

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 2028/89

(22) Anmeldetag: 29. 8.1989

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 6.1996

(45) Ausgabetag: 27. 1.1997

(51) Int.Cl.⁶ : **A23L 1/221**
A23L 1/09, 1/304

(56) Entgegenhaltungen:

EP 0102256A2 US 4006032A FR 943976A

(73) Patentinhaber:

YBBSTALER FRUCHTSAFT GESELLSCHAFT M.B.H.
A-3363 ULMERFELD-HAUSMENING, NIEDERÖSTERREICH (AT).

(72) Erfinder:

BRUCH RICHARD L. ING.
WEISSENKIRCHEN, NIEDERÖSTERREICH (AT).

(54) VERFAHREN ZUR BEHANDLUNG VON ENTAROMATISIERTEN FRUCHT- BZW. GEMÜSESÄFTEN

(57) Verfahren zur Auftrennung der Inhaltsstoffe von entaromatisierten Frucht- und Gemüsesäften durch Behandlung derselben mit Kat- und Anionentauschern, wobei die Bedingungen zur Auftrennung und Gewinnung von Mineralstoffen, Fruchtsäuren und Fruchtsüße angegeben werden.

AT 401 996 B

Die gegenständliche Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von entaromatisierten, angenähert schwebstoff-freien Frucht- bzw. Gemüsesäften mittels Kationen- und Anionentauschern sowie gegebenenfalls mit einem zur Entfärbung dienenden Adsorptionsharz.

Der Zweck dieses Verfahrens ist die Auftrennung und Gewinnung der wesentlichen Inhaltsstoffe dieser Frucht- bzw. Gemüsesäfte. Abgesehen von den Aromastoffen handelt es sich dabei um die Fruchtsäuren, die Süßstoffe und die basischen Mineralstoffe, deren einzelne Gewinnung von großem Interesse ist.

Bei den in Frucht- und Gemüsesäften enthaltenen organischen Säuren handelt es sich je nach Fruchtart hauptsächlich um Apfel-, Wein- und Zitronensäure, deren Herstellung bisher meist durch biologische Gärung oder durch Gewinnung aus Weinstein erfolgte. Eine großtechnische Isolierung aus Fruchtsäften ist bisher nicht bekannt. Diese Säuren sind als Geschmacksstoffe in der Lebensmittelindustrie von Bedeutung. Der gegenständlichen Erfindung liegt unter anderem die Aufgabe zugrunde, diese Säuren in fruchtoriginärem Zustand zu gewinnen.

Der aus Zuckerrohr oder Zuckerrüben gewonnene Zucker stellt ein Disaccharid aus je einem Mol Glucose und einem Mol Fructose - der sogenannten Saccharose - dar. Im Gegensatz dazu bestehen die fruchtoriginären Süßstoffe von Frucht- und Gemüsesäften überwiegend aus Monozuckern, in der Regel aus Glucose bzw. Fructose, und in geringer Menge aus dem Zuckeralkohol Sorbit. Aus ernährungsphysiologischen Gründen gewinnen diese Monozucker in letzter Zeit immer mehr an Bedeutung. Die Zusammensetzung der fruchtoriginären Süßstoffe variiert je nach der Fruchtart. So weist z.B. Birnensaft je nach der Sorte in der Trockensubstanz 50 Gew.-% bis 60 Gew.-% Fructose, 15 Gew.-% bis 20 Gew.-% Glucose sowie 10 Gew.-% bis 15 Gew.-% Sorbit und nur etwa 10 Gew.-% Saccharose auf. Andere Zucker sind in geringen Mengen bis etwa 5 Gew.-% enthalten. Die Süße im Traubensaft besteht fast ausschließlich zu etwa gleichen Teilen aus Glucose und Fructose, wogegen in diesem Saft Sorbit und Saccharose nahezu vollkommen fehlen.

Die fruchtoriginären Süßstoffe sind unter dem Namen Fruchtsüße seit neuestem auch durch den Lebensmittelkodex erfaßt und als "ein aus Früchten gewonnenes Produkt, das die süßenden Stoffe der jeweiligen Fruchtart im originären Verhältnis enthält" definiert. Eine Gewinnung dieser fruchtoriginären Süßstoffe als solche ist bisher nicht beschrieben. Aus der einschlägigen Literatur geht nur hervor, daß zur Reinigung von Frucht- oder Ahornsäften von eingebrachten Verunreinigungen oder ursprünglich enthaltenen geschmackstörenden Beimengungen die Verwendung von Ionentauschern vorgeschlagen wurde.

So sind in der EP 101 256 A2 Süßstofflösungen erwähnt, die direkt durch Auslaugen von zuckerhaltigen Naturprodukten, wie Zuckerrohr, oder durch Stärkeverzuckerung gewonnen und mit Kationentauschern, Adsorptionsmitteln und Anionentauschern behandelt werden, um unerwünschte Nebenprodukte zu entfernen. Die verwendeten Adsorptionsmittel sind mikroporöse Stoffe, wie hauptsächlich Tierkohle, Tonerde, Silikate, vernetzte Harze, Zeolithe u. dgl. Eine Aufarbeitung der Säfte im Hinblick auf unterschiedliche Inhaltsstoffe ist nicht vorgesehen, da z.B. Fruchtsäuren in den chemisch hergestellten Verzuckerungsprodukten gar nicht vorhanden sind.

In der US 4 006 032 A ist geoffenbart, Ahornsirup durch Einwirkung von Ionentauschern von geschmackstörenden Komponenten zu befreien. Hierzu werden Kationen- und Anionentauscher einzeln oder in Kombination verwendet.

Aus der FR 943 976 A ist es zur Reinigung von zuckerhaltigen Säften, die hauptsächlich aus den verunreinigten Fruchtesten, Fruchtdendstücken und Schalen der Ananasfrüchte gewonnen werden, bekannt, eine aufeinanderfolgende Kationentauscher- und Anionentauscherbehandlung vorzusehen. Hierdurch wird der ursprünglich ungenießbare Saft, der als Nebenprodukt der Herstellung von Ananaskonserven anfällt, zu einer verwertbaren Fruchtsaftlösung aufgearbeitet.

Die bekannten Verfahren dienen durchwegs dazu, unerwünschte, vor allem geschmackstörende Beimengungen aus süßen Säften zu entfernen, um diese wohlschmeckend bzw. in der Lebensmittelindustrie verwendbar zu machen. Demgegenüber liegt das Ziel des erfindungsgemäßen Verfahrens in der Zerlegung der Inhaltsstoffe von natürlichen Frucht- bzw. Gemüsesäften im Hinblick auf die Gewinnung von fruchtoriginären Mineralstoffen, Fruchtsäuren und Fruchtsüße, was bisher noch nicht vorgeschlagen wurde.

Somit zeigt sich, daß die Verfahren gemäß dem bekannten Stand der Technik eine andere Zielsetzung als das anmeldungsgemäße Verfahren haben.

Die aus Früchten und Gemüse stammenden basischen Mineralstoffe bestehen hauptsächlich aus Kalium, wobei auch Calcium, Magnesium und Natrium in geringen Mengen enthalten sind. Sie können zur Mineralanreicherung von Lebensmitteln eingesetzt werden, wobei sie als Stoffe mit biologischem Ursprung gegenüber anderen Mineralquellen bevorzugt sind.

Wichtig ist die Verwendung von Kalium zur Stabilisierung von mikrobiologisch empfindlichen Enzymen, insbesondere solchen, die zur Behandlung im Getränkebereich verwendet werden. Mit Vorteil kann ein fruchtoriginäres Kalium für diesen Zweck eingesetzt werden.

Die gestellten Aufgaben werden erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß zur Auftrennung und Gewinnung der genannten wesentlichen Inhaltstoffe des Saftes

- a) derselbe mit einem makroporösen, stark sauren Kationentauscherharz behandelt wird, wobei aus der mineralsauren Regenerationslösung die fruchtoriginären Mineralstoffe gewonnen werden,
- 5 b) der entmineralisierte Saft mit einem makroporösen, schwach basischen Anionentauscherharz behandelt wird, von dem die zurückgehaltenen Fruchtsäuren mit Hilfe flüchtiger Mineralsäuren, vorzugsweise mit schwefeliger Säure oder Kohlensäure, verdrängt und aus der Verdrängerlösung gewonnen werden und
- c) der gegebenenfalls anschließend entfärbte, von Mineralstoffen und Fruchtsäure befreite Saft zur
- 10 Gewinnung des fruchtoriginären Süßstoffes eingedickt wird.

Die eingesetzten Saftprodukte können dabei aus dem entaromatisierten Saft selbst oder aus einem Konzentrat desselben oder einem gegebenenfalls zumindest teilweise rückverdünnten Konzentrat bestehen. Dies hängt von den jeweiligen wirtschaftlichen und jahreszeitlichen Bedingungen ab, in denen auch Lagerkapazitäten, Transportkosten etc. berücksichtigt werden.

- 15 Die Entaromatisierung erfolgt bevorzugt auf destillativem Weg. Dabei werden in bekannter Weise die in den Säften enthaltenen, relativ leicht flüchtigen Alkohole, Aldehyde und Ester gewonnen. Die Abtrennung der Aromastoffe aus den Säften vor der Behandlung derselben mit Ionentauschern ist deshalb zweckmäßig, weil die Aromastoffe sonst an den Harzen hängen bleiben und diese verunreinigen. Abgesehen davon ist ihre Gewinnung unabhängig vom vorliegenden Verfahren erwünscht, da sie ein in der Lebensmittelindustrie
- 20 begehrtes Produkt darstellen.

Es ist bekannt, Verfärbungen allein oder gemeinsam mit anderen Verunreinigungen durch Behandlung mit Adsorptionsharzen aus Fruchtsäften zu entfernen. Dieser Verfahrensschritt erfolgt beim erfindungsgemäßen Verfahren vor dem endgültigen Eindicken, da vorher die Mineralstoffe und Fruchtsäuren abgetrennt werden.

- 25 Der bei der Abtrennung der Mineralstoffe verwendete Kationentauscher ist vorzugsweise ein sulfoniertes, vernetztes Harz auf der Basis von sulfoniertem Polystyrol. Dieses Harz bindet die im Saft enthaltenen Kationen, wie die Alkali- und Erdalkalimetallkationen und Schwermetallkationen. Die Abtrennung der Schwermetallionen ist vor allem im Hinblick auf die gesundheitlichen Aspekte der durch das erfindungsgemäße Verfahren gewonnenen Produkte von Bedeutung.

- 30 Sobald der Kationentauscher ausreichend beladen ist, wird er zuerst durch Spülen mit einer wässrigen Säurelösung von den Kationen befreit. Anschließend erfolgt eine Rückspülung des Harzes mit Wasser sowie dessen Regenerierung mittels Schwefelsäure. Zwischen den einzelnen Verfahrensschritten können kurze Zwischenspülungen mit Wasser erfolgen.

- 35 Die erste Säurespülung des beladenen Kationentauschers erfolgt vorzugsweise mit schwefeliger Säure, die als flüchtige Säure in der Lebensmittelindustrie bevorzugt zum Einsatz kommt. Die Konzentration der Säurelösung liegt vorzugsweise zwischen 1% und 10%, berechnet als schwefelige Säure, bzw. von 250 mVal/l bis 2 500 mVal/l.

- 40 Die Verdrängung des SO_2 aus dieser Lösung erfolgt vorzugsweise durch Zusatz von Fruchtsäuren, insbesondere solchen, wie sie im Zuge des Verfahrens später gewonnen werden, wobei anschließend ein Siedeprozess durchgeführt wird.

- 45 Der von den Kationen befreite Saft gelangt in einen mit einem Anionentauscher gefüllten Behälter, in welchem die fruchtoriginären Säuren gleichzeitig mit anderen gegebenenfalls enthaltenen Säuren abgetrennt werden. Als Harz für diesen Zweck hat sich ein schwach basisches, makroporöses Anionentauscherharz mit einer Styrol-Divinylbenzol-Polymermatrix und daran gebundenen funktionellen tertiären Aminogruppen als vorteilhaft erwiesen. Überraschenderweise zeigte sich, daß von einem solchen Harz die gebundenen organischen Säuren durch Spülen mit einer wässrigen Mineralsäurelösung verdrängt werden können, wodurch die Fruchtsäuren in wässriger Lösung als solche gewonnen werden. Verwendet man zur Verdrängung der Säuren von dem Ionentauscherharz flüchtige Mineralsäuren, wie schwefelige Säure, Kohlensäure oder gegebenenfalls Salzsäure, so kann die wässrige Säurelösung relativ leicht von der
- 50 Mineralsäure befreit werden. Bevorzugt wird die Verwendung von schwefeliger Säure bzw. von Kohlensäure, welche durch Erhitzen auf Temperaturen bis zu 100°C unter vermindertem Druck leicht aus der Lösung entfernt werden können.

- 55 Die Konzentration der Säurelösung zum Verdrängen der Säureanionen von dem Anionentauscherharz liegt in derselben Größenordnung wie bei der Spülung des Kationentauschers. Bei der Abtreibung des SO_2 erfolgt gleichzeitig auch eine Eindickung der Lösung, die zur Gewinnung der Säuren erforderlich ist. Nach der Verdrängung der organischen Säuren aus dem Anionentauscher erfolgt nach einer Rückspülung des Harzes mit Wasser die Regenerierung desselben mittels verdünnter Natronlauge. Die Rückspülvorgänge vor der Regenerierung der Harze dienen dazu, das Harzbett aufzulockern sowie aus dem Fruchtsaft

stammende Ablagerungen sowie entstandenen Harzabrieb aus dem Ionentauscherbehälter zu entfernen.

Nach der Behandlung mit Kationen- und Anionentauschern enthält das Substrat im wesentlichen nur mehr die fruchteigenen Süßstoffe, nämlich hauptsächlich Fructose, Glucose und Sorbit, sowie - in Abhängigkeit von der Fruchtart - geringe Anteile an Saccharose. Je nach Art der verwendeten Fruchtsäfte variiert das Verhältnis der Zuckerbestandteile zueinander. Da dieses Verhältnis während der gesamten Behandlung nicht verändert wird, bleiben in dem durch dieses Verfahren gewonnenen Süßstoff die ursprünglichen, durch die Art, Sorte, Reife, den Standort u. dgl. der Früchte bestimmten Mengenverhältnisse der Süßstoffbestandteile erhalten.

Da das in der bisher beschriebenen Weise behandelte Substrat je nach Ausgangsfrucht u.a. durch phenolische Verbindungen stark gefärbt sein kann, wird es gegebenenfalls mit Hilfe von Adsorptionsmitteln, in der Regel auf Harzbasis, zumindest teilweise von diesen Farbstoffen befreit. Dieser Vorgang wird als "Polishing" bezeichnet. Hochporöse, vernetzte Acryl-Polymerharze eignen sich für diese Verfahrensstufe am besten. Es sind jedoch für diesen Zweck auch andere Adsorptionsmittel möglich. Der Behälter, in welchem dieser Polishing-Vorgang durchgeführt wird, wird üblicherweise als "Polisher" bezeichnet.

Wegen der begrenzten Aufnahmekapazität der Harze, welche in regelmäßigen Abständen regeneriert werden müssen, erfolgt die Verfahrensführung diskontinuierlich. Zu diesem Zweck wird der in der Anlage befindliche Restsaft mittels Wasser zur Gänze aus den Harzen gedrückt, wodurch diese für die Weiterbehandlung bzw. für die Regenerierung vorbereitet werden. Hierbei muß eine Durchmischung von Fruchtsaft und Wasser, verhindert werden.

Die aus dem "Polisher" abziehende Flüssigkeit stellt die gereinigte Süßstofflösung dar, welche vorzugsweise auf sirupartige Konsistenz eingengt wird. Hierdurch wird eine einfache Abfüllung und Manipulation möglich. Eine Trocknung der erhaltenen Süßstoffe ist zwar denkbar, jedoch ist sie aufgrund der hygroskopischen Eigenschaften der Substanz sehr aufwendig.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird unter anderem ein wohlschmeckender Süßstoff gewonnen, welcher im Bäckereiwesen, insbesondere in der Zuckerbäckerei, weiters als Süßstoff für Getränke, Milchmischprodukte, Joghurt, Eis, Marmelade, Kompotte, etc., vorzüglich geeignet ist. Die damit erzeugten Produkte erhalten eine angenehme fruchtige Süße sowie eine besondere Geschmacksfülle.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird mit Vorteil in einer Anlage durchgeführt, wie sie aus der beiliegenden Zeichnung ersichtlich ist. Es zeigen:

- Fig. 1 eine schematische Darstellung einer Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens,
- Fig. 2 die Gewinnung der entmineralisierten Fruchtsüße,
- Fig. 3 die Verdrängung des Produktes mit Wasser aus der Anlage,
- Fig. 4 die Extraktion der Fruchtsäuren,
- Fig. 5 die Extraktion der basischen Mineralstoffe,
- Fig. 6 die Rückspülung mit Wasser,
- Fig. 7 die Regenerierung und
- Fig. 8 eine Säurespülung des "Polishers".

Die dargestellte Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens enthält einen Kationentauscherbehälter, einen Anionentauscherbehälter und einen "Polisher", welche Behälter miteinander über Leitungen verbunden sind, sowie Einrichtungen zum Spülen und Regenerieren der Austauscher- und Adsorptionsharze.

Diese Anlage weist eine Pumpe 1 auf, von welcher eine Leitung 18 mit einem Ventil 14 zu einem Filter 2 führt. In diese Leitung 18 mündet eine Leitung 13 mit einem Ventil 15. Vom Filter 2 führt eine Leitung 28 über den Kationentauscherbehälter 3 und eine Leitung 38 zum Anionentauscherbehälter 4. Vom Kationentauscherbehälter 3 führt eine Abflußleitung 34 zu einem Produkttank 34a. Vom Anionentauscherbehälter 4 führt eine Leitung 44 direkt zu einem Produkttank 44a bzw. es führt eine Leitung 48 zum "Polisher" 5, von welchem eine Leitung 58 zu mindestens einem Tank 59a für das Fertigprodukt führt.

Zudem sind weitere Flüssigkeitsbehälter, Meßgeräte, zusätzliche Pumpen und diese Bestandteile miteinander verbindende Leitungen vorgesehen, wobei sich in den Leitungen Ventile befinden, welche jeweils in Abhängigkeit von der Betriebsart gesteuert werden. Diese anderen Bestandteile sind nachstehend anhand der unterschiedlichen Betriebsarten der Anlage erläutert.

Anhand der Fig. 2 ist die Verfahrensführung zur Gewinnung eines fruchtoriginären Süßstoffes dargestellt, aus dem die Kationen und die Säuren abgetrennt worden sind. Ausgangsprodukt hierfür ist ein Fruchtsaft oder ein Fruchtsaftkonzentrat, das z.B. einen Trockensubstanzgehalt von etwa 30% aufweist. Dieses Substrat wird mittels der Pumpe 1 über die Leitung 18, über das als Feinsieb, vorzugsweise in Form eines Sackfilters, ausgebildete Filter 2, die Leitung 28 und ein Ventil 29 zum Kationentauscherbehälter 3 geleitet. In diesem wird es mit Hilfe einer Verteilereinrichtung 31 über ein im Behälter 3 befindliches Kationentauscherharz 32, das auf einem Sieb 33 aufliegt, geleitet. Beim Durchsetzen des Kationentauscher-

harzes 32 wird das Substrat entkationisiert, wodurch insbesondere die als Aschebildner wirkenden Alkali- und Erdalkalimetallionen entfernt werden. Unter dem Sieb 33 wird das entkationisierte Substrat durch eine Dränagevorrichtung abgezogen.

Hierauf wird das Substrat über ein Ventil 36, über die Leitung 38 und über ein Ventil 39 in den Anionentauscherbehälter 4 geleitet. In diesem wird es mittels einer Verteilereinrichtung 41 über ein in diesem Behälter 4 befindliches Anionentauscherharz 42 verteilt. Beim Durchsetzen des Anionentauscherharzes 42 wird das Substrat von Säuren befreit, wobei ihm gleichzeitig auch ein Teil der Farbstoffe entzogen wird. Das Anionentauscherharz 42 liegt auf einem Sieb 43 auf. Unterhalb des Siebes 43 gelangt das entanionisierte Substrat über eine Dränagevorrichtung und ein Ventil 46 in die Leitung 48, über welche es durch ein Ventil 49 dem "Polisher" 5 zugeführt wird. Im "Polisher" 5 wird das Substrat mittels einer Verteilereinrichtung 51 über ein auf einem Sieb 53 aufliegendes Adsorptionsharz 52 verteilt und durchsetzt dieses.

Durch die vorstehend erläuterte Behandlung ist das Substrat, das über eine Dränagevorrichtung in die Leitung 58 gelangt, in welcher sich Ventile 56 und 59 befinden, entionisiert und von Säuren sowie Farbstoffen befreit. Der Zuckergehalt dieses Substrates wird durch ein Refraktometer 57 gemessen. Hierdurch kann auf den Trockensubstanzgehalt geschlossen werden. In Abhängigkeit von der Anzeige des Refraktometers 57 wird das Substrat bei einem einstellbaren Mindesttrockengehalt von beispielsweise 5% über das Ventil 59 in den Produkttank 59a abgeleitet.

Zu Beginn des Verfahrens in der Anlage noch befindliches Wasser wird über eine Leitung 67 mit einem Ventil 66 in einen Abwassertank 80 abgeleitet.

Am Ausgang der Behälter 4 und 5 sind weiters Konduktometer 45 bzw. 55, nämlich Leitfähigkeitsmeßgeräte, vorgesehen, durch welche der Erschöpfungsgrad der Ionentauscherharze 42, 52 gemessen und angezeigt wird. Sobald ein eingestellter Grenzwert erreicht wird, wird durch das betreffende Konduktometer 45 bzw. 55 ein Signal abgegeben, worauf zuerst ein am Beginn der Anlage befindliches Ventil 16 und hierauf ein Ventil 17 derart umgeschaltet werden, daß - wie dies in Fig. 3 dargestellt ist - Wasser über eine Leitung 61 und kurzzeitig auch über das Filter 2 in den Behälter 3 einströmt, welches durch die Behälter 3, 4 und 5 in der gleichen Weise, wie dies vorstehend für das Substrat beschrieben wurde, hindurchgeführt wird. Durch das Wasser wird das in der Anlage befindliche Substrat in den Produkttank 59a befördert. In den oberen Bereichen der Behälter 4 und 5 bilden sich durch Einströmen des Wassers Mischzonen aus. Zusätzlich zum Leitungswasser kann den oberen Bereichen der Behälter 4 und 5 über eine Leitung 71 entionisiertes Wasser zugeführt werden.

Fig. 4 zeigt die Säurespülung des Anionentauschers 42 zur Verdrängung der organischen Säuren. Vorzugsweise wird diese Verdrängung mit schwefeliger Säure (H_2SO_3) vorgenommen. Versuche mit Kohlensäure zeigten ebenfalls gute Ergebnisse. Die schwefelige Säure wird dem System bei geschlossenem Ventil 14 über die Leitung 13 zugeführt und gelangt direkt in den Anionentauscherbehälter 4. Die Verdrängungslösung gelangt über die Leitung 44 in den Produkttank 44a.

In Fig. 5 ist die Gewinnung der Fruchtbasen dargestellt. Sobald der Kationentauscher 32 beladen ist, wird nach Verdrängung des Fruchtsaftes aus dem Kationentauscherbehälter 3 mit Hilfe von Wasser dieser mit schwefeliger Säure, welche dem System durch die Leitung 13 zugeführt wird, gespült.

Die Arbeitsweise nach den Fig. 4 und 5 kann auch gleichzeitig erfolgen, wobei die beiden Verfahrensschritte kombiniert werden können.

In Fig. 6 ist die Rückspülung dargestellt, welche dazu dient, die Harze mechanisch zu reinigen, indem in diesen befindliche Feststoffanteile abgeführt werden. Dazu werden über die Leitung 61 dem Kationentauscherbehälter 3 normales Wasser und über die Leitung 71 mit dem Ventil 77 dem Anionentauscherbehälter 4 sowie dem "Polisher" 5 entionisiertes Wasser zugeführt. Das Wasser strömt diesen Behältern 3, 4 und 5 von unten her zu und verläßt diese über im oberen Bereich vorgesehene Auslässe, worauf es über eine Leitung 62 in den Abwasserbehälter 80 gelangt.

In Fig. 7 ist das Fließschema für die Regenerierung der in den Behältern 3, 4 und 5 enthaltenen Harze dargestellt. Um das Kationentauscherharz 32 regenerieren zu können, ist ein Tank 60 mit konzentrierter Schwefelsäure vorgesehen. Über eine Leitung 63 wird Schwefelsäure mit über die Leitung 61 zugeführtem Leitungswasser gemischt, wodurch vorzugsweise 2 %-ig verdünnte Schwefelsäure über ein Ventil 64 im Gegenstrom zur Strömung des Substrates, d.h. von unten nach oben, durch das Kationentauscherharz 32 hindurchgeführt wird. Durch den Gegenstrom wird beim Regeneriervorgang ein guter Wirkungsgrad gewährleistet. Die Ableitung erfolgt über die Verteilereinrichtung 31 und über ein weiteres Ventil 65, wobei die Regenerierflüssigkeit in den Abwasserbehälter 80 abströmt. Im oberen Bereich des Behälters 80 ist ein Sieb 81 vorgesehen, durch welches mitgeführte Harzteilechen abgetrennt werden. Anschließend erfolgt ein Nachspülen mit Wasser, wobei die Nachspülung in der gleichen Richtung wie die Regenerierspülung erfolgt.

Das Anionentauscherharz 42 wird dadurch regeneriert, daß aus einem weiters vorgesehenen Tank 70, der mit 50 %-iger Natronlauge gefüllt ist, diese dem über die Leitung zugeführten entionisierten Wasser zugemischt wird, worauf vorzugsweise 2 %-ig verdünnte Natronlauge über eine Leitung 72, ein Ventil 73 und das Filter 2 mittels der Leitung 28 dem "Polisher" 5 zugeführt und über die Verteilereinrichtung 51 ausgebracht wird. Diese Flüssigkeit durchsetzt das Polisherharz 52 und gelangt über eine Leitung 75 sowie ein Ventil 76 in den Anionentauscherbehälter 4, wo sie über die Verteilereinrichtung 41 über das Anionentauscherharz 42 ausgebracht wird. Nach dem Durchgang durch das Anionentauscherharz 42 wird diese Regenerierflüssigkeit in weiterer Folge über das Ventil 66 gleichfalls dem Sammelbehälter 80 zugeleitet. Anschließend wird in der gleichen Weise eine Nachspülung mit enthärtetem Wasser durchgeführt.

Da die Adsorptionsharze schwach kationenbindende Eigenschaften aufweisen, besteht weiters - wie dies in Fig. 8 dargestellt ist - die Möglichkeit, den "Polisher" 5 über die Verteilereinrichtung 51 kurzzeitig mit verdünnter Schwefelsäure zu spülen. In der Folge werden alle Ionenreste mittels entionisiertem Wasser vollständig ausgespült.

Der Säuregehalt wird durch ein Säuremeßgerät 85 und die Laugenstärke wird durch ein Laugenmeßgerät 86 festgestellt. Die Durchflußmengen werden durch Durchflußmesser 90 kontrolliert und der Druck wird durch Hochdruckschalter 91 kontrolliert.

Die Siebe 33, 43 und 53 in den Behältern 3, 4 und 5 und die darunter liegenden Drainagevorrichtungen sind in Beton eingelassen, um die erforderliche Stabilität zu erzielen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung von entaromatisierten, angenähert schwebstoff-freien Frucht- bzw. Gemüsesäften mittels Kationen- und Anionentauschern sowie gegebenenfalls mit einem zur Entfärbung dienenden Adsorptionsharz, **dadurch gekennzeichnet**, daß zur Auftrennung und Gewinnung der wesentlichen Inhaltsstoffe des Saftes
 - a) derselbe mit einem makroporösen, stark sauren Kationentauscherharz behandelt wird, wobei aus der mineralsauren Regenerationslösung die fruchtoriginären Mineralstoffe gewonnen werden,
 - b) der entmineralisierte Saft mit einem makroporösen, schwach basischen Anionentauscherharz behandelt wird, von dem die zurückgehaltenen Fruchtsäuren mit Hilfe flüchtiger Mineralsäuren, vorzugsweise mit schwefeliger Säure oder Kohlensäure, verdrängt und aus der Verdrängerlösung gewonnen werden und
 - c) der gegebenenfalls anschließend entfärbte, von Mineralstoffen und Fruchtsäure befreite Saft zur Gewinnung des fruchtoriginären Süßstoffes eingedickt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Kationentauscherharz ein sulfoniertes, vernetztes Harz auf Basis von sulfonierten Polystyrol verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß der beladene Kationentauscher mit schwefeliger Säure behandelt und die basischen Mineralstoffe als Lösung von Sulfiten gewonnen werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Anionentauscherharz ein solches mit einer Styrol-Divinylbenzol-Polymermatrix und daran gebundenen, funktionellen tertiären Aminogruppen verwendet wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei Verwendung von schwefeliger Säure die organischen Säuren in der Verdrängerlösung durch Temperaturerhöhung bis etwa 100 °C unter vermindertem Druck bei gleichzeitiger Verdampfung von Wasser von dem Schwefeldioxid befreit werden.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Säurebehandlung der beladenen Austauschharze mit Säuren einer Konzentration von 1% bis 10%, berechnet als schwefelige Säure, bzw. von 250 mVal/l bis 2 500 mVal/l erfolgt.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß die durch Säurespülung des Kationentauscherharzes gewonnene Basenlösung gegebenenfalls unter Temperaturerhöhung mit Fruchtsäuren angesäuert und destillativ vom Schwefeldioxid befreit wird.

AT 401 996 B

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Regenerierung der Ionentauscherharze in an sich bekannter Weise durch Einwirkung von verdünnter Schwefelsäure auf das Kationentauscherharz und von verdünnter Natronlauge auf das Anionentauscherharz erfolgt.

5

Hiezu 8 Blatt Zeichnungen

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

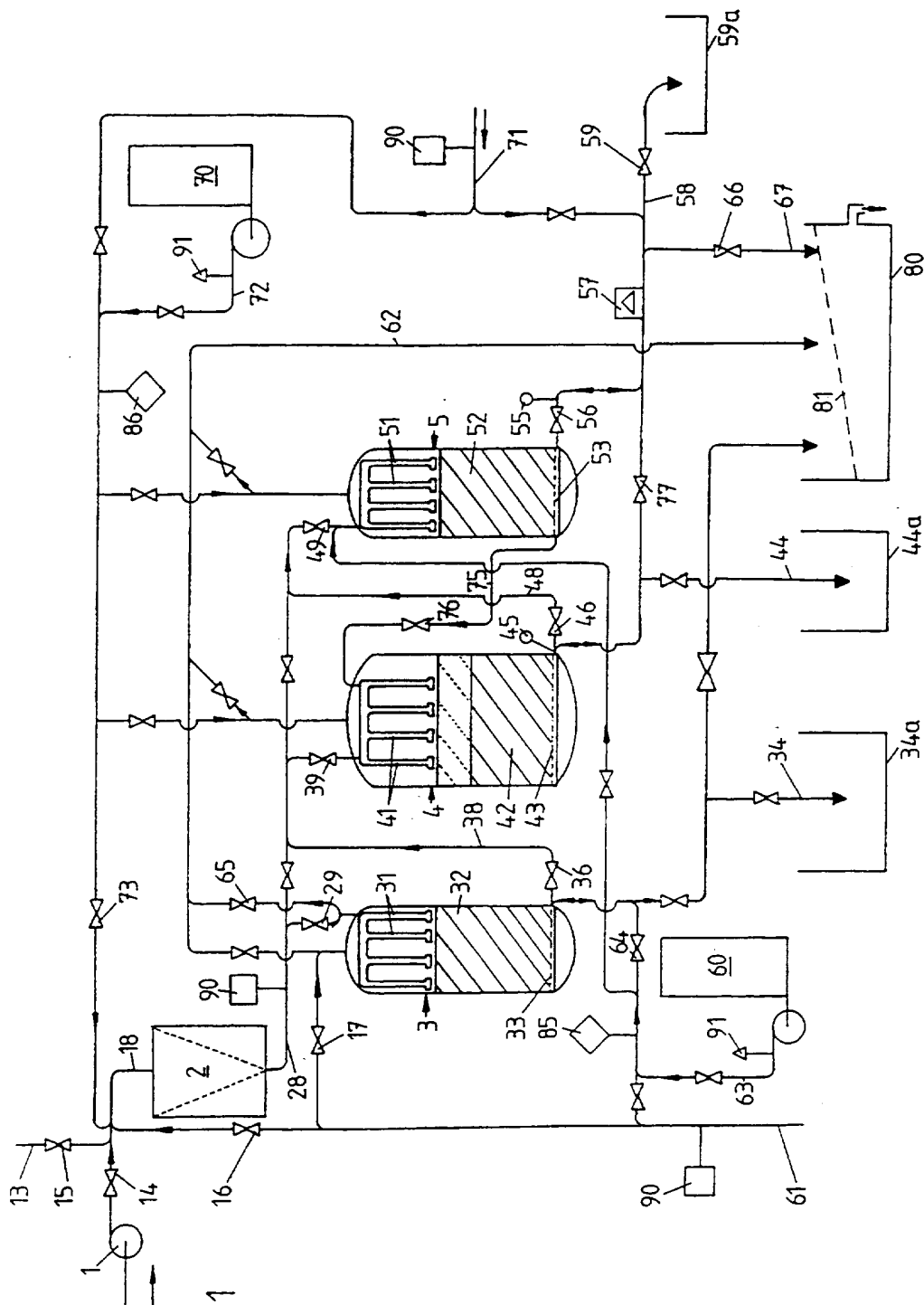
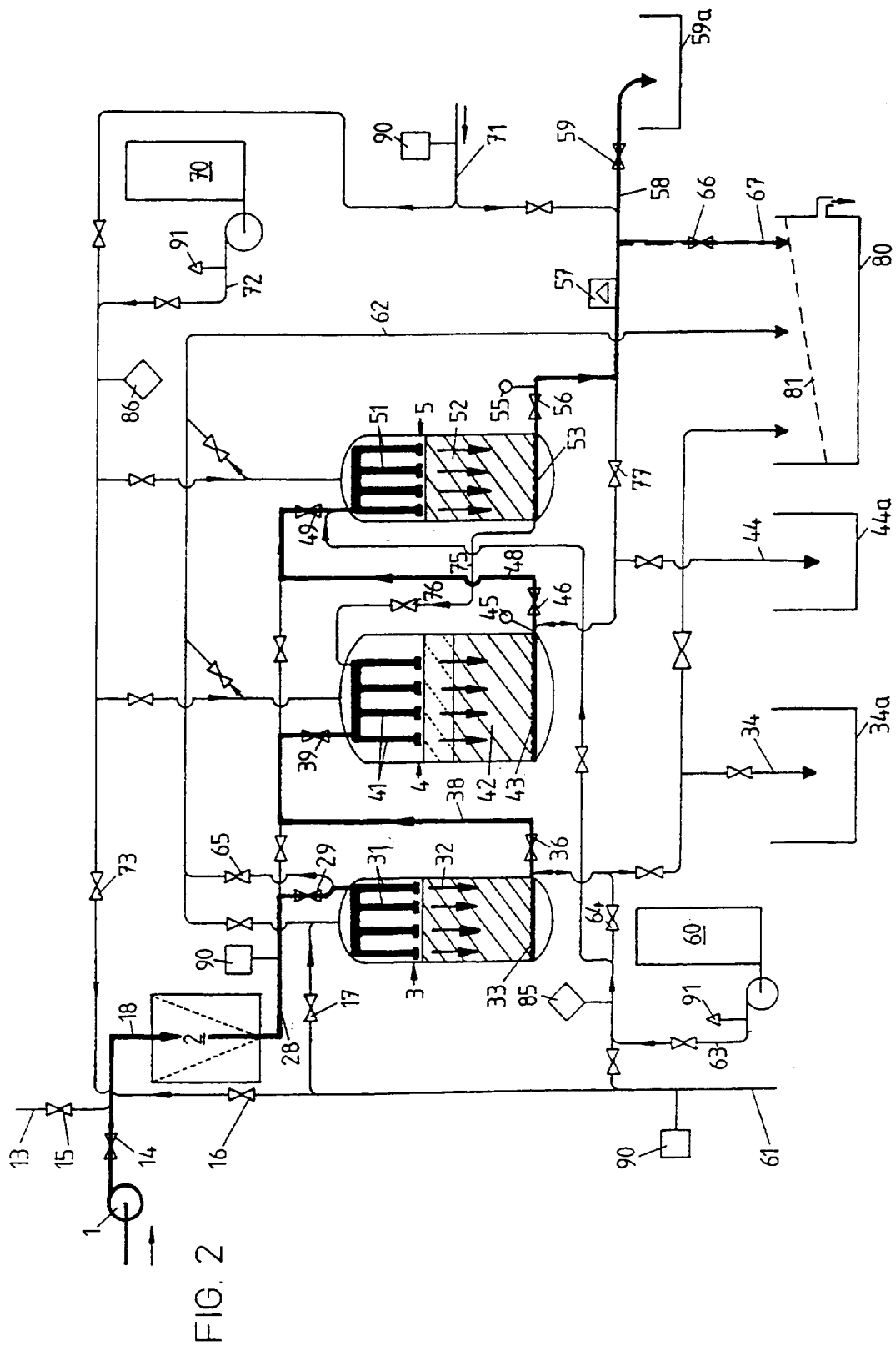
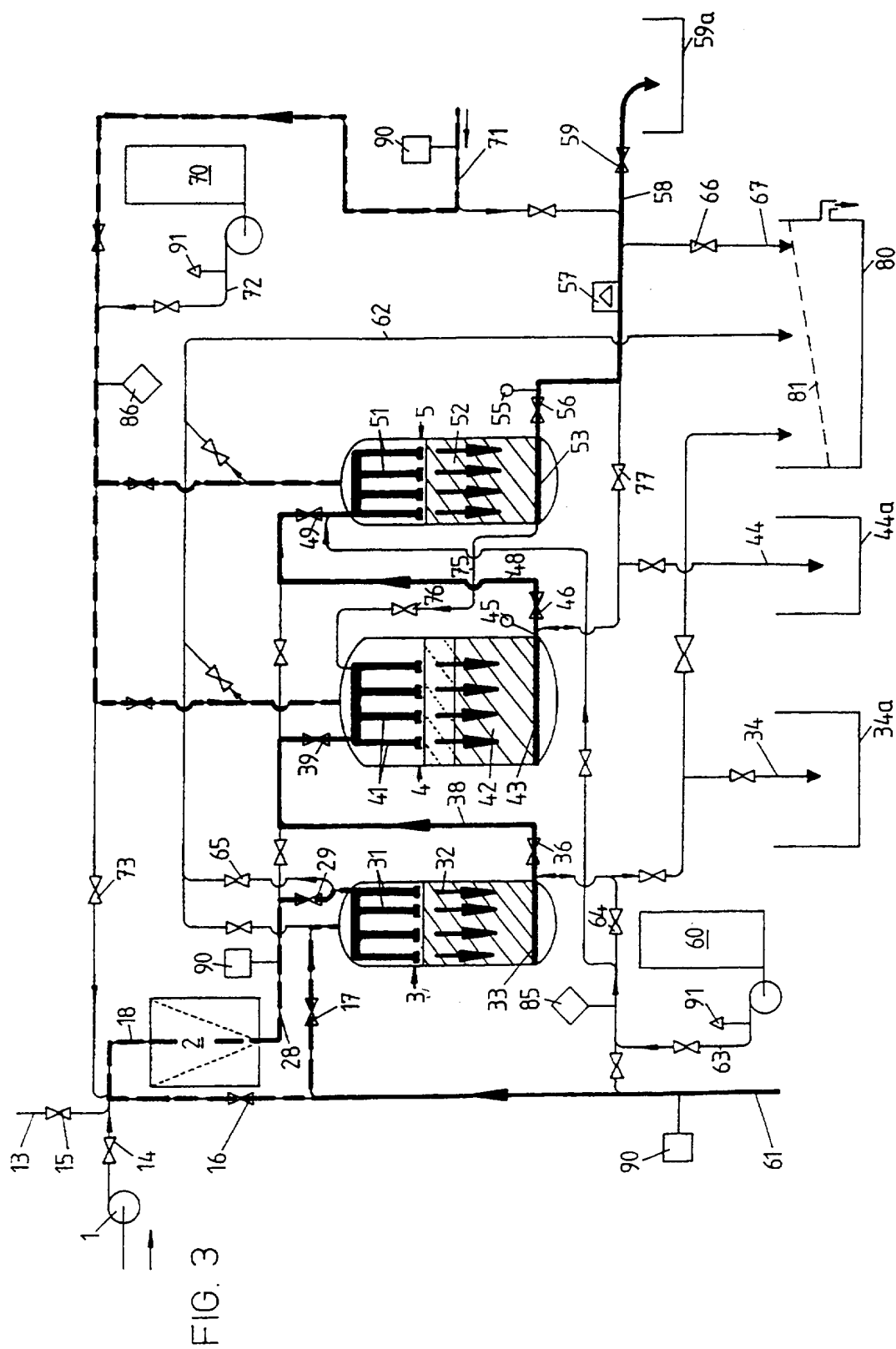


FIG. 1





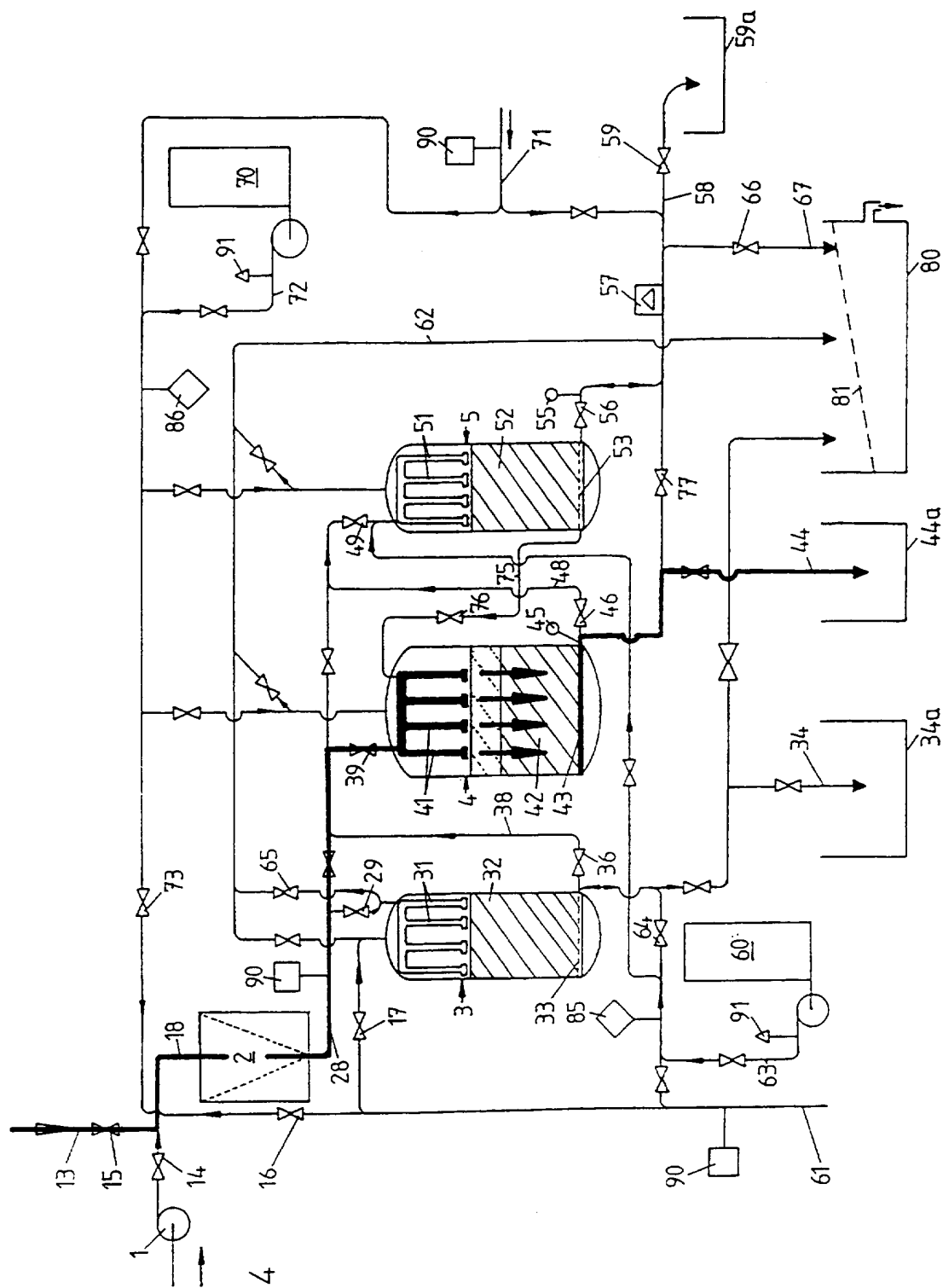
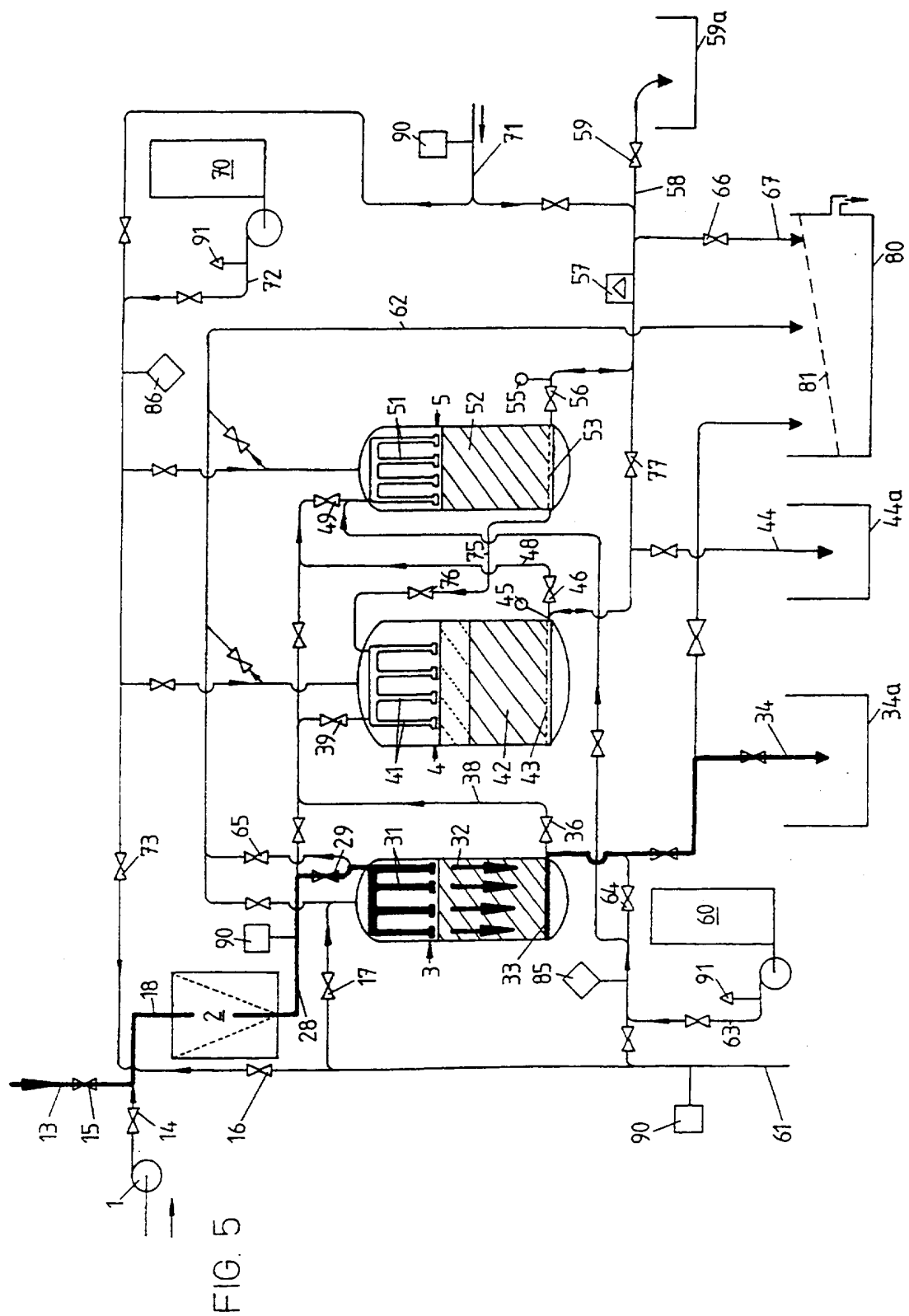


FIG 4



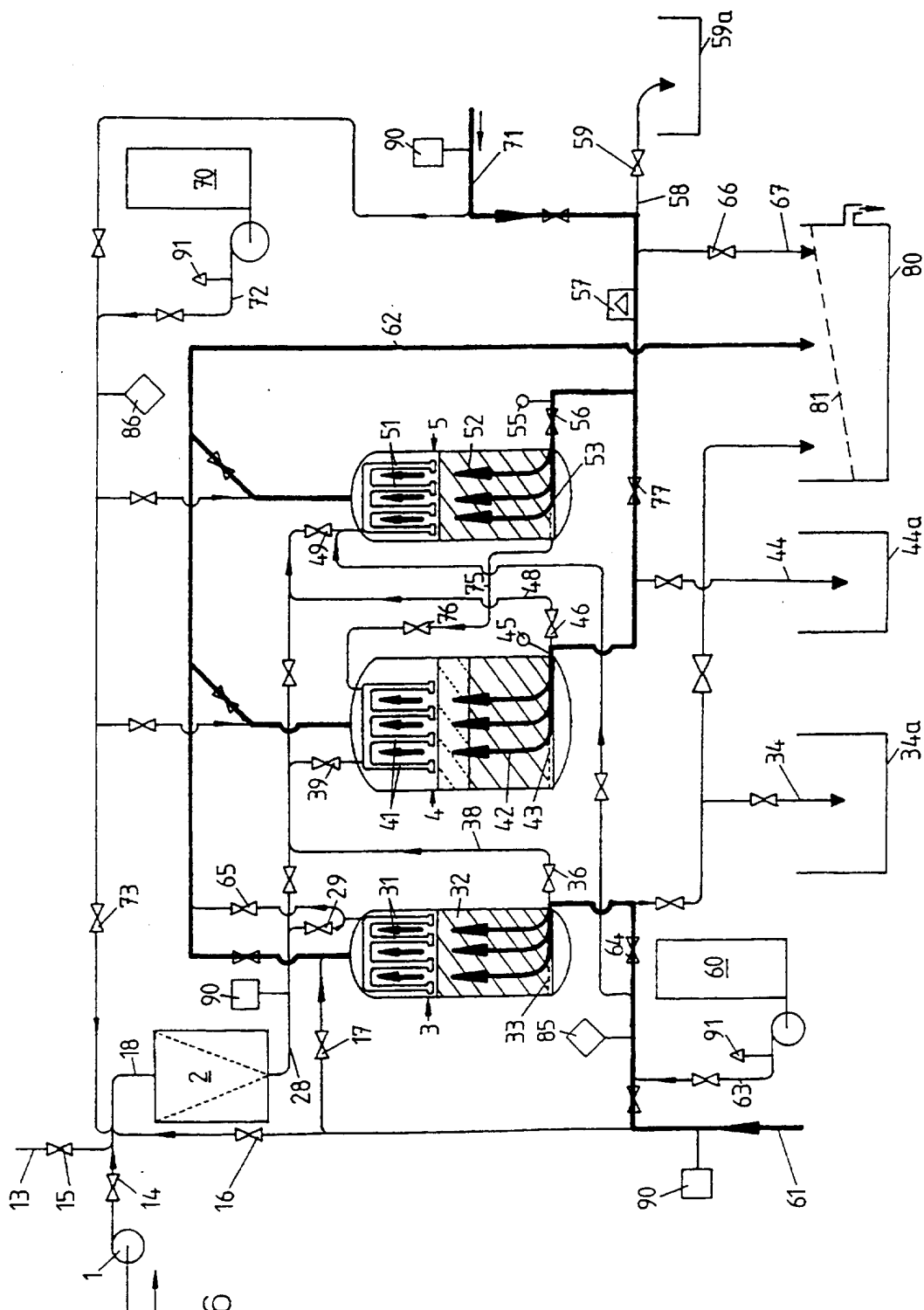


FIG. 6

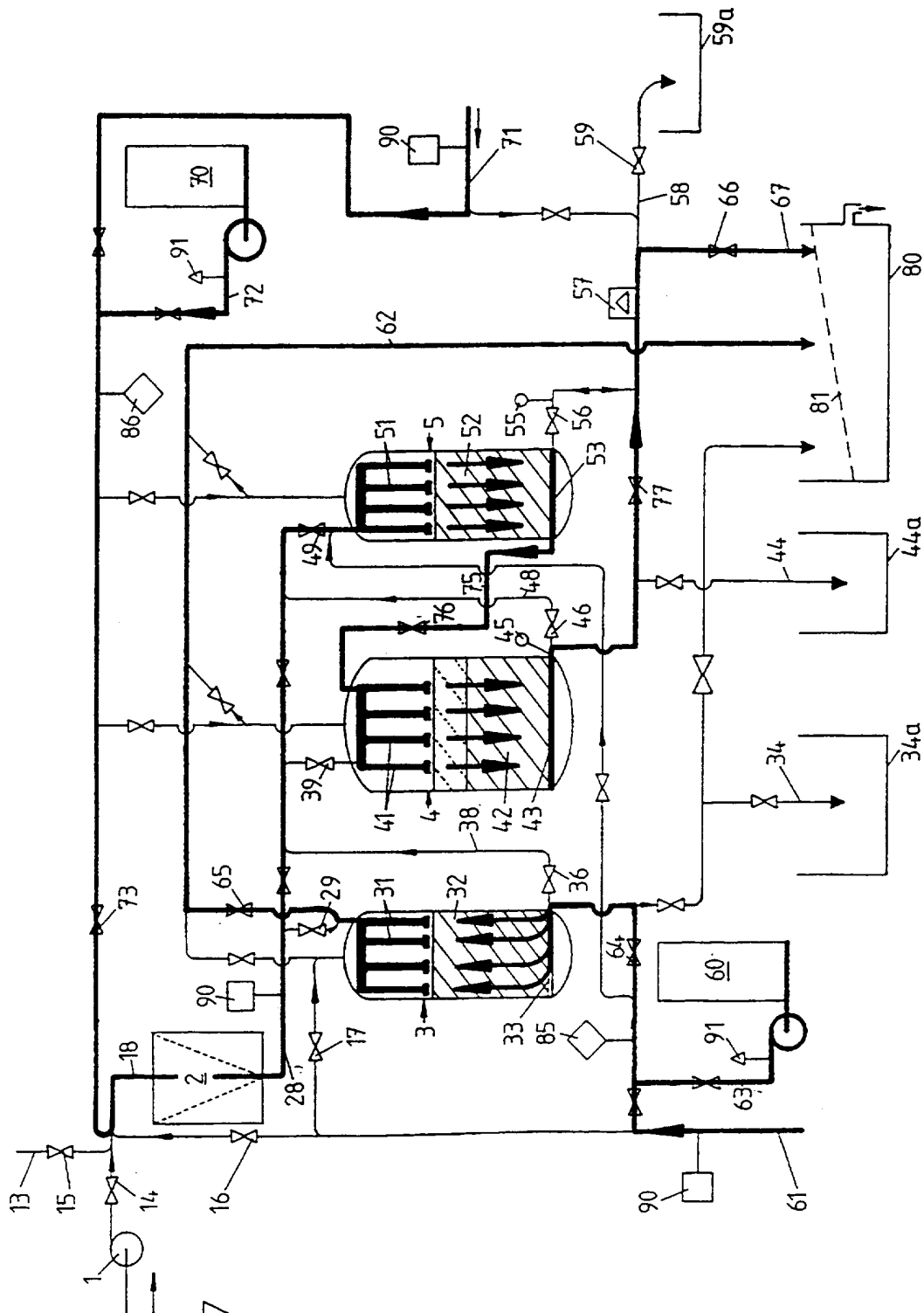


FIG. 7

