



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11) 205 931

Int.Cl.³ 3(51) C 13 K 1/08

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 13 K/ 2417 355 (22) 19.07.82 (44) 11.01.84

- (71) siehe (72)
(72) KRELL, LOTHAR, DR.-ING.; KUENNE, HANS-JOACHIM, DR.-ING.; SACHSE, JOACHIM, DR.-ING.;
KLIEFOTH, JOERG, DIPL.-ING.; DD;
MOERL, LOTHAR, DR.-ING.; SCHUART, LOTHAR, PROF. DR. SC. TECHN.;
KEMPA, WILLI, DIPL. AGR. ING.-OEK.; BRIX, UDO; DD;
SCHMIDT, JOERG, DIPL.-ING.; DD;
(73) siehe (72)
(74) DIPL.-JUR. R. KEJWAL VEB SKET MAGDEBURG BUERO F. SCHUTZRECHTE 3011 MAGDEBURG
MARIENSTR. 20

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES GRANULIERTEN GLUKOSEPRODUKTES

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines granulierten Glukoseproduktes aus hochverzuckerter Glukoselösung — Totalzuckerlösung. Erfindungsgemäß soll ein Glukosegranulat mit hervorragenden Gebrauchswerteigenschaften, wie Rieselfähigkeit, guter Lagerstabilität und Schüttdichte durch die kontinuierlichen Verfahrensabläufe Trocknung, Granulierung und Kühlung, ohne Mutterlaugenrest, verfärbungsfrei weiß hergestellt werden. Durch direktes Versprühen von unbehandelter Totalzuckerlösung, mit gleichzeitiger Zugabe von arteigenem, agglomerierbarem Produkt auf fluidisierte Granulate, wird durch kontinuierliche Kristallisation zu wählbaren Granulatdurchmessern, bei gleichzeitiger Granulattrocknung in einer Wirbelschicht, mit nachfolgender Klassierung und Kühlung in einem Fließbettkühler, das Glukosegranulat gefertigt. Die Erfindung ist insbesondere zur Herstellung von Traubenzucker anwendbar.

241735 5

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung eines granulierten Glukose-
produktes

Anwendungsgebiet der Erfindung

- 05 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur gleichzeitigen
Trocknung und Granulierung sowie anschließenden Kühlung
von Glukosegranulaten aus hochverzuckerter Glukoselösung -
Totalzuckerlösung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

- 10 Aus der US-PS 3 567 513 ist die Herstellung eines freifließenden
Glukoseproduktes aus einer Glukoselösung durch Sprühtrocknung
bekannt, wobei ein Teil der getrockneten Produkte mit dem Glu-
kosesirup in einem Vorlagebehälter vermischt wird, um als Sus-
pension für die weitere Verarbeitung dem Sprühturm, nach be-
15 reits begonnener Kristallisation in einem weiteren, mit me-
chanischem Rührwerk ausgerüstetem Vorlagebehälter, zugeführt
zu werden. Die Umwandlung von körniger zu homogener Konsistenz
der Suspension erfolgt in einer Zeitdauer bis zu 24 h. Die
Lösung wird nach der Umwandlungszeit, aber vor dem Trocknen,
20 einem Mahlgang unterzogen.
Nachteilig bei diesem Verfahren wirkt sich die Zwischenlage-
rung der Glukosesuspension zur Einleitung des Umwandlungspro-
zesses der enthaltenen Zucker über mehrere Stunden aus, da da-
bei bereits der Kristallisationsprozeß beginnt. Zur Herstellung
25 einer gleichmäßigen Konsistenz für das Verarbeiten im Sprühturm
muß vorher eine Homogenisierung erfolgen.

Es werden mit diesem Verfahren Produkte mit geringer Schüttdichte hergestellt. Der Verfahrensprozeß ist unkontinuierlich und durch die zur Durchführung des Verfahrens verwendeten Anlagen (Rührwerke, Kugelmühle, mechanische Pumpen) stör anfälliger.

Aus der DE-AS 15 67 334 ist ferner ein Verfahren zur Gewinnung von Dextrose-Hydrat durch isotherme Kristallisation, die in zwei Stufen und diskontinuierlich durchgeführt wird, bekannt. In der ersten Stufe erfolgt eine Saatkristallbildung aus einer bewegten, übersättigten Lösung bzw. Dicksaft. In der zweiten Stufe sollen die gebildeten Saatkristalle ohne wesentliche Neubildung von Kristallen wachsen. Dieser Vorgang wird mit anfänglicher Dicksaftzugabe und ständigem Rühren bei konstanter Temperatur - isothermer Kristallisation - bis zum Abbau der Übersättigung durchgeführt. Die Dauer der Kristallisation in Abhängigkeit der Kristallgröße 10 - 24 Stunden.

Das Verfahren ist diskontinuierlich und die Einstellung der Kristallgröße kompliziert. Der Prozeß ist zweistufig und zusätzlich muß das Produkt noch getrocknet werden. Der Anfall an Mutterlauge am Ende des Kristallisationsprozesses wirkt sich nachteilig aus.

Durch die DE-OS 28 36 197 ist ein Verfahren zum Trocknen komplexer Zuckerlösungen in einem erhitzten Gasstrom - Sprühtrocknung - mit festgelegten Eintritts- und Austrittstemperaturbereichen und in Gegenwart von getrennt eingeführten, im Kreislauf umlaufenden konditionierten Feststoffen, die dem 1- bis 10-fachen des in der Lösung enthaltenen Trockensubstanzanteiles entsprechen, bekannt.

In einer 2. Stufe wird der Wassergehalt des Feststoffes soweit vermindert, daß er nicht mehr als 0,5 % beträgt. Für das Verfahren wird beansprucht, daß das Produkt nach der 2. Stufe in die 1. Trockenstufe in Gegenwart versprühter Zuckerlösung zurückgeführt wird.

Um die notwendige Lagerstabilität des Produktes zu erreichen, ist eine Nach Trocknung in der 2. Stufe notwendig. Die Erhöhung der Produktdichte und der Teilchendurchmesser ist nur durch zusätzliche Preßgranulation möglich, wobei eine geringere mechanische Festigkeit erreicht wird.

Bekannt ist auch durch die DE-OS 15 67 330, daß die gesamte Dextroseflüssigkeit ohne Bildung von Mutterlauge kristallisiert wird und beseitigt die Kristallisatoren, woraus folgt, daß auch das Zentrifugieren der Kristalle, um sie von der Mutterlauge abzutrennen, eingespart wird. Es wurde ein Verfahren geschaffen, um Dextrosekristalle zu erhalten, welche im wesentlichen aus Dextrosehydrat bestehen, und zwar aus dextrosehaltigen Flüssigkeiten, insbesondere solchen, wie sie durch enzymatische Hydrolyse von Stärke erzeugt werden.

05 Zur vollständigen Kristallisation wird unter langsamem Rühren und Einwirkung von Kaltluft 2,5 Stunden konditioniert. Das getrocknete Produkt wird nachfolgend zur Zerkleinerung über eine Kalibrierwalze geleitet und in einem Sieb in Agglomerate für die Rückführung zum Prozeßbeginn und in fei-

15 nes Produkt zur Mahlung und Trocknung getrennt. Das gemahlene und getrocknete Produkt wird mit einer Siebung in feines Material, das als Dextrosesaat dient, in groben Rückstand zur erzeugten Mahlung und das eigentliche Endprodukt aufgeteilt. Es wird zwar bei dem Verfahren versucht, die Klebrigkeit in

20 einem solchen Grad zu vermeiden, daß die Agglomerate nicht beschädigt werden, doch schon bei etwas mehr als 33 % Flüssigkeit ist die Klebrigkeit der Agglomerate nicht mehr zu handhaben. Das Verfahren ist ein energieintensives, mehrstufiges, teilweise kontinuierliches Verfahren unter Verwendung eines

25 hohen apparativen Aufwandes mit großem Platzbedarf. Eine Gruppe von Verfahren des bekannten Standes der Technik beinhaltet Verfahrensschritte, die zur Kristallisation der Dextrose-Glukose das Abstellenlassen einer angeimpften Mutterlauge über mehrere Stunden erfordern und damit periodische Verfahrensschritte

30 darstellen. Bei diesen Verfahren ist auch die Korngröße im Herstellungsprozeß nicht bzw. nur durch zusätzliche Verfahrensschritte einstellbar. Bei einer Vielzahl bekannter Verfahren wird die Glukose- bzw. Dextrodelösung zur Trocknung, bei gleichzeitiger Zugabe von Agglomerationsbildnern, ver-

35 sprüht, wobei die Glukoselösung mit diskontinuierlichen Verfahrensschritten vorbereitet wird.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, durch ein kontinuierliches Verfahren Glukosegranulate mit hervorragenden Gebrauchswerteigenschaften, wie Rieselfähigkeit, guter Lagerstabilität und Schütt-
05 dichte, bei gleichzeitig verringertem Anlagen- und Energieaufwand, herzustellen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Erfindung stellt sich die Aufgabe, ein Verfahren zur Herstellung eines granulierten Glukoseproduktes aus hochverzucker-
10 ter Glukose-Totalzuckerlösung zu entwickeln, bei dem das Produkt in einem durchgängig kontinuierlichen Prozeß mit den Verfahrensabläufen Trocknung, Granulierung und Kühlung ohne Mutterlaugenrest, verfärbungsfrei weiß und ohne Geschmacksbeeinträchtigung aus einer Lösung vollständig zu Fertiggranulaten
15 mit wahlweise einstellbarem Korngrößenspektrum hergestellt wird.

Erfindungsgemäß wurde die Aufgabe dadurch gelöst, daß durch direktes Versprühen von unbehandelter Glukoselösung mit gleichzeitiger Zugabe von arteigenem, agglomerierbarem Produkt auf
20 fluidisierte Granulate, die kontinuierliche Kristallisation der Glukoselösung zu wählbaren Granulatdurchmessern, bei gleichzeitiger Granulationstrocknung und Agglomeration in einer Wirbelschicht mit nachfolgender Klassierung und Kühlung in der gleichen Wirbelschichtgranulattrockenanlage erfolgt,
25 wobei die hochverzuckerte Glukoselösung, mit einem Trockensubstanzanteil von 25 - 88 %, gleichmäßig auf eine Wirbelschicht mit einem Füllungsgrad von 20 - 40 % eingedüst wird, bei einer vorherrschenden Wirbelschichttemperatur < 373 K in der Wirbelschicht 30 min verweilt, über einen Klassieren-
30 den zentralen Abzug die definierten großen Teilchen mit vorzugsweise 328 K die Wirbelschicht verlassen, bis auf ca. 298 K gekühlt und als vollständig staubfreies, granuliertes Fertigprodukt der Verwendung zugeführt werden kann.

Es gehört mit zur Erfindung, daß klassierte Korngrößen
35 $d \leq 0,5$ mm über die innere Rückführung und bis zu 1 % der Schichtmasse Korngrößen $d \leq 0,05$ mm aus der Trockenzyklon-

abscheidung als Agglomerationsmaterial über die äußere Rückführung der Wirbelschicht zugeführt bzw. als staubförmiges Fertigprodukt verwendet wird.

Erfindungsgemäß werden zur Beschleunigung des Granulations-
05 prozesses und damit Erhöhung der Durchsatzleistung vorzugsweise bis 66 % staubfreies, gekühltes Fertiggranulat, nach mechanischer Zerkleinerung, als Trockensubstanz über eine separate Rückführung der Wirbelschicht zugeführt.

Ausführungsbeispiel

10 Die erfindungsgemäße Lösung wird anhand eines Ausführungsbeispielles näher erläutert.

Einem Behälter mit einem Fassungsvermögen von 600 l werden
26 kg/h wäßrige Totalzuckerlösung mit einer Temperatur von
333 K und einer Feststoffkonzentration von 87 Massenprozen-
15 ten sowie einem pH-Wert von 4,3 zugeführt. Nach einer Reifezeit von 30 Minuten strömt die Lösung in eine Dosierpumpe, wo der Druck auf 25 bar erhöht wird. Die Temperatur, Feststoffkonzentration und pH-Wert bleiben dabei konstant.

Mit einem Druck von 25 bar wird die Lösung durch eine Rohr-
20 leitung einer Düse zugeführt, die in einem Wirbelschichtgranulierapparat angeordnet ist. Im Wirbelschichtgranulierapparat wird die Totalzuckerlösung auf die Feststoffoberfläche der fluidisierten Granulate verdüst, wodurch diese anwachsen. Die Temperatur der Feststoffgranulate beträgt
25 in der Wirbelschicht 336 K. Zur Aufrechterhaltung des Granuliertrocknungsprozesses werden über eine Schnecke der Wirbelschicht 36 kg/h arteigene Granulate mit einem mittleren Durchmesser von 0,2 mm und einem Feuchtigkeitsgehalt von 1,5 Massenprozent zugeführt. Nachdem die Granulate in
30 der Schicht einen Durchmesser von 2 mm erreicht haben, verlassen sie über einen klassierenden Abzug staubfrei die Wirbelschicht. Die Temperatur dieser Granulate beträgt 336 K und der Feuchtigkeitsgehalt 1,5 Massenprozent.

Die Granulate werden über eine Zellenradschleuse in einen
35 Fließbettkühler gefördert. Hier erfolgt eine Abkühlung der Granulate durch angesaugte Umgebungsluft auf 303 K. Der

Der Mengenstrom von 58 kg/h wird in zwei Produktströme getrennt, wobei 22 kg/h als Endprodukt mit einem Wassergehalt von 1,5 Massenprozent und einem Durchmesser von 2 mm der Lagerung zugeführt werden. Der restliche Produktstrom von 36 kg/h wird in ein geeignetes Zerkleinerungsaggregat gefördert, auf einen mittleren Durchmesser von 0,2 mm zerkleinert und zur Aufrechterhaltung des Granulierprozesses in die Wirbelschicht über die bereits genannte Schnecke zugeführt. Darüber hinaus werden klassierte Korngrößen $d \leq 0,05$ mm bis zu 1 % der Schichtmasse aus der Trockenzyklonabscheidung als Agglomerationsmaterial der Wirbelschicht zugeführt bzw. kann dieses klassierte Material als staubförmiges Fertigprodukt verwendet werden.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung eines Glukoseproduktes aus hochverzuckerter Glukoselösung in einem durchgängig kontinuierlichen Prozeß, gekennzeichnet dadurch, daß durch direktes Versprühen von unbehandelter Glukoselösung mit gleichzeitiger Zugabe von arteigenem, agglomerierbarem Produkt auf fluidisierte Granulate die kontinuierliche Kristallisation der Glukoselösung zu wählbaren Granulatdurchmessern, bei gleichzeitiger Granulationstrocknung in einer Wirbelschicht, mit nachfolgender Klassierung und Kühlung durchgeführt wird.
2. Verfahren zur Herstellung eines Glukoseproduktes nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die hochverzuckerte Glukoselösung mit einem Trockensubstanzanteil von 25.- 88 % gleichmäßig auf die Wirbelschicht mit einem Füllungsgrad von 20 - 40 % eingedüst wird.
3. Verfahren zur Herstellung eines Glukoseproduktes nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß bei einer vorherrschenden Wirbelschichttemperatur < 373 K die Lösung in der Wirbelschicht 20 - 40 min verweilt.
4. Verfahren zur Herstellung eines Glukoseproduktes nach Punkt 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß das granulierten Glukoseprodukt bei einem mittleren Durchmesser von 2 mm, einem Feuchtigkeitsgehalt von 1,5 Massenprozent mit einer vorzugsweisen Temperatur von 328 K die Wirbelschicht verläßt, bis auf 298 K gekühlt und als staubfreies Produkt der Verwendung zugeführt wird.
5. Verfahren zur Herstellung eines Glukoseproduktes nach Punkt 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß klassierte Korngrößen $d \leq 0,05$ mm aus der Trockenzyklonabscheidung der Wirbelschicht als Agglomerationsmaterial zugeführt werden.

6. Verfahren zur Herstellung eines Glukoseproduktes nach Punkt 5, gekennzeichnet dadurch, daß das klassierte Glukoseprodukt mit der Korngröße $d \leq 0,05$ mm aus der Trockenzyklonabscheidung als staubförmiges Fertigprodukt verwendet wird.
- 05
7. Verfahren zur Herstellung eines Glukoseproduktes nach Punkt 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß zur Erhöhung der Durchsatzleistung vorzugsweise 66 % staubfreies gekühltes Fertiggranulat, nach mechanischer Zerkleinerung, als Trockensubstanz über eine separate Rückführung der Wirbelschicht zugeführt wird.
- 10