein weiteres Verfahren zur Regelung des Kristallisationsprozesses zur Herstellung von kristallinem Zucker wird in der DE-OS 34 20001 beschrieben, wobei die Einstellung der Konsistenz der Kristallsuspension während des Kristallisationsprozesses durch Regelung der Sirupzufuhr in Abhängigkeit vorgegebener Werte für die Konsistenz der Kristallsuspension erfolgt und wobei nach dem Impfen während der geregelten Führung des Kristallisationsprozesses laufend das Niveau der Kristallsuspension im Verdampfungskristallisator gemessen und in Abhängigkeit vom Niveau der Sollwert für die Konsistenz nach einer festgelegten Exponentialfunktion verändert wird.

Der für die Anwendung dieser bekannten Verfahren erforderliche meß- und regeltechnische Aufwand ist außerordentlich hoch, ohne daß bei Veränderung der Prozeßbedingungen Abweichungen von der optimalen Prozeßführung mit Sicherheit vermeidbar sind.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Regelung des Kristallisationsprozesses von Saccharoselösungen zu entwickeln, bei dem mit hoher Wahrscheinlichkeit eine unkontrollierte Übersättigung der Zuckerlösungen bzw. eine unerwünschte Kristallwachstumverlangsamung vermieden wird.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Regelsystem für den Kristallisationsprozeß von Saccharoselösungen zu entwickeln, das durch zweckmäßige Verknüpfung gleichzeitig gemessener physikalischer Größen bei Veränderung der Prozeßbedingungen ohne Eingriffe durch das Bedienungspersonal die Einhaltung der technologisch optimalen Prozeßführung gewährleistet.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß als Führungsgröße für den Zuzug untersättigter Saccharoselösung in den Verdampfungskristallisor nach der Impfung bis zum Erreichen einer Viskosität von 200... 500 mPa · s bzw. einer Dichte von 1400... 1500 kg/m³ die bei einer Viskosität von 150... 250 mPa · s bzw. einer Dichte von 1380... 1460 kg/m³ ermittelte Leitfähigkeit oder Dielektrizität und anschließend die Viskosität oder Dichte genutzt wird.

Dazu wird während des Kristallisationsprozesses, unmittelbar vordem Eindicken beginnend, die Viskosität oder Dichte und die Leitfähigkeit oder Dielektrizität kontinuierlich gemessen und erfaßt.

In der ersten Phase der Kristallbildung wird die Leitfähigkeit oder Dielektrizität als Führungsgröße genutzt, indem über die Viskosität oder Dichte die Übersättigung der Saccharoselösung in der kristallfreien Lösung ermittelt bzw. eingestellt und der gemessene Leitfähigkeits- oder Dielektrizitätswert als Sollwert für den Kristallisationsprozeß genutzt wird. Ist bedingt durch die sich bildenden Kristalle, eine Verschiebung der Viskosität auf 200... 500 mPa · s oder der Dichte auf 1400... 1500 kg/m³ erreicht, wird die Viskosität oder Dichte als Führungsgröße für den Zuzug von untersättigter Zuckerlösung in Abhängigkeit vom Füllstand im Kristallisor genutzt.

Der den Prozeß steuernde Rechner ermittelt aus dem im Kristallisor erreichten Niveau und der Anzeige des Prozeßviskosimeters oder des Dichtemeßgerätes die optimale Sollwertverlaufskurve, so daß bei Erreichen des gewünschten Füllstandes die Viskosität der Kristallsuspension 6000 mPa · s oder die Dichte 1460 kg/m³ und nach Beendigung des Kristallisationsprozesses die Viskosität 12000 mPa · s oder die Dichte 1500 kg/m³ beträgt.

Ausführungsbeispiel 1

Die Kristallisation von Weißzucker erfolgt in einem Verdampfungskristallisor von 50t Inhalt aus einem Einzugsgut mit einer Reinheit von 94% ohne Verwendung eines Kristallfußes auf der Basis der Führungsgrößen Leitfähigkeit und Viskosität.

Zunächst wird in den Kristallisor soviel Einzugsgut eingezogen, bis das Niveau 30% beträgt. Bei Erreichen dieses Wertes öffnet sich das Heißdampfventil, die Niveauregelung geht in Betrieb (Sollwert 45%) und es beginnt die kontinuierliche Erfassung der Leitfähigkeit und der Viskosität des Kristallisorinhaltes. Durch die Wasserverdampfung erfolgt eine Konzentrierung des Einzugsgutes im Kristallisor, bis die Saccharoselösung eine Viskosität von 150 mPa · s, das entspricht einer Übersättigung von etwa 1,15 (Anzeige am Prozeßviskosimeter: 22%), aufweist. Es werden 30 ml Impfsuspension zugegeben.

Anschließend wird die Viskosität auf 200 mPa · s, das entspricht einer Übersättigung von etwa 1,25 (Anzeige am Prozeßviskosimeter: 28%), erhöht. Durch Zugabe von Einzugsgut erfolgt innerhalb von 30 Sekunden eine Absenkung der Viskosität auf 170 mPa · s, das entspricht einer Übersättigung von etwa 1,2 (Anzeige am Prozeßviskosimeter: 24%). Der dabei gemessene Leitfähigkeitswert von 80 µS wird als Sollwert für die Einzugsgutregelung verwendet.

Durch Zugabe der Fortführung des Kristallisationsprozesses konstant gehalten.

Sobald die Viskosität der Kristallsuspension 320 mPa · s (Anzeige am Prozeßviskosimeter: 35%; Kristallgehalt 20%) erreicht hat, wird als Sollwert für die Einzugsgutregelung die Viskosität der Kristallsuspension verwendet.

Der den Prozeß steuernde Rechner ermittelt aus dem zu diesem Zeitpunkt erreichten Niveau (70%) und der Anzeige des Prozeßviskosimeters (35%) die optimale Sollwertverlaufskurve, so daß bei Erreichen des Füllstandes von 100% die Viskosität der Kristallsuspension 6000 mPa · s (Anzeige am Prozeßviskosimeter: 85%) beträgt.

Nach Schließen des Einzugsgutventils erfolgt eine weitere Eindickung bis auf 12000 mPa · s (Anzeige am Prozeßviskosimeter: 95%) und der Kristallisationsprozeß ist beendet.

Ausführungsbeispiel 2

Die Kristallisation von Weißzucker erfolgt in einem Verdampfungskristallisor von 50t Inhalt aus einem Einzugsgut mit einer Reinheit von 94% unter Verwendung von Kristallfuß.

Bei dieser Verfahrensweise werden Mutter- und Tochterchargen kristallisiert, wobei als Führungsgrößen die Leitfähigkeit und Dichte genutzt werden.

Kristallisation der Muttercharge:

Die ersten Verfahrensabschnitte werden wie in Beispiel 1 beschrieben ausgeführt. Ist eine Dichte von 1380 kg/m³, das entspricht einer Übersättigung von etwa 1,25 (Anzeige an der radiometrischen Dichtemessung: 30%), werden 70 ml Impfsuspension dem Kristallisorinhalt zugegeben.

Anschließend wird die Viskosität auf 1388 kg/m³, das entspricht einer Übersättigung von etwa 1,28 (Anzeige an der radiometrischen Dichtemessung: 35%), erhöht und sofort nach dem Erreichen dieses Wertes auf 1375 kg/m³, das entspricht einer Übersättigung von etwa 1,2 (Anzeige an der radiometrischen Dichtemessung: 26%), gesenkt. Der dabei anstehende Leitfähigkeitswert von 80 µS wird analog Beispiel 1 als Sollwert für die Regelung des Einzugsgutes verwendet. Nach Erreichen einer Dichte von 1406 kg/m³, das entspricht einem Kristallgehalt von etwa 25%, wird die Dichte der Kristallsuspension als Führungsgröße genutzt. Analog Beispiel 1 ermittelt der Rechner die optimale Sollwertverlaufskurve von Füllstand zu Dichte. Die Kristallsuspension wird bei Erreichen des Füllstandes von 100% und einer Dichte von 1459 kg/m³ in einen Vorratsbehälter abgefüllt.

Kristallisation der Tochterchargen:

Die ersten Verfahrensschritte werden wie in Beispiel 1 beschrieben ausgeführt. Ist eine Dichte von 1370 kg/m³, das entspricht einer Übersättigung von etwa 1,15, erreicht, wird dem Verdampfungskristallisor soviel Kristallsuspension (Muttercharge) aus

dem Vorratsbehälter zugeführt, daß das Niveau im Verdampfungskristallisator von 45 auf 50% ansteigt. Durch Zugabe von Einzugsgut wird der gemessene Leitfähigkeitswert von $80\ \mu\text{S}$ während der Fortführung des Kristallisationsprozesses konstant gehalten. Sobald die Dichte der Kristallsuspension $1400\ \text{kg}/\text{m}^3$ beträgt, wird als Sollwert für die Einzugsgutregelung die Dichte verwendet.

Der den Prozeß steuernde Rechner ermittelt aus dem zu diesem Zeitpunkt erreichten Niveau und der Anzeige der radiometrischen Dichtemessung die optimale Sollwertverlaufskurve, so daß bei Erreichen des Füllstandes von 100% die Dichte $1460\ \text{kg}/\text{m}^3$ beträgt. Nach Schließen des Einzugsgutventils erfolgt eine weitere Eindickung bis auf $1500\ \text{kg}/\text{m}^3$.