

Untersuchung zur Optimierung der Kristallisation

Diplomarbeit im Fachgebiet: Verfahrenstechnik

A U S Z U G

von
Ariane Kunze

Hannover im März 2004

1. Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Ohlinger
2. Berichterstatter: Dipl.-Ing. Bunert

Inhaltsverzeichnis

	ZUSAMMENFASSUNG	6
1	EINLEITUNG	8
2	AUFGABENSTELLUNG DER DIPLOMARBEIT	9
3	THEORETISCHE GRUNDLAGEN SOWIE SPEZIELLE EIGENSCHAFTEN DES WERKS CLAUEN	10
3.1	Von der Rübe zum Dicksaft (Vorderbetrieb)	10
3.2	Kristallisation (Zuckerhaus)	11
3.2.1	3-Produkt-Schema	13
3.2.2	Slurryeinsatz und –aufbereitung	19
3.2.3	2-stufige Kristallfußherstellung aus Slurry	20
3.2.4	Diskontinuierlicher Verdampfungskristallisator	23
3.2.5	Kontinuierliche Verdampfungskristallisation mit Kristallfuß	25
3.2.6	Kontinuierliche Kühlungskristallisation	29
	MATERIALIEN UND METHODEN	30
4.1	Einsatzstoffe	30
4.1.1	Saccharose	30
4.1.2	Isopropanol	34
	Glycerin	35
4.2	Apparative Ausrüstung zur Laboranalytik	36
4.2.1	Polarimeter	36
4.2.2	Refraktometer	38
4.2.3	Siebmaschine	39
4.2.4	Zentrifuge	40
4.3	Onlinemessungen	41
4.3.1	Ideale Kochkurve	41
4.3.2	Trendparameterdarstellung	46
4.3.3	Radiometrische Messung innerhalb der Apparate	49
4.3.4	Mikrowellenmesstechnik	50
4.4	Analytik	52
4.4.1	Zuckeranalytik (Trockensubstanz- und Zuckergehaltbestimmung, Farbbestimmung, Leitfähigkeitsbestimmung)	52
4.4.2	Aufbereitung von Kristallmagmaproben	57
4.4.3	Siebanalysen	59
4.4.4	Parameter: Teilchen und Oberfläche von Kristallhaufwerken	63
4.4.5	Kristallgehaltbestimmung	63
5	VERSUCHE UND ERGEBNISSE	65
5.1	Ist-Zustand vor der Optimierung	65
5.2	Vorschlag für die Vorgehensweise zur Fehlerfindung	67

5.3	Optimierungsmaßnahmen	68
5.3.1	Umfeld bezogene Optimierungsmaßnahmen	68
5.3.2	Rein apparative Optimierungsmaßnahmen	71
5.3.3	Prozess und apparative Optimierungsmaßnahmen	71
5.3.4	Wartungsmaßnahmen	74
5.3.5	Kennlinien der Dichtemessung	74
5.4	Ergebnisse und Diskussion der Korngrößenanalysen	75
5.4.1	Kristallfußapparate	76
5.4.2	Produktapparate	83
5.4.3	Auswertung	83
6	AUSBLICK	91
6.1	Glycerinbehälter	91
6.2	Slurryvorratsmischbehälter	91
6.3	Automatische Slurrydosiervorrichtung	92
6.4	2-stufige Kristallfußherstellung für WZ2	93
6.5	Weitere Maßnahmen an Apparaten	93
7	LITERATURVERZEICHNIS	94
8	GLOSSAR	96
9	FORMELZEICHEN UND INDICES	100
9.1	Formelzeichen	100
9.2	Indizes	101
9.3	Chemische Formeln	102

Zusammenfassung

Die vorliegende Diplomarbeit entstand in der Zuckerrübenkampagne 2003 bei der Nordzucker AG im Werk Clauen. Während dieser Kampagne sollte im Bereich der Kristallisation die Prozessführung an den Verdampfungskristallisatoren optimiert werden mit der Zielsetzung die Weißzuckerkristallisation zu verbessern. Die Problematik bei der Herstellung eines qualitativ hochwertigen Weißzuckers im Werk Clauen ist zurückzuführen auf anlagenbedingten Schwachstellen, die von der Umstellung der ehemaligen Rohzuckerfabrik auf die Weißzuckerproduktion herrühren.

Dazu gehört unter anderem die einstufige Kristallfuß-Herstellung. Dabei ist das Wachstum der Kristalle im Bereich von $d_{50} = 0,01$ mm auf $d_{50} = 0,4$ mm gefordert. Dies bereitet Schwierigkeiten wie Aggregat- und Falschkornbildung, die eine Qualitätsverschlechterung im Endprodukt zur Folge hat.

Aufgabe dieser Arbeit war es, die Optimierungsarbeiten unterstützend zu begleiten und sie zu dokumentieren. Dazu gehörten die Erstellung von Siebanalysen für Weiß- und Rohzucker-Kristallfuß sowie Weiß- und Rohzucker-Produkt. Damit wurden die optimalen Saatgutmengen der einzelnen Apparate bestimmt sowie deren Kochdauern überprüft und teilweise bestätigt.

Als Qualitätsmaßstab für den Zucker dienten die Verteilungsparameter mittlerer Kristalldurchmesser (d_{50}) und Gleichmäßigkeit (n). Im Ergebnis erreicht man mit den umgesetzten Optimierungsmaßnahmen die Zielgröße $d_{50} = 0,40$ mm bei dem Weißzuckerkristallfußapparat (90 t) seltener, während $n = 3,5 - 4,0$ in der Regel eingehalten wurde. Bei dem Rohzuckerkristallfußapparat wurde die Zielgröße von $d_{50} = 0,34$ mm im Durchschnitt erreicht. Die bisher empfohlene Kochdauer von 2,5 h konnte als minimale Kochdauer bestätigt werden, wobei eine längere Dauer nicht als nachteilig anzusehen ist.

Weiter vervollständigt wurden die Auswertungen durch den Vergleich der Prozessparameterverläufe (Kochkurven, dargestellt in den so genannten Trends) mit den zugehörigen Ergebnissen der Siebanalysen. Dabei konnte ein Zusammenhang zwischen ungleichmäßiger Zentrifugation auf Grund schlechter Zwischenraum-geometrie der Kristalle in den Zentrifugensieben und schlechten Verteilungsparametern, vor allem der Gleichmäßigkeit, festgestellt werden. Diese Probleme traten insbesondere bei den unregelmäßigen Rohzucker-Produktapparaten auf und hatten als Ursache oft die Schwankungen der Prozessvariablen Heizdampf- sowie Vakuumdruck. Bei den geregelten Apparaten waren durchgängig gute Werte der Gleichmäßigkeit n zu ermitteln, was auf eine ordentliche, reproduzierbare Prozessführung schließen lässt. Die nicht zufriedenstellenden Werte der mittleren Kristalldurchmesser waren vermutlich auf eine ungenügende Slurryaufbereitung zurückzuführen.

Zu Beginn der Kampagne wurde im Rahmen der Optimierungsarbeiten die Ermittlung des Saatpunktes von TS-Führung auf Übersättigungsführung umgestellt. Dazu wurden Kalibrationen der mikrowellen und radiometrischen Messwertgebern mit Hilfe von Trockensubstanzuntersuchungen am Saatpunkt durchgeführt. Zusätzlich erfolgte eine

apparative Verbesserung der Impulsleitungen. Für optimale Bedingungen zum Saatpunkt wurde die Heizedampfklappe kurz vor dem Saatpunkt gedrosselt.

Zur Verbesserung der Slurryaufbereitung wurde ein luftbetriebener Rührer mit ausreichender Scherleistung von 10 kW/m^3 zur Aufwirbelung von Sedimenten und Aggregaten in Isopropanol/Kristallgemisch angeschafft. Eine höhere Glycerin-sättigung sollte durch die regelmäßig aufgefüllte Kandistasche erreicht werden. Gleichzeitig wurde die Zugabe des Glycerins erst kurz vor Einfüllen der Slurry in die Einzugstrichter und die Zugabe dieses Gemisches erst kurz vor Saatpunkt festgelegt. Die Anpassung der Slurrymengen für die jeweiligen Apparate wurden mit Hilfe der Siebanalysen ermittelt und ergaben für den Apparat KF-WZ-2 (90 t) 1,3 l Slurry, für den KF-RZ 0,8 l, KF-NP 2,0 l und die WZ-Produktapparate 0,175 l Slurry. Für die Rohzuckerproduktapparate konnte bei einer Versuchsreihe eine Mindestmenge Kristallfußmagma von 6.000 l bestätigt werden.

Mit den aufgelisteten Optimierungsmaßnahmen sind maßgebliche Verbesserungen erreicht worden. Jedoch stehen die apparativen Einbauten zur Regelung der Diskontiapparate und die Verbesserung der Slurryaufbereitung als erfolgversprechendste Maßnahme noch aus. Im Interesse einer qualitativen Weißzuckerverbesserung und einer gleichmäßigeren Prozessführung sollte die Regelung des Heizedampf- und Vakuumdrucks in Zukunft dringend realisiert werden. Qualitäts-einbußen im Endprodukt auf Grund der Slurryaufbereitung sollten mit den noch ausstehenden apparative Verbesserung des Glycerin- und Slurryvorratsbehälters sowie einer einheitlichen Mahldauer der Kugelmühlen (mit einer Zeitschaltuhr zur Gewährleistung der gleichen Durchschnittsgröße der Slurrypartikel) dringend behoben werden. Um eine gesicherte Slurryqualität für die Kristallfußherstellung zu gewährleisten ist eine automatische Slurrydosierung zu empfehlen. Mit der Umstellung der einstufigen Kristallfußherstellung auf eine zweistufige Kristallfußherstellung mit Kühlungskristallisation im ersten Schritt nach dem Braunschweiger Prinzip könnte eine weitere Verbesserung der Qualität im Endprodukt erzielt werden.

Im Bereich der Prozessführung ist eine noch gleichmäßigere Saftinzugsregelung mit geringerer Oszillation zu empfehlen. Um die Übersättigungsberechnung insbesondere im VKT mit Sicherheit festlegen zu können, sollte eine Melasseuntersuchung zu Beginn der Kampagne zur Bestätigung der Wiklundkoeffizienten in der Übersättigungsberechnung durchgeführt werden.

Abschließend gehört zur Produktion einer konstanten Weißzuckerqualität (Standard) vor allem die regelmäßige Kontrolle der Standards. Zu empfehlen ist hier besonders das Kontrollieren der Zentrifugensiebe bei stehender Zentrifuge in nicht allzu großem Zeitabstand sowie die regelmäßige Kontrolle des Kandisvorrats im Glycerinbehälter zur Gewährleistung einer ausreichende Sättigung des Glycerins.

Zusätzlich zu der Dokumentation und Ausführung dieser Optimierungsmaßnahmen wurden die theoretischen Grundlagen des Werkes Clauen im Bereich der Kristallisation dokumentiert und die in der Produktion eingesetzten Materialien und Methoden mit ihren besonderen Einflüssen und Anforderungen beschrieben.

1 Einleitung

Jedes Jahr beginnt in Deutschland im Spätsommer (Anfang September) die Kampagne der Zuckerindustrie, in der die hierzulande angepflanzten Zuckerrüben mit ihrem Inhaltsstoff Saccharose zu kristallinem Zucker verarbeitet werden. Der Zucker, der das ganze Jahr über im Supermarkt von privaten Verbrauchern gekauft werden kann und von Großkunden (Coca Cola, Nestle, Bahlsen u.v.a.) ganzjährig in ihren Produkten verarbeitet wird, entsteht in einem kurzen Zeitraum von 3-4 Monaten in den hiesigen Zuckerfabriken.

Die Zuckerherstellung ist in unterschiedliche Bereiche eingeteilt:

Als erstes erfolgt die Annahme der Rüben und ihre Reinigung. Als zweites werden die Rüben zerkleinert und die Saccharose wird durch Extraktion aus den Rübenschnitzeln herausgezogen. Der daraus gewonnene „Rohsaft“ wird gereinigt und eingedickt, so dass der Rohstoff für den nachfolgenden Verfahrensschritt in konzentrierter Form vorliegt. Er wird Dicksaft genannt. Die sich nun anschließende Kristallisation erfolgt aufgrund der weiteren Einengung des Dicksaftes bis zu einem bestimmten Punkt, der sich Saatpunkt nennt. An dieser Stelle liegt eine bestimmte Konzentration der Saccharose vor. Hier wird ein Saatgut als Kristallvorlage eingezogen und so eine bestimmte Anzahl an Kristallteilchen vorgelegt. Die Prozessbedingungen sorgen dafür, dass diese Kristalle im Verlauf der Kristallisation in ihrer Anzahl konstant bleiben und so gezielt auf eine bestimmte Größe anwachsen können. Auf diese Weise wird das kontrollierte Kristallwachstum gesteuert. Die Kristallvorlage (das Saatgut) wird mit einem Verfahren, was Anfang der 80er Jahre unter dem Namen Kristallfußarbeit entwickelt wurde, hergestellt. Nach Vollendung der Kristallisation wird das Gemisch (Magma) aus Kristallen und restlichem Sirup mit Zentrifugalkraft voneinander getrennt, und die erhaltenen Zuckerkristalle werden getrocknet und in Silos gelagert. Für die einzelnen (Groß-) Kunden durchläuft der Zucker den Bereich der Siebstation bevor er verladen wird.

Besonders wichtig ist der Bereich der Kristallisation, in dem die Zuckerkristalle aus der Saccharoselösung ausgefällt werden. Aufgrund der fortgeschrittenen Technik ist es möglich geworden - wie oben schon angesprochen - die Kristallisation prozesstechnisch zu steuern und die Korngrößenverteilung des Zuckers im Sinne der geforderten Produktqualität zu beeinflussen. Die Kontrolle der Korngrößenverteilung am Chargenende des Kristallisationsvorganges erfolgt durch Siebanalysen im Labor, die die Grundlage der Untersuchungen dieser Arbeit darstellen.

Die Optimierung des Prozessablaufes für die diskontinuierlichen Kristallisationsapparate im Werk Clauen der NORDZUCKER AG ist Gegenstand dieser Diplomarbeit. Neben der Durchführung und Auswertung eigener Untersuchungen - hauptsächlich der Korngrößenverteilung - werden auch die Optimierungsmaßnahmen des Werkes während der Kampagne 2003 dokumentiert.

Im nachfolgenden **2. Kapitel** wird zunächst die Aufgabenstellung der Diplomarbeit genauer spezifiziert, und im **3. Kapitel** werden die theoretischen Grundlagen der Zuckergewinnung sowie die Anlagenstruktur des Werks Clauen - bezogen auf den Bereich der Kristallisation - behandelt.

Das **4. Kapitel** beschreibt die Materialien, die im Zusammenhang mit der Kristallisation eingesetzt werden sowie die Methoden bei Laboruntersuchungen, zur Prozessführung und den Betriebskontrollen.

Im **5. Kapitel** werden die Ergebnisse dargestellt und diskutiert. Ausgehend vom Ist-Zustand vor der Kampagne 2003, dargelegt in einem Werksbericht [SITTEL1 2003], folgt die Dokumentation der durchgeführten Optimierungsmaßnahmen im Werk Clauen und die Ergebnisauswertung der Korngrößenanalysen.

Abschließend werden im **6. Kapitel** anhand der Auswertungen zu empfehlende sowie fehlende Optimierungsmaßnahmen als Ausblick für zukünftige Handlungsweisen aufgelistet und erklärt.

2 Aufgabenstellung der Diplomarbeit

Untersuchungen zur Optimierung der Kristallisation im Werk Clauen der Nordzucker AG

Im Werk Clauen wird Weißzucker in einem klassischen 3-Produkt-Schema erzeugt. Die Hauptmenge wird dabei in einem kontinuierlich arbeitenden VKT produziert. Eine kleinere Menge muss kapazitätsbedingt diskontinuierlich erzeugt werden. Beide Schienen können nicht parallel mit genügend Kristallfuß als Saatgut versorgt werden. Dadurch ergeben sich zwei unterschiedliche Korngrößenverteilungen, die in einer Maische zusammengeführt werden, um dann als Mischung zentrifugiert zu werden. Dies hat zur Folge, dass zur Sicherstellung der geforderten Produktqualität hohe Deckwassermengen erforderlich sind, was energetisch nicht sinnvoll ist.

Der Saatgut-Kristallfuß wird in einem 1-stufigen Verfahren durch Verdampfungskristallisation aus Slurry (feingemahlene Zuckerkristalle mit einem mittleren Kristalldurchmesser von weniger als 10 μm) produziert. Zielgröße ist hierbei ein durchschnittlicher Kristalldurchmesser von 0,40 mm. Dieser Kristallfuß führt bei geregelter Kristallisationsbetrieb zu einer Produktgröße von ca. 0,68 mm.

In der Kampagne 2003 werden seitens NORDZUCKER Arbeiten zur Optimierung der Weißzucker-Kristallisation durchgeführt mit dem Ziel einer einwandfreien Produktqualität bei möglichst niedrigem Energiebedarf.

Frau Kunze erhält die Aufgabe, diese Optimierungsarbeiten durch die erforderlichen Untersuchungen zu begleiten. Im wesentlichen gehören dazu:

- ZUCKERANALYTIK (TROCKENSUBSTANZ- UND ZUCKERGEHALTSBESTIMMUNG, FARBBESTIMMUNG, LEITFÄHIGKEITSBESTIMMUNG)
- AUFBEREITUNG DER VERSCHIEDENEN KRISTALLMAGMAPROBEN
- SIEBANALYSEN ZUM NACHWEIS DES KRISTALLWACHSTUMS
- AUSWERTUNG DER AUFZEICHNUNGEN DES KRISTALLISATIONSPROZESSES IM PROZESSLEITSYSTEM

Ziel der Diplomarbeit ist die Ermittlung der optimalen Parameter für die Weißzucker-Kristallisation mit der kompletten Aufnahme und Dokumentation des Weißzucker-Kristallisationsprozesses während der Optimierungsarbeiten.

Die praktischen Arbeiten finden während der Zuckerrübenkampagne bis Weihnachten 2003 im Werk Clauen der NORDZUCKER AG statt.

Die Diplomarbeit wird im Werk Clauen durch die Herren Dr. Dankert und Bunert betreut.

3 Theoretische Grundlagen sowie spezielle Eigenschaften des Werks Clauen

3.1 Von der Rübe zum Dicksaft (Vorderbetrieb)

Ausgangrohstoff der Zuckergewinnung in Deutschland ist die Zuckerrübe. Nach ihrer Anlieferung auf dem Rübenhof eines Zuckerrübenwerkes erfolgt als erstes eine Reinigung und Zerkleinerung der Rüben in Rübenschnitzel. Nach dem Weg durch eine Schneidemaschine kommen diese in den Auslaughturm zur Extraktion, wo nach dem Gegenstromprinzip der größte Teil der Saccharose mit heißem Wasser herausgezogen wird. Den Bearbeitungsablauf zeigt Abb. 3.1.

Die ausgelaugten Schnitzel werden als Nebenprodukt zu Pellets für die Futtermittelindustrie verarbeitet. - Für eine energetische Nutzung im Sinne nachwachsender Rohstoffe wären sie theoretisch geeignet, jedoch sind die Preise auf diesem Markt derzeit noch nicht attraktiv genug. - Zuerst werden die Rübenschnitzel gepresst und dann getrocknet. Die Trocknung erfolgt üblicherweise in direktbefeuerten Trockentrommeln oder mit Hilfe eines Verdampfungstrockners, der auf der Basis von Dampfückführung arbeitet. Hier entstehen die Trockenschnitzel, die melassiert und dann weiter zu Pellets verarbeitet werden.

In dem Extraktionsschritt wird der sogenannte Rohsaft gewonnen. Er enthält neben dem Zucker auch verschiedene organische und anorganische Bestandteile der Rübe. Diese Nichtzuckerstoffe werden mit Hilfe von zugesetzter Kalkmilch ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) und Kohlensäure (CO_2) gebunden und ausgefällt. Zurück bleibt eine klare, hellgelbe Flüssigkeit - der Dünnsaft. Der ausgefällte Carbokalk (CaCO_3) wird abgepresst und als Kalk-Düngemittel in der Landwirtschaft eingesetzt. Die Carbonatation geschieht in der Safftreinigung.

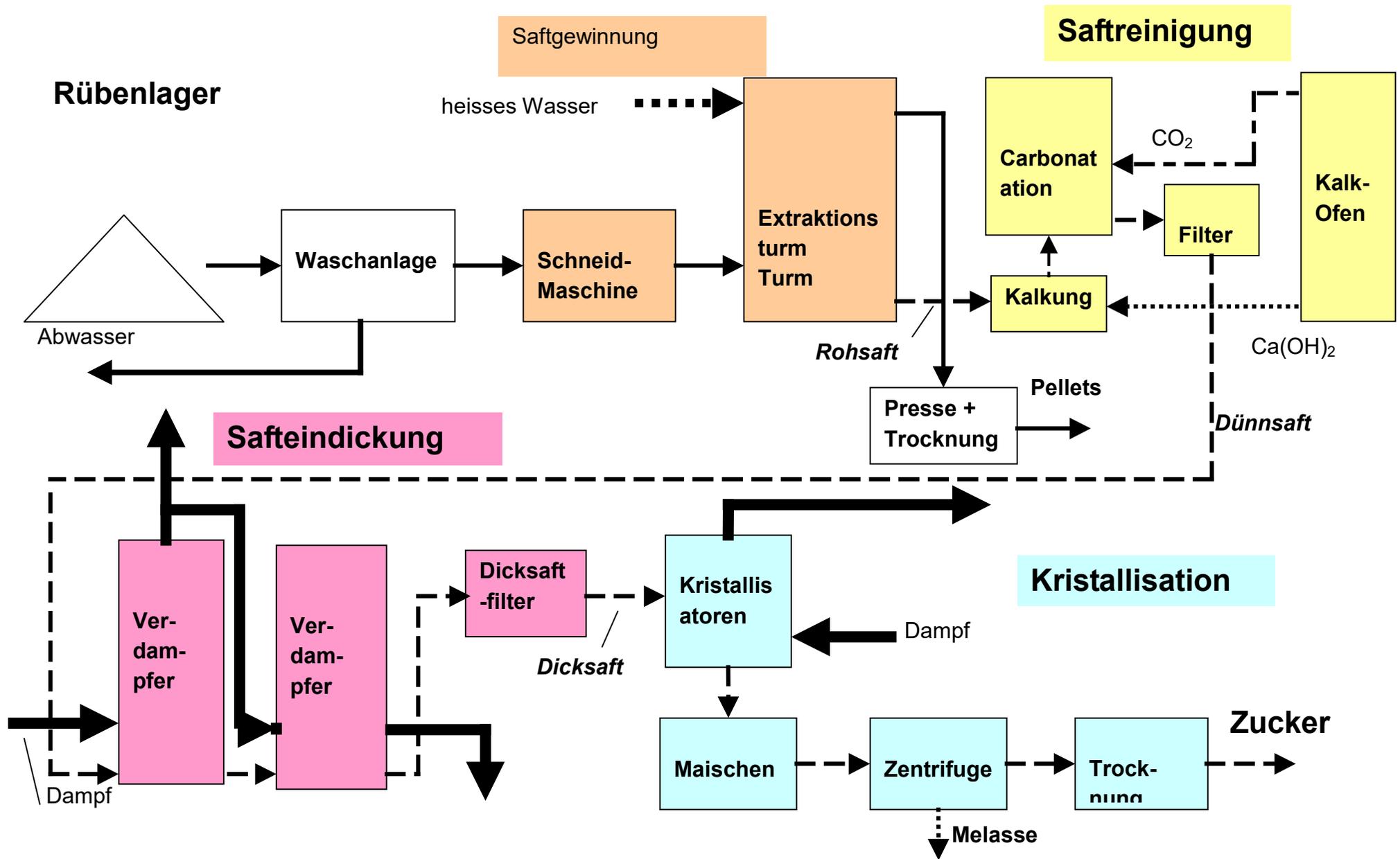


Abb. 3.1: Schematische Darstellung der Zuckerherstellung

Ziel der Kristallisation ist die Kristallgröße und Kristallgrößenverteilung

Das Ziel der Kristallisation, auf die gewünschten Verteilungsparameter zu kommen, wird mit Hilfe der Korngrößenanalyse untersucht. Zur Kontrolle, Prüfung und Beschreibung der Korngrößenverteilung wird die Siebanalyse genutzt. Die Entwicklung dieser Methode führte zu festgelegten Korngrößenfraktionen und entsprechend genormten Prüfsieben. Für die Zuckerkristalle gibt es vorwiegend drei Kornfraktionen:

grob (1,0-2,2 mm),
mittel (0,5-1,25 mm) und
fein (0,1-0,80 mm)

[ZUCKERTECHNOLOGIE 2002, S. 111]

Auswertung von Korngrößenanalysen mit Hilfe der RRSB -Körnungsnetze

Ein natürlich entstandenes Korngut liefert kein einheitliches Haufwerk und keine einheitliche Korngröße. Diese wird durch Trennverfahren erlangt. Alle Korngüter – also auch Kristallisate – weisen je nach Art ihrer Entstehung unterschiedliche Arten von Korngrößenverteilungen auf. Es handelt sich hierbei nicht um strenge Gesetzmäßigkeiten.

Um Haufwerke aber trotzdem mit befriedigender Näherung mathematisch zu beschreiben, bedient man sich des RRSB-Körnungsnetzes, um die Ergebnisse der Siebanalyse als Korngrößenverteilung darzustellen. Wie unter 4.2.3 schon beschrieben durchläuft dabei eine definierte Zuckermenge (Zuckerhaufwerk) den Siebturm. In Abb. 4.10 ist der Vorgang mit Auswertung anschaulich dargestellt. Auf den einzelnen Sieben wird ein bestimmter Anteil des Haufwerks zurückgehalten, der bei der Rückwaage der Siebe erfasst und auf die Gesamtmasse bezogen wird. Er wird als Klassenrückstand (Siebfraktion) in % angegeben. Diese Klassenrückstände werden dann als Mengenteile der Kornklassen über der Klassenbreite d in einer Graphik (RRSB-Körnungsnetz s.u.) aufgetragen (siehe Abschnitt 5.3.2.2). Addiert man die prozentualen Klassenrückstände Sieb für Sieb, so erhält man die prozentualen Rückstandssummen. Von ihnen ausgehend können aussagekräftige und vergleichbare Kennzahlen über Kristallgrößen d und Kristall(größen)verteilung n , die die Verteilungshauptparameter darstellen, erhalten werden [ZUCKERTECHNOLOGIE 2002, S.113].

Addiert man die prozentualen Klassenrückstände Sieb für Sieb, so erhält man die Verteilungssumme $Q(d)$. Sie gibt an, welcher Anteil des Kollektivs kleiner ist als ein Korndurchmesser d . Die zu dieser Verteilungssumme gehörende Verteilungsfunktion folgt der Beziehung

$$Q(d) = 1 - e^{-\left[\frac{d}{d'}\right]^n} \quad (4.14)$$

Darin bedeutet d' den Feinheitparameter der Verteilung und n den Gleichmäßigkeitsparameter. Bei $d = d'$ nimmt Q den Wert 0,63 an. Für die Beurteilung der Korngröße eines Haufwerkes wird aber meistens der Medianwert d_{50} herangezogen (mittlere Korngröße), bei dem Q den Wert 0,5 hat. Je kleiner diese Parameter sind, desto feiner sind die Kristalle. An der Entwicklung der Verteilungsfunktion bis zu ihrer heutigen mathematischen Form waren nacheinander Rosin, Rammler, Sperling und Bennet beteiligt. Die Funktion wird daher als RRSB-Verteilung bezeichnet.

Betrachtet man die Anteile des Kollektivs, die größer sind als der Korndurchmesser d , so gelangt man zur Rückstandsstandsverteilung

$$R(d) = 1 - Q(d) = e^{-\left[\frac{d}{d'}\right]^n} \quad (4.15)$$

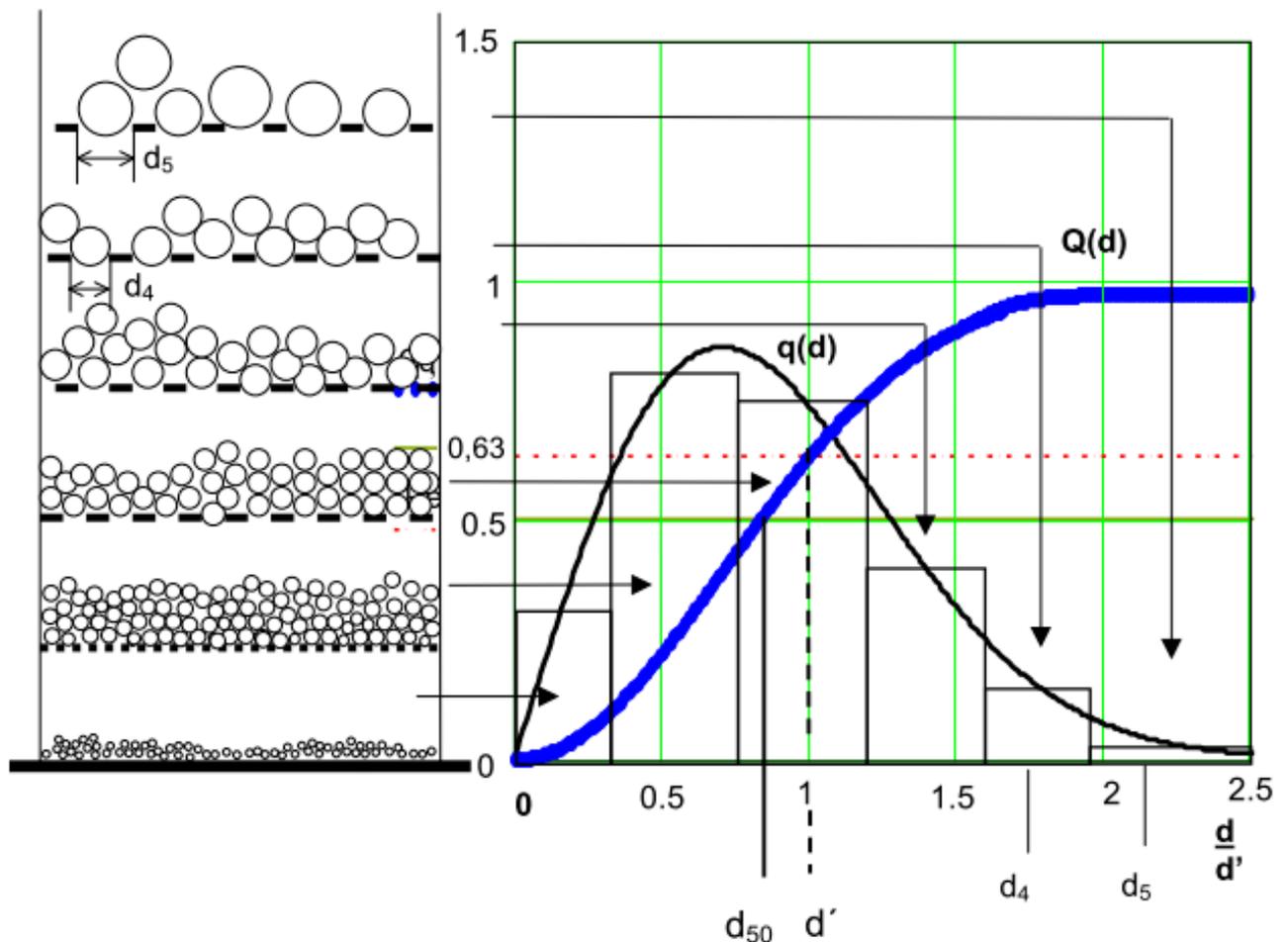


Abb. 4.10: grafische Darstellung der Korngrößenverteilung mit den Kenngrößen mittlerer Korndurchmesser Median d_{50} , dem statistischen Mittelwert d'

Die Ableitung der Verteilungsfunktion nach der Korngröße d ergibt die Verteilungsdichtefunktion $q(d)$. Diese kann durch die Fraktionen auf den Sieben angenähert werden.

$$q(d) = \left. \frac{dQ(x)}{dx} \right|_{x=d} \approx \frac{\Delta Q}{\Delta d} \quad (4.16)$$

ΔQ ist die Siebfraction und Δd ist die Klassenbreite. Trägt man $\Delta Q/\Delta d$ über der Klassenbreite als Balkens wie in Abb. 4.10 auf, so nähert die Balkenmitte die Verteilungsfunktion $q(d)$ an.

Man ist bei Körnungsanalysen bestrebt, zwecks Vereinfachung der Darstellung einen möglichst linearen Zusammenhang zwischen der unabhängigen Variablen Kristallgröße und der Verteilung herzustellen. Für diesen Zweck verwendet man Körnungsnetze. Es handelt sich um Koordiantennetze auf doppelt logarithmischen Papier, auf dem sich die Verteilungsfunktionen als Geraden darstellen. Damit besteht die Möglichkeit einer einfachen Bestimmung der Verteilungshauptparameter.

Zweimaliges Logarithmieren überführt Gleichung 4.14 in die Gleichung einer Geraden.

$$\lg R(d) = - \left[\frac{d}{d'} \right]^n \lg e$$

$$\lg \left(\lg \frac{1}{R(d)} \right) = n \lg d - n \lg d' + \lg(\lg e) \quad (4.17)$$

Dies ist nun auf doppelt logarithmischem Papier eine Gerade

$$y = n \cdot x + y_0 \quad (4.18)$$

Der Gleichmäßigkeitskoeffizient n macht eine Aussage über die Verteilung. Je größer er ist, um so einheitlicher ist die Kristallgröße; n sollte für Kristallzucker über 3,0 liegen. Zweckmäßigerweise bestimmt man die beiden Kennzahlen graphisch in einem RRSB-Körnungsnetz (DIN 1976; ICUMSA 1994, GS 2-37) oder mit einem Rechnerprogramm (s. hier Retsch). Die Steigung der RRSB-Geraden gleicht dem Exponenten n (1,6 ...6), der im allgemeinen mit wachsender Feinheit der Ausmahlung kleiner wird.

Daraus folgt: Je größer n , desto gleichkörniger ist das Mahlgut zur gegebenen Mittelfeinheit. Damit erhält der Parameter n die Bedeutung einer Gleichmäßigkeitszahl (Streuungsparameter). Er sollte für Kristallzucker über 3,0 liegen.

Der Feinheitsparameter d' hat die Bedeutung eines statistischen Korngrößenmittels; er charakterisiert als Kennzahl das gesamte Mahlgut und ergibt sich aus der RRSB-Funktion $R(d)$ für $d = d'$. Im Punkt d' schneidet die RRSB-Gerade den Wert 36,8 %.

$$R = \frac{1}{e} = 0,368 \quad (4.19)$$

Fehlerquellen:

- Um den Aggregatanteil - entstanden bei der Magmaaufbereitung - des Zuckerhaufwerks zu entfernen und den vollen tatsächlichen Kristallanteil bei der Korngrößenverteilung bei der Siebanalyse zu erhalten werden die Aggregate auf den oberen Sieben des Siebturms zerdrückt. Eine andere Art die fälschlichen Aggregate aus der Analyse herauszuhalten, ist, die Klümpchen zu verwerfen.
- Einwaage - Auswaagedifferenz sollte so gering wie möglich gehalten werden.

Folgen unterschiedlicher Korngrößenverteilungen

Die mittlere Kristallgröße d_{50} und die Gleichmäßigkeit n charakterisieren die Kristallgrößenverteilung eines Zuckerhaufwerks und bestimmen das physikalische Verhalten bei der industriellen Verarbeitung. Mit abnehmender Kristallgröße nimmt die spezifische Oberfläche deutlich zu, was zur Folge hat, dass mehr Sirup in Relation zum Kristall haften bleiben kann - die Qualität des Zuckers verschlechtert sich. Hier ist insbesondere der Verfahrensschritt der Zentrifugation gemeint, in dem die Kristalle vom Muttersirup getrennt werden. Die Kristallgröße hat wesentlichen Einfluss auf die Flüssigkeitsbindung. Grobes Kristallisat erleichtert die Flüssigkeitsabscheidung (kleinere spezifische Oberfläche), feineres Kristallisat erschwert die Flüssigkeitsabscheidung durch Veränderung der Zwischenraumgeometrie in den Zuckerkristallschichten auf den Zentrifugensieben infolge engerer Kapillaren und größerer Oberfläche je Masseneinheit [ZUCKERTECHNOLOGIE 2002, S.862]. Weiterhin bestimmt die Korngrößenverteilung der Kristalle das Aussehen des Zuckers.

Daher ist die Herstellung eines Zuckers möglichst einheitlicher Kristalle mit geringem Anteil feiner und sehr feiner Kristalle (enge Korngrößenverteilung) gefordert.

4.4.4 Parameter: Teilchen und Oberfläche von Kristallhaufwerken

In Tabelle 12/12 und 12/50 sind Teilchenanzahl und Oberfläche von Kristallhaufwerken in Abhängigkeit vom mittleren Durchmesser d' und vom Gleichförmigkeitskoeffizienten n für Kristallgrößen zwischen 10 μm und 3 mm dargestellt. Wie man aus den Zahlen ersieht, nimmt die Oberfläche mit kleinerem mittlerem Durchmesser d' stetig zu, die Teilchenanzahl nimmt jedoch zum Teil ab, wenn der Gleichförmigkeitskoeffizient n größer und der mittlere Durchmesser d' kleiner werden ($d' = 1,5 \text{ mm}$, $n = 2,5$, $d' = 1,0 \text{ mm}$, $n = 3,5$ usw.).

4.4.5 Kristallgehaltbestimmung

Der Kristallgehalt wurde von unterschiedlichen Magma Proben bestimmt. Die Grundgleichung, aus der der Kristallgehalt bestimmt werden kann, lautet:

$$w_{K, Ma} = \frac{m_K}{m_{Ma}} \quad (4.20)$$

Hier wird der Kristallgehalt w_K als Quotient aus dem Verhältnis der Kristallmasse des Magmas m_K zur Gesamtmasse des Magmas m_{Ma} berechnet.

Der Kristallgehalt eines Magmas am Sudende kann nicht direkt ermittelt werden. Um jedoch trotzdem einen möglichst genauen Wert des Kristallgehaltes zu bekommen, gibt es drei unterschiedliche Größen mit denen er ermittelt werden kann und die bei guter Analyse und Probenahme - mit geringen Abweichungen – einander entsprechen sollten. Dazu werden der Trockensubstanzgehalt des Magmas, der Trockensubstanzgehalt des Muttersirups und der Zuckergehalt der jeweiligen Probe bestimmt. Die einzelnen Terme zur Berechnung des Kristallgehalts aus diesen Größen sehen wie folgt aus:

TS - Gehalt

$$w_K = \frac{w_{TS, Ma} - w_{TS, MS}}{1 - w_{TS, MS}} \quad (4.21)$$

Zucker

$$w_K = \frac{w_{Z, Ma} - w_{Z, MS}}{1 - w_{Z, MS}} \quad (4.22)$$

Reinheit

$$w_K = \frac{q_{Ma} - q_{MS}}{1 - q_{MS}} \quad (4.23)$$

Nutschen

Das Nutschen erfolgte mit einer Labornutsche. Sie besteht aus einem stabilen Kupferzylinder, in den das Magma des Sudendes eingefüllt wird und dann mit einem Zylinderstumpf ebenfalls aus Kupfer und einem Wagenheber einige Zeit gepresst wird. Drei unterschiedliche Metallsiebe sitzen am Ende des Zylinders und sorgen dafür, dass die Zuckerkristalle zurückgehalten werden und nur der so genannte Nutschsirup aus der Suspension abgepresst wird. Es ist dabei sorgfältig darauf zu achten ein vorher abgewogenes Gefäß – in diesem Fall wurde meist ein Erlenmeyerkolben mit Stopfen verwendet – zum Auffangen des Nutschsirups unter das Zylinderende an der Apparatur zu platzieren. Mit dem erhaltenen Nutschsirup wurde dann eine 1:1 Verdünnung durchgeführt, davon der Trockensubstanzgehalt refraktometrisch bestimmt und die Fällung mit der erhaltenen Lösung durch Aluminiumchlorid gemacht. Mit dieser Lösung wird dann der Zuckergehalt bestimmt, und die Reinheit kann berechnet werden. Die Kristallgehaltsberechnung erfolgt nach den oben angegebenen Gleichungen 4.20.

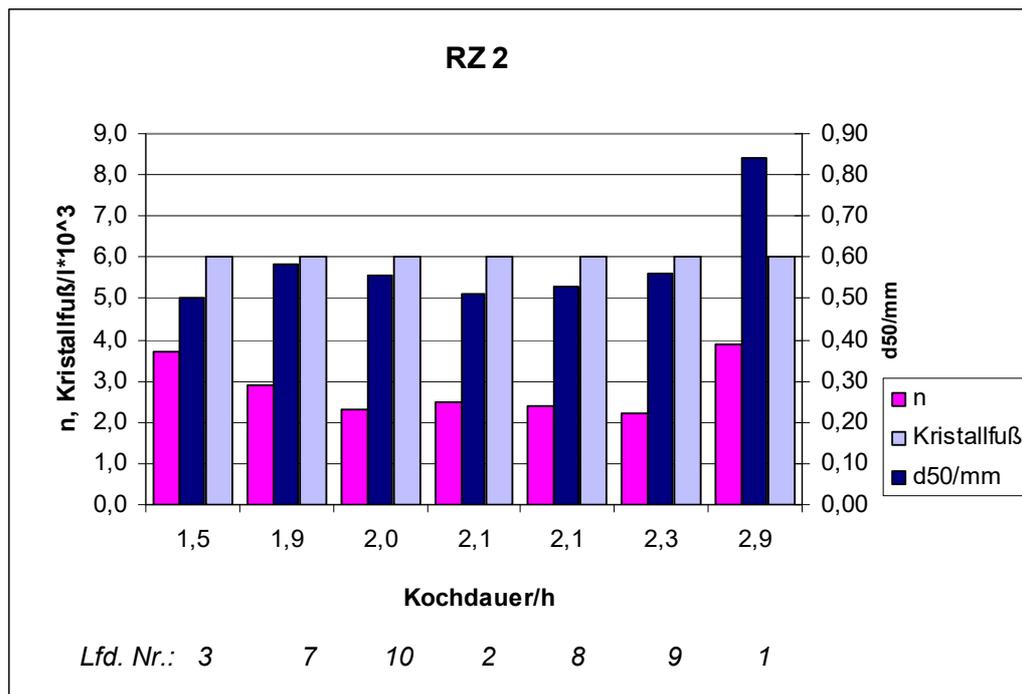


Diagramm 5.12: Verteilungsparameter bei unterschiedlicher Kochdauer bei 6.000 l KF

3	10	2	8	9	1
1.11.03	2.12.03	10.10.03	26.11.03	27.11.03	26.9.03

Tab. 5.16: Zuordnung der Proben des App. 2 zum Datum der Trends (**Anfahrbetrieb**)

Kristallfuß eingezogen, als es bei den Apparaten RZ-1 und RZ-2 der Fall gewesen war. Daraufhin erhielt der RZ-3 erhöhte Kristallfußmengen von 8.000 l und 9.000 l um die Verluste auszugleichen. Außerdem wurde die Leitung freigedampft.

Die Produktapparate RZ-1, RZ-2 und RZ-3 sowie WZ2-1 und WZ2-2 besitzen keine Regelungen zur Heizdampfdruck- und Vakuumdruckführung. Daraus lässt sich ein unregelmäßiger Sudverlauf und somit eine Schwankungsbreite und Ungenauigkeit im Kristallwachstum ableiten wie es auch in den Diagrammen 5.7, 5.8, 5.11 zu sehen ist. Aus diesen zwei wesentlichen Einflusskomponenten ist zu erkennen, dass in der Kampagne 2003 keine Optimierungsvorschläge im Bereich der Kristallisation mit absehbarem Erfolg umzusetzen waren. Daher ist hier erst einmal die Installation einer Regelungen für die Heizdampfdruck- und Vakuumseite zu empfehlen – s. 5.3.7 und 5.3.8. Da die Kristallfußmengenvariation ein sehr entscheidender Faktor für das Gelingen der kontrollierten Kristallisation ist, kann sie im Groben unabhängig von der unzureichenden Regelungen der Apparate gesehen werden – wie es besonders in Diagramm 5.10 zu sehen ist.

Für die Phase „Sudhalten“ muss in einem neu zu installierenden Bypass zur normalen Regelklappe (DN 100) ein Regelorgan mit deutlich geringerem Durchmesser (z. B.: DN 50) installiert sein, damit der Dünnsaft wirklich geregelt und nicht stoßweise zugegeben werden kann. Zusätzlich muss in der Steuerungssoftware der Heizdampfdruck während dieser Phase über einen zusätzlichen Sollwert deutlich reduziert werden

RZ-Produktapparate

Die drei RZ-Diskontipparate müssen mit einer Brüden- und Heizdampfdruckregelung ausgerüstet sein, sonst können die prozesstechnisch erforderlichen Maßnahmen in der Steuerungssoftware nicht sinnvoll wirken.

Ebenso wie bei den Weißzuckerproduktapparaten muss für die Phase „Sudhalten“ im Bypass zur normalen Regelklappe (DN 100) ein Regelorgan mit deutlich geringerem Durchmesser (z. B.: DN 50) installiert sein, damit der Dünnsaft wirklich geregelt und nicht stoßweise zugegeben werden kann. Zusätzlich muss in der Steuerungssoftware der Heizdampfdruck während dieser Phase über einen zusätzlichen Sollwert deutlich reduziert werden.

NP-Arbeit

Optimierung des NP-Kristalldurchmessers, keine generellen apparativen Änderungen erforderlich. [SITTEL, G.: Untersuchung zur Weißzuckerkristallisation, Interne Notiz, Juni 2003]

WZ-2-VKT

Bisher gibt es leider noch keine Erkenntnisse, um die Reisezeit anzuheben. Ansonsten arbeitet der VKT einwandfrei. Auch die zusätzlichen Untersuchungen des Nordzuckerinnocenters (November/Dezember) haben keine diesbezüglichen neuen Erkenntnisse gezeigt.

7 Literaturverzeichnis

- [Analysenbuch 1983] *Reinefeld, E., Schneider, F.:* Analytische Betriebskontrolle der Zuckerindustrie, Bartens, Berlin 1983
- [BCT 2004] <http://www.bct-junge-engineering.de/Glycerin/glycerin.html>
- [Biochemie 2004] <http://www.fachberatung-biologie.de/> Biochemie/ seiten-bioch/biochemie2.htm
- [Dopamine 2004] <http://www.dopamine.de/Inhalt/Gefahrstoffe/isopropanol.htm>
- [Grabka 1989] *Grabka, J.:* Eine neue Slurry zum Saatimpfen von Kochmasse, Zuckerindustrie 114 (1989), 467-468
- [Herstellvorschrift CLA 2003] HV09.15-19.doc: Kristallisation und Kristallabtrennung, Werk Clauen 2003

- [Kampagne 1996/97] Zuckerinstitut Braunschweig: Kampagnebericht 1996/97, Zuckerindustrie 122 (1997), 257-276
- [Kampagne 1988] *Buchholz, K., Schliephake, D.*: Kampagnebericht 1987, Zuckerindustrie 113 (1988), 361-379
- [KOCHERBUCH 1984] Kocherbuch Zuckerinstitut Braunschweig, interne Ausarbeitung, Kapitel 2.2: Arbeitsweise von Kochapparaten S. 26
- [Mechanische Verfahrenstechnik 1999] *Kruse, R.*: Mechanische Verfahrenstechnik, Grundlagen der Flüssigkeitsförderung und der Partikeltechnologie, Wiley-VCH, Weinheim 1999
- [Müller 2002] *Müller*: Mechanische Grundoperationen, Vorlesungsskript der Fachhochschule Düsseldorf, Fachbereich: Maschinenbau und Verfahrenstechnik, 2002
- [Römpp] *Falbe, J., Regitz, M.*: CD-Römpp, Chemie Lexikon A-Z, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York 1995
- [S-Blätter, Gly 2002/03] Sicherheitsdatenblätter von Hersteller bzw. Lieferant des Hilfsstoff Glycerin, 2002/03
- [S-Blätter, Iso 2002/03] Sicherheitsdatenblätter von Hersteller bzw. Lieferant des Hilfsstoffs Isopropanol, 2002/03
- [Sittel 1984] *Sittel, G.*: Erzeugung eines Kristallfußes aus reine Lösunge nach dem System des Braunschweiger Instituts, VDZ-Vortrag, Köln 1984
- [Sittel1 2003] *Sittel, G.*: Untersuchung zur Weißzuckerkristallisation, Interne Notiz, Ist-Zustand, Juni 2003
- [Sittel2 2003] *Sittel, G.*: Interne Vortragsunterlagen, November 2003
- [Sittel3 2003] *Sittel, G.*: Abschlussbericht zur Weißzuckerkristallisation, Interne Notiz, Dezember 2003
- [Sugar Technologists Manual 1995] *Bubnik, Z., Kadlec, P., D.Urban, Bruhns, M.*: Sugar Technologists Manual, Chemical and Physical Data for Sugar Manufacturers and Users, Bartens, Berlin 1995
- [Teschner 1978] *Teschner, F.*: Prozesskontrolle in der Zuckertechnologie, VEB Verlag Technik, Berlin 1978
- [Teschner 1989] *Teschner, F.*: Verfahren der Zuckerindustrie, 9. Lehrbrief, Praxis der Saccharosekristallisation, Berlin, 1989
- [TU Berlin 2002] *Schick, R.*: Seminar Zuckertechnologie, TU Berlin, 2002
- [Vauck 2000] *Vauck, W., Müller, H.*: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, 11. Aufl., DVG, Stuttgart 2000
- [Verfahrenstechnik 1999] *Hemming, W.*: Verfahrenstechnik, Vogel- Fachbuch, 8. Aufl., Würzburg 1999 [WVZ 2003] Wirtschaftliche Vereinigung der Zuckerindustrie, Internetseite
- [Zuckerherstellung 1984] Autorenkollektiv: Die Zuckerherstellung, 3. Aufl.,

Hochkochen:	Phase des diskontinuierlichen Verdampfungskristallisationsprozesses <i>historischer Begriff</i>
Homogenisierung:	gleichmäßige Verteilung von Stoffteilchen in einem Gemisch
Hygroskopie:	Wasser anziehend und aufnehmend
ICUMSA:	Kurzbegriff für INTERNATIONAL COMMISSION FOR UNIFORM METHODS OF SUGAR ANALYSIS. Diese Kommission wurde 1897 in Hamburg gegründet
zur von	Förderung der Zuckeranalytik und dem Vergleich Untersuchungsergebnissen. Die ICUMSA entwickelt z.B. standardisierte Messverfahren für die Zuckerindustrie.
Impfen:	Mechanische oder thermische Einwirkung zum Zwecke der Kristallkeimbildung <i>Nicht: Schockimpfen bzw. Schocken</i>
Invertzucker:	Gemisch aus gleichen Teilen Glucose und Fructose; entsteht durch Hydrolyse von Saccharose (Inversion)
Kalkung:	Verfahrensschritt der Saftreinigung, bei dem gebrannter Kalk oder Kalkmilch in den Saft eingebracht wird (auch: Vorkalkung, Hauptkalkung, Nachkalkung)
Keimbildung:	Neuentstehen wachstumsfähiger kleiner Kristalle
Kläre:	Lösung aus im Prozess schon erhaltenen, aber wieder aufgelösten Zuckerkristallen; <i>offiziell</i> : Lösung aus gedecktem oder affinierten Zucker Die Bezeichnung erfolgt nach der Herkunft des Zuckers entsprechend dem Kristallisationsschema (z.B. RZ-Kläre, NP-Kläre) Kläre hat hohen Reinheitsgrad, der Dicksaft wird damit aufgewertet
Kristall:	<i>Nicht</i> : Korn, <i>Aber</i> : Korngrößenverteilung
Kristallaggregat:	Verwachsungsgebilde aus mehreren Kristallen
Kristallfuß:	Suspension mit einer definierten Anzahl von Kristallen als Basis für ein kontrolliertes Kristallwachstum zur Erzielung der gewünschten Korngrößenverteilung
Kristallgehalt:	Massenanteil der Kristalle im Magma
Kristallisat:	Beim Kristallisieren gewonnene Kristallmasse
Kristallisation:	Keimbildung und Wachstum von Kristallen oder Kristallaggregaten
Kristallisationsbrüden:	Dampf, der bei der Verdampfungskristallisation entsteht
Kristallisationsgeschwindigkeit:	Je Zeiteinheit gebildete Kristallmasse
Kristallisationsschema:	Festlegung der Kristallisationsstufen zur Gewinnung des Zuckers
Kristallsuspension:	Gemisch aus Kristallen und Sirup

Kühlungskristallisation:	Kristallisieren durch Kühlen der Kristallsuspension
Magma:	Kristallsuspension mit hohem Kristallgehalt
Maische:	Apparat mit Rührwerk im Bereich der Kristallisation zum Aufnehmen oder Herstellen eines Magmas
Muttersirup:	diese ist von den Zuckerkrystallen zu trennen, um die reinen, strahlend weißen Zuckerkrystalle zu erhalten
Melasse:	Nachproduktablauf
Nachprodukt:	Zucker geringer Reinheit der letzten Kristallisationsstufe in Weiß- und Rohzuckerfabriken
Nichtsaccharose:	In Rohstoffen und Produkten enthaltene Substanz außer Saccharose und Wasser
Nichtsaccharosegehalt:	Differenz zwischen dem Trockensubstanzgehalt und dem Saccharosegehalt
Nichtzucker:	gebräuchlicher Sammelbegriff für alle in Rohstoffen und Produkten der Zuckerindustrie enthaltenen Substanzen außer Zucker und Wasser
Nichtzuckergehalt:	Differenz zwischen dem Trockensubstanzgehalt und dem Zuckergehalt im Sinne der Erläuterungen a und b zu Zuckergehalt
Nutschsirup:	Aus einem Magma durch Nutschen abgetrennter Sirup <i>Nicht: Nutschprobe</i>
Polarisation:	Lichtreflexion, die eine Aussage über die Färbung der Kristalle macht und damit auch über die Qualität des Zuckers
Produkt:	gewonnener Kristallzucker, der in eine Kristallisationsstufe unabhängig von der Art seiner Weiterverarbeitung hergestellt wird
Raffinade:	Handelsbezeichnung für Weißzucker sehr hoher Reinheit, der durch Auflösen und Umkristallisieren von Zucker niedriger Reinheiten erzeugt wird
Raffinerie:	Zuckerfabrik, die allein auf Fremdzucker angewiesen ist (keine Rübenannahme), hier wird Raffinade hergestellt
Raffinieren:	Umkristallisieren
Reinheit:	Zuckergehalt, bezogen auf den Trockensubstanzgehalt
Rohsaft:	In Extraktionsanlagen aus Zuckerrüben gewonnener Saft zur weiteren Verarbeitung
Saccharosegehalt:	siehe: Zuckergehalt
Säen:	Einbringen einer definierten Anzahl von Kristallbruchstücken in Form einer Slurry zum Zwecke des Kristallwachstums
Saft:	Oberbegriff für aus Pflanzen gewonnene wässrige Lösung von Zucker und Nichtzucker

Saftreinigung:	Partielle Entfernung der Nichtzuckerstoffe aus dem Rohsaft verbunden mit der Herstellung eines thermostabilen Dünnsaftes
Sättigung:	Bestimmtes Verhältnis von Zucker zu Wasser bei einer bestimmten Temperatur, bei der sich Teilchen nicht weiter in der Lösung auflösen
Sirup:	Oberbegriff für Zuckerlösungen höherer Konzentration <i>Nicht: Lösung oder Saft</i>
Sirupdecke:	die richtig angewendetet Sirupdecke soll die Zentrifugenausbeute bei gleicher Reinheit des Produktes erhöhen. Sie dient als eine Art Vorreinigung, durch deren Wirkung die Wasserdecke ganz erheblich zurück-genommen werden kann. Erst diese Reduktion der Wasserdecke führt zu dem wesentliche erhöhten Kristallerhaltungsgrad [Kampagne 1987].
Slurry:	Gemisch aus Zuckerkristallfuß, Isopropanol (damit die Kristalle mit ihrer Größe erhalten bleiben. In Wasser würden sie sich auflösen.) und Glycerin (er verhindert die Aneinanderlagerung der einzelnen Kristalle)
Standard Liquor:	siehe: Einzugslösung für WZ
Trockensubstanz:	Wasserfreie Substanz
Übersättigung, kritische:	Übersättigung, bei der eine Keimbildung einsetzt
Übersättigungszahl:	Quotient aus Zucker/Wasserverhältnis der übersättigten Lösung und Zucker/Wasser-Verhältnis der unter den gleichen Bedingungen (Temperatur und Reinheit bzw. Nichtzucker/Wasser-Verhältnis) gesättigte Lösung
Verdampfungskristallisation:	Kristallisieren durch Verdampfen des Lösungsmittels
Verteilermische:	Verteilungsvorrichtung für Magma vor den Zentrifugen
Weißzucker:	Kristallisierter Zucker hoher Reinheit Weißzucker 1 und 2 sowie 2a, Raffinade
Zentrifugiersirup:	aus einem Magma in einer Labortoriumszentrifuge abgetrennter Sirup
Zucker:	Bezeichnung für das Disaccharid Saccharose und Produkte der Zuckerindustrie, die im wesentlichen aus Saccharose bestehen
Zuckergehalt:	a) Saccharosegehalt b) Gesamtzuckergehalt c) Bereinigter Zuckergehalt