

(19)



(11)

EP 2 743 356 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
09.03.2016 Patentblatt 2016/10

(51) Int Cl.:
C13B 20/16 ^(2011.01) **C13K 5/00** ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **12196712.9**

(22) Anmeldetag: **12.12.2012**

(54) **VERFAHREN ZUR STEIGERUNG DER AUSBEUTE BEI DER LACTOSEHERSTELLUNG (I)**

PROCESS FOR ENHANCING YIELD DURING THE MANUFACTURE OF LACTOSE (I)

PROCÉDÉ D'AUGMENTATION DU RENDEMENT POUR LA FABRICATION DE LACTOSE (I)

(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 RS SE SI SK SM TR**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
18.06.2014 Patentblatt 2014/25

(73) Patentinhaber: **DMK Deutsches Milchkontor
GmbH
27404 Zeven (DE)**

(72) Erfinder: **Döring, Sven-Rainer
27404 Zeven (DE)**

(74) Vertreter: **Fabry, Bernd et al
IP2 Patentanwalts GmbH
Schlossstrasse 523
41238 Mönchengladbach (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
**EP-A2- 0 311 977 WO-A1-2012/047122
DE-A1- 4 113 836**

EP 2 743 356 B1

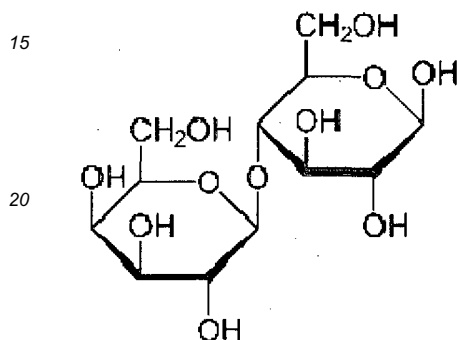
Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung**Gebiet der Erfindung**

- 5 **[0001]** Die Erfindung befindet sich auf dem Gebiet der Molkereiindustrie und betrifft ein verbessertes Verfahren zur Herstellung von Lactose.

Stand der Technik

- 10 **[0002]** Lactose gehört zur Gruppe der Disaccharide und besteht aus den beiden Molekülen D-Galactose und D-Glucose, die über eine β -1,4-glycosidische Bindung verbunden sind.



- [0003]** Lactose ist eine kristalline, farblose Substanz mit süßem Geschmack; die Süßkraft liegt je nach Konzentration zwischen 25 und 60 % der von Saccharose. Lactose stellt einen wichtigen Bestandteil der Milch dar und verfügt über eine Vielzahl von ernährungsphysiologischen Vorteilen. So dient es dem Metabolismus als Energiequelle, unterstützt die Calciumresorption, hemmt die Bildung von Fäulnisbakterien im Darm und wirkt zumindest in größeren Mengen eingenommen, abführend. In der Lebensmitteltechnik wird es vor allem zur Herstellung von Milchsäure und als Texturierungsmittel für Tiefkühlprodukte eingesetzt. Da es Lebensmittel einen cremigen Geschmack verleiht, stellt es ein weit verbreitetes Additiv dar.

- [0004]** Lactose stellt ein Nebenprodukt bei der Herstellung von Proteinpulvern dar. Dabei wird üblicherweise Molke durch Ultrafiltration von Proteinen befreit, die anschließend einer Sprühtrocknung unterworfen werden.

- [0005]** Ein heute übliches Verfahren zur Herstellung von Lactose wird beispielsweise in der internationalen Patentanmeldung WO 2002 050089 A1 (Food Science Australia) beschrieben. Hierzu wird im ersten Verfahrensschritt das bei der Ultrafiltration der Molke gewonnene Permeat durch Umkehrosmose (RO) oder Nanofiltration (NF) aufkonzentriert. Anschließend wird das so gewonnene Konzentrat in zwei Schritten demineralisiert, d.h. zunächst mit einem Erdalkalisalz, üblicherweise einer wässrigen Calciumchloridlösung versetzt, wobei die Mineralien als Calciumphosphat gefällt werden. In der zweiten Fällungsstufe wird die Löslichkeit der Calciumsalze durch Zugabe von niederen Alkoholen weiter herabgesetzt und weiteres Phosphat gefällt. Die Abtrennung der Salze erfolgt dann mit Hilfe von geeigneten Filtrationsvorrichtungen, wie z.B. Membranen, Separatoren oder dergleichen. Anschließend wird die gereinigte Lactoselösung einer Vakuumdestillation unterworfen und auf einen Feststoffgehalt von etwa 65 Gew.-% eingestellt.

- [0006]** Auch das Patent US 4,202,909 beschreibt ein Verfahren zur Gewinnung von Lactose, bei dem man zunächst Molke einer Ultrafiltration unterwirft, das UF-Permeat einer Demineralisierung unterwirft, das Permeat aufkonzentriert und die Lactose dann aus der Mutterlauge abscheidet. Insbesondere wird beschrieben, dass die Mutterlauge dann noch einmal demineralisiert und aufgearbeitet werden kann, um eine weitere Menge Lactose zu gewinnen. Ähnlichen Inhalts ist auch die GB 1575089 B bei der in Beispiel 1 ein Verfahren zur Gewinnung von Lactose beschrieben wird, bei dem man zunächst Molke einer Ultrafiltration unterwirft, das UF-Permeat einer Demineralisierung unterwirft, das Permeat aufkonzentriert und die Lactose dann aus der Mutterlauge abscheidet.

- [0007]** Üblich nach den Verfahren des Stands der Technik ist, dass die Mutterlauge, die etwa 90 Gew.-% Lactose in der Trockenmasse enthält, nach dem Eindampfen in den Kristallisationstank gefördert wird. Dieser wird zum Befüllen geheizt, um die Lactose in Lösung zu halten. Oberhalb von 93,5 °C liegt reine beta-Lactose vor. Beim Abkühlen wandelt sich diese jedoch quantitativ in alpha-Lactose um. Allerdings handelt es sich hier nicht um einen scharfen Phasenübergang, denn zunächst wird eine metastabile Phase durchlaufen, aus der sich dann die alpha-Lactosekristalle abscheiden. Beim weiteren Abkühlen folgt man in der Regel der Sättigungskurve, damit die Kristalle ausreichend Zeit haben zu wachsen.

[0008] Nach dem Beginn des Kristallisationsprozesses wird auf eine Temperatur von 30 bis 40 °C abgekühlt, die Lauge für 1 bis 3 h bei dieser Temperatur ruhen gelassen und dann weiter auf 10 °C abgekühlt. Die Gesamte Kühlzeit beträgt etwa 20 h.

[0009] Problematisch ist, dass bei diesem Kühlverlauf immer wieder Phasen metastabiler Zustände durchschritten werden, bei denen sich erneut frische Kristallkeime bilden können, die jedoch wenig Zeit zum Wachsen haben und sehr klein bleiben. Da bei der Abscheidung der alpha-Lactose Kristalle im Dekanter die frisch gebildeten kleinen Kristalle mit einem Durchmesser von weniger als 80 µm nicht erfasst werden, gehen etwa 17 % der Lactose verloren.

[0010] Durch das Rühren kommt es im Dekanter zudem zu Kristallbruch, wobei wiederum Material entsteht, dass wegen seines zu geringen Teilchendurchmessers nicht abgeschieden werden kann. Auf diese Weise gehen weitere 20 % der Lactose verloren, so dass die Mutterlauge schließlich noch 35 bis 40 % Lactose enthält, die mit hohem Aufwand wieder aufgearbeitet werden muss, um in der Gesamtbetrachtung des Verfahrens zu einer akzeptablen Ausbeute zu gelangen.

[0011] Es liegt auf der Hand, dass jede Verfahrensverbesserung, die dazu führt, dass sich die Restmenge an Lactose in der Mutterlauge verringert, einen erheblichen Einfluss auf die Ökonomie des Verfahrens hätte. Somit hat die Aufgabe der vorliegenden Erfindung darin bestanden, bestehende Verfahren zur Lactoseherstellung dahingehend zu verbessern und die Restmenge an alpha-Lactose, die nach der Kristallisation mit der Mutterlauge verloren geht, auf maximal 20 Gew.-% zu begrenzen.

Beschreibung der Erfindung

[0012] Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Verbesserung der Ausbeute bei der Herstellung von kristalliner alpha-Lactose, bei dem man

(a) eine wässrige Lactoselösung auf eine Temperatur von etwa 62 bis 67 °C einstellt,

(b) die Lösung dann bis auf etwa 20 bis 30 °C abkühlt,

(c) die Lösung bei dieser Temperatur für 0,5 bis 5 h hält,

(d) anschließend die Lösung wieder bis auf etwa 35 bis 40 °C erwärmt,

(e) die Lösung bei dieser Temperatur für 0,5 bis 5 h hält,

(f) anschließend die Lösung bis auf etwa 10 °C abkühlt und

(g) abschließend die ausgefallenen alpha-Lactosekristalle von der Mutterlauge abtrennt.

[0013] Überraschenderweise wurde gefunden, dass durch zwischenzeitliches Aufheizen der Lactoselösung kleine Kristalle und Kristallabrieb wieder in Lösung gehen und damit wieder zur Verfügung stehen, um auf großen Kristallen aufzuwachsen. Auf diese Weise kann der Verlust an Lactose durch Kristallbruch und mangelhaftes Dekantieren etwa halbiert werden, so dass die nach dem Dekantieren zurückbleibende Mutterlauge nur noch einen Lactosegehalt von maximal 20 Gew.-% aufweist.

Lactoselösungen

[0014] Lactoselösungen, die im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens als Ausgangsstoffe für die Gewinnung der alpha-Lactosekristalle in Betracht kommen, werden in der Regel ausgehend von Molke gewonnen. Dazu wird Molke zunächst in eine proteinreiche und eine lactosereiche Fraktion aufgespalten. Das bevorzugte Trennverfahren stellt hierfür die Ultrafiltration (UF) dar, bei der das UF Retentat zur Gewinnung von Proteinen weiterverarbeitet und das UF Permeat für die Gewinnung der Lactose verwendet wird. Typischerweise enthält das UF Retentat etwa 20 Gew.-% Trockenmasse und davon etwa 2 Gew.-% Lactose, der Aschegehalt liegt bei etwa 1 Gew.-%. Das UF Permeat, das zur Herstellung der Lactose weiterverarbeitet wird, weist hingegen eine Trockenmasse von etwa 4,5 bis 5,5 Gew.-% auf, wobei der Gehalt an Lactose bei ca. 4,1 bis 4,6 und der Aschegehalt bei etwa 0,3 bis 0,5 liegt.

[0015] Als optionaler, jedoch im Allgemeinen bevorzugter Schritt, wird das UF Permeat aufkonzentriert, wobei man eine Trockenmasse von etwa 10 bis 30 Gew.-% - entsprechend 10 bis 30 °Brix - einstellt. Dies erfolgt vorzugsweise entweder durch Umkehrosmose (RO) oder Nanofiltration (NF).

[0016] Das UF Permeat weist - gegebenenfalls nach Aufkonzentrieren - einen Gehalt an Mineralien in der Größenordnung von 1 bis 2 Gew.-% auf. Um die Spezifikation, die bei unter 0,3 Gew.-% liegt, erreichen zu können, werden die

Lösungen durch Zugabe von Basen zunächst auf einen annähernd neutralen pH-Wert im Bereich von 6 bis 8 eingestellt und die Mineralien, die im Wesentlichen lösliche Phosphate darstellen mit einer solchen Menge einer Lösung eines wasserlöslichen Calciumsalzes versetzt, dass schwerlösliche Calciumsalze gefällt werden. Zur Einstellung des pH-Wertes und zur Fällung werden NaOH, eine wässrige Zubereitung aus Calciumchlorid und Alkalihydroxid oder Calciumhydroxid eingesetzt. Grundsätzlich können zur Einstellung des pH-Wertes auch andere Alkali- oder Erdalkalibasen, wie z.B.-KOH eingesetzt werden. Auch die Natur des Fällungssalzes ist an sich unkritisch, es lassen sich beispielsweise Bariumsalze fällen. Die Verwendung von Calciumsalzen hat indes den Vorteil, dass das Fällungsmittel kostengünstig und die Salze ein sehr niedriges Löslichkeitsprodukt haben, die Fällung also im Wesentlichen vollständig ist. Auch ohne Zugabe von Fällungsmitteln erfolgt die Demineralisierung in Rührkesseln, wobei es sich als vorteilhaft erwiesen hat, eine Temperatur im Bereich von etwa 50 bis 90 und vorzugsweise von etwa 80 °C einzustellen. Die Fällungszeit liegt typischerweise bei etwa 20 bis 120 und vorzugsweise etwa 30 bis 45 min, wobei diese Angaben nur als Anhaltspunkte zu verstehen sind, da niedrigere Temperaturen längere Reaktionszeiten erfordern und umgekehrt. Nach der Fällung werden die Salze abgetrennt, beispielsweise in Separatoren, welche das größere spezifische Gewicht der gefällten Partikel ausnutzen. Es ist aber ebenso möglich, die Abtrennung beispielsweise durch Membranfilter im Rahmen einer weiteren Ultrafiltration im Bereich 5 bis 150 kDa, vorzugsweise 10 bis 50 kDa vorzunehmen.

[0017] Der gereinigte Strom enthält jetzt typischerweise etwa 15 bis 20, vorzugsweise etwa 17,5 Gew.-% Lactose, während der Aschegehalt bereits auf etwa 0,8 vermindert worden ist. Falls gewünscht oder erforderlich, kann sich nun eine zweite Demineralisierungsstufe anschließen, bei der man dem vorgereinigten Strom eine Menge an niederen Alkoholen, insbesondere an Ethanol zusetzt, um das Löslichkeitsprodukt der noch enthaltenen Calciumsalze weiter herabzusetzen. Auf diese Weise kann im Bedarfsfall eine weitere Menge an Salzen gefällt und wie oben beschrieben abgetrennt werden.

[0018] Als zweiter optionaler, jedoch im Allgemeinen ebenfalls bevorzugter Schritt, wird der demineralisierte lactose-reiche Strom nach Verlassen der Separatoren ein weiteres Mal aufkonzentriert, wobei man einen Feststoffgehalt - im Wesentlichen identisch mit dem Gehalt an Lactose - von etwa 50 bis 70 Gew.-% - entsprechend 40 bis 50 °Brix - einstellt. Dies erfolgt vorzugsweise durch eine Vakuumdeindampfung, bei der das Produkt auf vorzugsweise etwa 65 Gew.-% entwässert und gegebenenfalls auch Alkohol aus der Demineralisierungsstufe abgetrennt wird. Die so erhaltenen wässrigen Lactoselösungen können nun in die Kristallisationsstufe eingesetzt werden.

Verfahrensdurchführung

[0019] Im ersten Schritt des Verfahrens wird eine Lactoselösung, die wie oben beschrieben erhältlich ist und etwa 60 bis 95 und vorzugsweise etwa 85 bis 90 Gew.-% Lactose in der Trockenmasse aufweist, in einen vorgeheizten Kristallisationstank gepumpt. Dies kann anlagenspezifisch kontinuierlich oder batchweise erfolgen. Die Mutterlauge kann vor dem Befüllen des Tanks auf eine Temperatur oberhalb von 93,5 °C eingestellt werden, um die Bildung von alpha-Lactose zu verhindern; dies ist jedoch nicht zwingend. Es können auch Mutterlaugen eingesetzt werden, bei denen die Umwandlung von beta- in alpha-Lactose schon begonnen hat. Im Tank wird die Lösung dann auf 62 bis 67 und vorzugsweise etwa 63 bis 65 °C. abgekühlt. Dazu reicht es aus, die heiße Lactoselösung sich einfach an die Starttemperatur des Kristallisationstanks anpassen zu lassen, was innerhalb von 1 bis 2 h üblicherweise der Fall ist.

[0020] Als dann wird die Lactoselösung kontinuierlich mit einer Geschwindigkeit von etwa 1 bis 5 °K/h bis auf 20 bis 30 und vorzugsweise etwa 23 bis 26 °C abgekühlt und dort für etwa 0,5 bis 5 und vorzugsweise etwa 1 bis 3 h gehalten. Bei diesem Temperaturverlauf werden immer wieder metastabile Phasen durchschritten, in denen auch beta-Lactose stabil ist bzw. alpha-Lactose wieder in beta-Lactose umgewandelt wird. Es entstehen damit wieder neue Kristallkeime die bei weiterer Abkühlung kaum Chancen haben eine hinreichende Größe zu erreichen, um im Dekanter abgetrennt werden zu können. Deshalb wird die Lösung im nächsten Schritt wieder leicht erwärmt, nämlich bis auf etwa 35 bis 40 und vorzugsweise etwa 36 bis 38°C. Bei dieser Temperatur wird die Lösung wiederum etwa 0,5 bis 5 und insbesondere etwa 1 bis 3 h belassen. Die Erwärmung erfolgt wieder mit einer Geschwindigkeit von etwa 1 bis 5 °K/h.

[0021] Durch diese Maßnahmen werden die Kristallkeime wieder in Lösung gebracht und haben nun die Möglichkeit auf den größeren Kristallen aufzuwachsen. Dazu wird die Lösung nun mit einer Geschwindigkeit von etwa 1 bis 3 °K/h auf etwa 10 °C, vorzugsweise 5 bis 10 °C abgekühlt und bei dieser Temperatur für etwa 12 bis 15 h gehalten, so dass die alpha-Lactosekristalle hinreichend Zeit haben sich abzuschneiden.

[0022] Insgesamt ist für das Durchlaufen des gesamten Kühlprozesses eine Zeit von etwa 18 bis 24 und vorzugsweise etwa 20 h anzusetzen. Anschließend werden die Lactosekristalle von der Mutterlauge getrennt, was vorzugsweise mit Hilfe von Dekantern die nach dem Zentrifugalprinzip arbeiten erfolgt. Grundsätzlich ist aber auch jedes andere Bauteil, mit dessen Hilfe eine Fest/Flüssig-Trennung möglich ist, für diesen Schritt geeignet. Dazu gehören beispielsweise auch Separatoren, die mit Membranen arbeiten. Die Lactosekristalle, an denen noch Mutterlauge anhaftet, werden im Anschluss schonend getrocknet, wozu sich insbesondere Bandtrockner als geeignet erwiesen haben.

Gewerbliche Anwendbarkeit

[0023] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Patentanmeldung betrifft eine Mutterlauge mit einem Gehalt an alpha-Lactose von etwa 15 bis 20 Gew.-%, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältlich ist.

[0024] Ebenfalls von der Erfindung umschlossen ist ein Verfahren zur Herstellung von Lactose, bei dem man

(i) Molke einem Trennverfahren unterwirft, bei dem eine proteinreiche und eine lactosereiche Fraktion erhalten wird,

(ii) die lactosereiche Fraktion gegebenenfalls nach Aufkonzentrierung (Hauptstrom) einer Demineralisierung unterwirft, bei der schwerlösliche Salze gefällt werden,

(ii) den demineralisierten Rückstand gegebenenfalls nach weiterer Aufkonzentrierung abkühlt, bis Lactose kristallin ausfällt,

(iii) die Lactosekristalle von der Mutterlauge abtrennt und entwässert, welches sich dadurch auszeichnet, dass man

(a) die erste Mutterlauge auf eine Temperatur von etwa 62 bis 67 °C einstellt,

(b) die Lösung dann bis auf etwa 20 bis 30 °C abkühlt,

(c) die Lösung bei dieser Temperatur für 0,5 bis 5 h hält,

(d) anschließend die Lösung wieder bis auf etwa 35 bis 40 °C erwärmt,

(e) die Lösung bei dieser Temperatur für 0,5 bis 5 h hält,

(f) anschließend die Lösung bis auf etwa 10 °C abkühlt und

(g) abschließend die ausgefallenen alpha-Lactosekristalle von der zweiten Mutterlauge abtrennt.

Beispiele**Vergleichsbeispiel V1**

[0025] Eine Lactose-Mutterlauge mit einem Gehalt von 89,5 Gew.-% in der Trockenmasse wurde mit einer Temperatur von etwa 95 °C in einen vorgeheizten Kristallisationstank gegeben, dort mit einer Geschwindigkeit von etwa 3 °K/h innerhalb von etwa 1 h auf 65 °C abgekühlt und für eine knappe Stunde gehalten, ehe die Lösung wiederum mit einer Geschwindigkeit von etwa 3 °K/h innerhalb von etwa 1 h auf 25 °C abgekühlt wurde. Dort wurde die Lösung weitere 3 h bei der Temperatur gehalten und dann mit einer Geschwindigkeit von 1 °K/h innerhalb 1 h bis auf 10 °C abgekühlt. Mit dem Beginn der Kristallabscheidung wurde die Lösung etwa 15 h bei dieser Temperatur gehalten, die ausgefallenen alpha-Lactosekristalle in einem Dekanter abgetrennt und auf einem Bandrockner von anhaftender Feuchtigkeit befreit. Die zurückbleibende Mutterlauge wies einen Restgehalt von 34,7 Gew.-% Lactose auf. Das Temperatur/Zeit-Profil ist in **Abbildung 1** wiedergegeben.

Beispiel 1

[0026] Die Lactose-Mutterlauge aus Vergleichsbeispiel V1 wurde mit einer Temperatur von etwa 95 °C in einen vorgeheizten Kristallisationstank gegeben, dort mit einer Geschwindigkeit von etwa 3 °K/h innerhalb von etwa 1 h auf 65 °C abgekühlt dort für eine knappe Stunde gehalten, ehe die Lösung wiederum mit einer Geschwindigkeit von etwa 3 °K/h innerhalb von etwa 1 h auf 25 °C abgekühlt wurde. Dort wurde die Lösung weitere 3 h bei der Temperatur gehalten und dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 3 °K/h wieder auf 37 °C erwärmt. Die Lösung wurde weitere 3 h bei dieser Temperatur gehalten und dann mit einer Geschwindigkeit von 1 °K/h innerhalb 1 h bis auf 10 °C abgekühlt. Mit dem Beginn der Kristallabscheidung wurde die Lösung etwa 12 h bei dieser Temperatur gehalten, die ausgefallenen alpha-Lactosekristalle in einem Dekanter abgetrennt und auf einem Bandrockner von anhaftender Feuchtigkeit befreit. Die zurückbleibende Mutterlauge wies einen Restgehalt von 18,4 Gew.-% Lactose auf. Das Temperatur/Zeit-Profil ist in **Abbildung 2** wiedergegeben.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Verbesserung der Ausbeute bei der Herstellung von kristalliner alpha-Lactose, bei dem man

(a) eine wässrige Lactoselösung auf eine Temperatur von etwa 62 bis 67 °C einstellt,

- (b) die Lösung dann bis auf etwa 20 bis 30 °C abkühlt,
- (c) die Lösung bei dieser Temperatur für 0,5 bis 5 h hält,
- (d) anschließend die Lösung wieder bis auf etwa 35 bis 40 °C erwärmt,
- (e) die Lösung bei dieser Temperatur für 0,5 bis 5 h hält,
- (f) anschließend die Lösung bis auf etwa 10 °C abkühlt und
- (g) abschließend die ausgefallenen alpha-Lactosekristalle von der Mutterlauge abtrennt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Lactoselösung in Schritt (a) auf 63 bis 65 °C einstellt.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und/oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Lösung in Schritt (b) mit einer Geschwindigkeit von etwa 1 bis 5 °K/h abkühlt.

4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Lösung in Schritt (b) bis auf bis auf 23 bis 26 °C abkühlt.

5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Lösung in Schritt (c) für etwa 1 bis 3 h bei der Temperatur hält.

6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Lösung im Schritt (d) auf etwa 36 bis 38 °C erwärmt.

7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Lösung im Schritt (d) für etwa 1 bis 3 h bei dieser Temperatur hält.

8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Lösung in Schritt (f) mit einer Geschwindigkeit von etwa 1 bis 5 °K/h abkühlt.

9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Temperaturprofil umfassend die Schritte (a) bis (g) innerhalb einer Zeitspanne von etwa 18 bis 24 h durchlaufen wird.

10. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die alpha-Lactosekristalle mit Hilfe eines Dekanters abgetrennt werden.

11. Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** die abgetrennten alpha-Lactosekristalle mit Hilfe eines Bandrockners entwässert werden.

12. Mutterlauge mit einem Gehalt an alpha-Lactose von etwa 15 bis 20 Gew.-%, erhältlich nach dem Verfahren nach Anspruch 1.

13. Verfahren zur Herstellung von kristalliner alpha-Lactose, bei dem man

- (i) Molke einem Trennverfahren unterwirft, bei dem eine proteinreiche und eine lactosereiche Fraktion erhalten wird,
 - (ii) die lactosereiche Fraktion gegebenenfalls nach Aufkonzentrierung Hauptstrom) einer Demineralisierung unterwirft, bei der schwerlösliche Salze gefällt werden,
 - (ii) den demineralisierten Rückstand gegebenenfalls nach weiterer Aufkonzentrierung abkühlt, bis Lactose kristallin ausfällt,
 - (iii) die Lactosekristalle von der ersten Mutterlauge abtrennt und entwässert,
- dadurch gekennzeichnet, dass** man

- (a) die erste Mutterlauge auf eine Temperatur von etwa 62 bis 67 °C einstellt,
- (b) die Lösung dann bis auf etwa 20 bis 30 °C abkühlt,
- (c) die Lösung bei dieser Temperatur für 0,5 bis 5 h hält,
- (d) anschließend die Lösung wieder bis auf etwa 35 bis 40 °C erwärmt,
- (e) die Lösung bei dieser Temperatur für 0,5 bis 5 h hält,
- (f) anschließend die Lösung bis auf etwa 10 °C abkühlt und
- (g) abschließend die ausgefallenen alpha-Lactosekristalle von der zweiten Mutterlauge abtrennt.

Claims

1. A method for improving the yield during the production of crystalline alpha lactose, **characterized in that**

- (a) an aqueous lactose solution is adjusted to a temperature of between about 62 and 67 °C,
- (b) the solution is then cooled down to between 20 and 30 °C,
- (c) the solution is held at this temperature for a period of from 0.5 to 5 h,
- (d) subsequently, the solution is re-heated to between 35 and 40 °C,
- (e) the solution is held at this temperature for a period of from 0.5 to 5 h,
- (f) subsequently, the solution is cooled down to about 10 °C, and
- (g) the precipitated alpha-lactose crystals are separated from the mother liquor.

2. The method of Claim 1, **characterized in that** the lactose solution under step (a) is adjusted to between 63 °C and 65 °C.

3. The method of Claim 1 and/or 2, **characterized in that** the solution under step (b) is cooled down at a rate of from about 1 to 5 °K/h.

4. The method of at least one of Claims 1 to 3, **characterized in that** the solution under step (b) is cooled down to between 23 and 26 °C.

5. The method of at least one of Claims 1 to 4, **characterized in that** the solution under step (c) is held at this temperature for a period of about 1 to 3 h.

6. The method of at least one of Claims 1 to 5, **characterized in that** the solution under step (d) is heated to between about 36 and 38 °C.

7. The method of at least one of Claims 1 to 6, **characterized in that** the solution under step (d) is held at this temperature for a period of about 1 to 3 h.

8. The method of at least one of Claims 1 to 7, **characterized in that** the solution under step (f) is cooled down at a rate of about 1 to 5 °K/h.

9. The method of at least one of Claims 1 to 8, **characterized in that** the temperature profile comprising steps (a) to (g) is passed through within a period of about 18 to 24 h.

10. The method of at least one of Claims 1 to 9, **characterized in that** the alpha lactose crystals are separated by means of a decanter.

11. The method of Claim 10, **characterized in that** the separated alpha lactose crystals are dehydrated by means of a belt dryer.

12. Mother liquor with a content in alpha-lactose of from about 15 to 20 % b.w., obtainable by the method of Claim 1.

13. A method for the production of crystalline alpha-lactose, **characterized in that**

- (i) Whey is subjected to a separation process in which a protein-rich and a lactose-rich fraction is obtained,
- (ii) The lactose-rich fraction is optionally after concentrating the main flow subjected to demineralisation in which slowly soluble salts are precipitated,
- (iii) The demineralised residue is cooled down until lactose precipitates in crystalline form,
- (iv) The lactose crystals are separated from the mother liquor and evaporated, **characterized in that**

- (a) The first mother liquor is adjusted to a temperature of between about 62 and 67 °C,
- (b) The solution is then cooled down to between about 20 and 30 °C,
- (c) The solution is held at this temperature for a period of from 0.5 to 5 h,
- (d) Subsequently, the solution is re-heated to between about 35 and 40 °C,
- (e) The solution is held at this temperature for a period of from 0.5 to 5 h,
- (f) Subsequently, the solution is cooled down to about 10 °C, and

(g) The precipitated alpha-lactose crystals are separated from the second mother liquor.

Revendications

1. Procédé d'amélioration du rendement lors de la fabrication d'alpha-lactose cristallin, selon lequel
 - (a) une solution aqueuse de lactose est ajustée à une température d'environ 62 à 67 °C, puis
 - (b) la solution est refroidie à une température d'environ 20 à 30 °C,
 - (c) la solution est maintenue à cette température pendant 0,5 à 5 h, puis
 - (d) la solution est de nouveau portée à une température d'environ 35 à 40 °C,
 - (e) la solution est maintenue à cette température pendant 0,5 à 5 h, puis
 - (f) la solution est refroidie à environ 10 °C, et enfin
 - (g) les cristaux d'alpha-lactose précipités sont séparés de la liqueur mère.
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la solution de lactose est ajustée à une température de 63 à 65 °C à l'étape (a).
3. Procédé selon les revendications 1 et/ou 2, **caractérisé en ce que** la solution est refroidie à une vitesse d'environ 1 à 5 °K/h à l'étape (b).
4. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** la solution est refroidie à une température de 23 à 26 °C à l'étape (b).
5. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** la solution est maintenue à la température pendant environ 1 à 3 h à l'étape (c).
6. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** la solution est portée à une température d'environ 36 à 38 °C à l'étape (d).
7. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** la solution est maintenue à cette température pendant environ 1 à 3 h à l'étape (d).
8. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** la solution est refroidie à une vitesse d'environ 1 à 5 °K/h à l'étape (f).
9. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** le profil de température comprenant les étapes (a) à (g) est traversé en une durée d'environ 18 à 24 h.
10. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** les cristaux d'alpha-lactose sont séparés à l'aide d'un décanteur.
11. Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** les cristaux d'alpha-lactose séparés sont déshydratés à l'aide d'un séchoir à bande.
12. Liqueur mère ayant une teneur en alpha-lactose d'environ 15 à 20 % en poids, pouvant être obtenue par le procédé selon la revendication 1.
13. Procédé de fabrication d'alpha-lactose cristallin, selon lequel
 - (i) du lactosérum est soumis à un procédé de séparation, lors duquel une fraction riche en protéines et une fraction riche en lactose sont obtenues,
 - (ii) la fraction riche en lactose est soumise, éventuellement après une concentration du courant principal, à une déminéralisation lors de laquelle des sels difficilement solubles sont précipités,
 - (iii) le résidu déminéralisé est refroidi, éventuellement après une concentration supplémentaire, jusqu'à la précipitation de lactose cristallin,
 - (iv) les cristaux de lactose sont séparés de la première liqueur mère et déshydratés, **caractérisé en ce que**

EP 2 743 356 B1

- (a) la première liqueur mère est ajustée à une température d'environ 62 à 67 °C, puis
- (b) la solution est refroidie à une température d'environ 20 à 30 °C,
- (c) la solution est maintenue à cette température pendant 0,5 à 5 h, puis
- (d) la solution est de nouveau portée à une température d'environ 35 à 40 °C,
- (e) la solution est maintenue à cette température pendant 0,5 à 5 h, puis
- (f) la solution est refroidie à environ 10 °C, et enfin
- (g) les cristaux d'alpha-lactose précipités sont séparés de la seconde liqueur mère.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

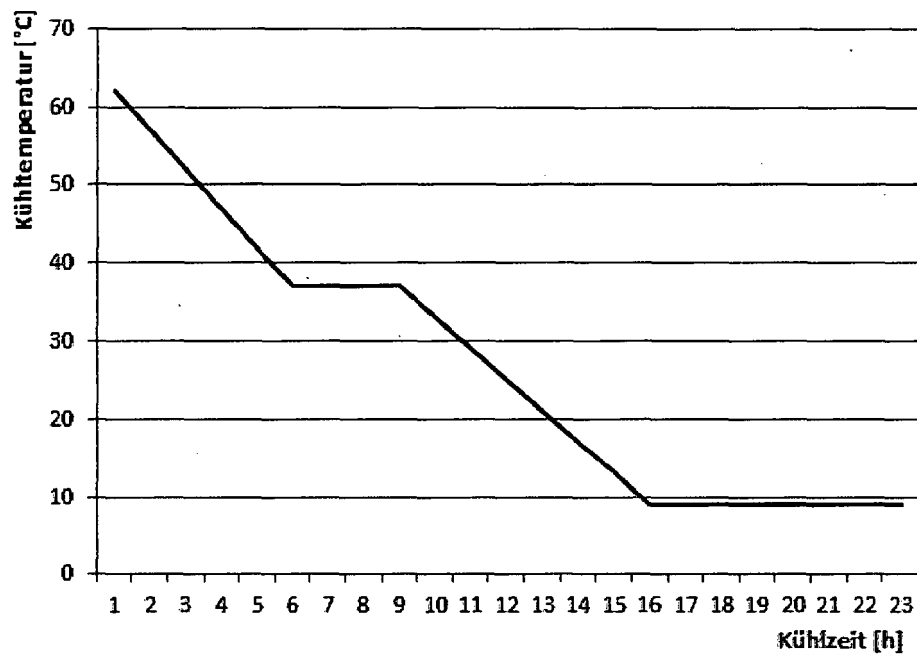


Abb.1
Abkühlkurve gemäß Stand der Technik

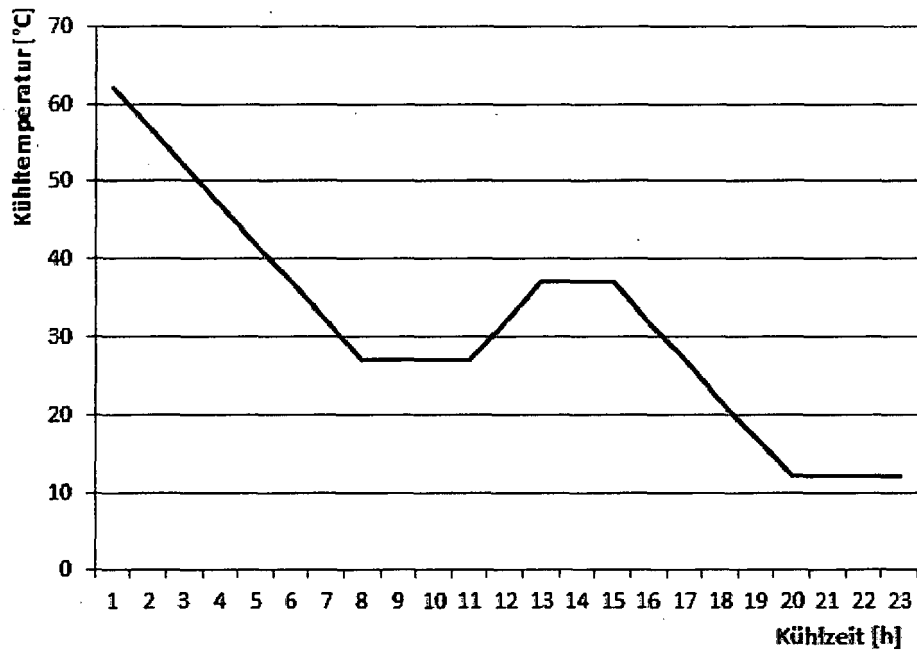


Abb.2
Abkühlkurve gemäß Erfindung

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 2002050089 A1 [0005]
- US 4202909 A [0006]
- GB 1575089 B [0006]