

**Entwicklung eines Extraktreinigungsverfahrens mit reduziertem
Kalkverbrauch**

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Azar Shahidizenouz
geboren im Iran

von der Fakultät III-Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -
genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender: Prof. Dr. rer. nat. L. W. Kroh
Gutachter: Prof. Dr. sc. techn. B. Senge
Gutachter: Prof. Dr. sc. techn. E. Manzke

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 26.06.2008

**Berlin 2008
D 83**

Abstract

Zur Einsparung von Kalk und Koks in der Extraktreinigung (Saftreinigung) der Zuckerfabrikation wurden in den letzten Jahren verstärkte Anstrengungen unternommen. Unterschiedliche Extraktreinigungsverfahren wurden entwickelt und getestet. Ein in der ZAFES (Zentralabteilung Forschung, Entwicklung und Services der Südzucker AG) entwickeltes Extraktreinigungsverfahren mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt (SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren) führte zu einem deutlichen geringeren Kalkverbrauch. Die kontinuierliche Erfassung der Extraktviskosität als Indikator für den Gehalt an hochmolekularen Bestandteilen des Extraktes sowie die Optimierung der Reinigungsprozessschritte (insbesondere die Hauptkalkungsbedingungen mit geringerem Kalkverbrauch) spielen für die effektive Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens eine zentrale Rolle.

Ziel der Arbeit war es, den Stand des Wissens und die erforderlichen wissenschaftlichen Grundlagen einer Extraktreinigung mit reduzierendem Kalkverbrauch zu erweitern und zu vertiefen. Der industrielle Einsatz des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens sollte durch Labor- und Versuche im großtechnischen Maßstab vorbereitet werden. Ein Inline-Online-Messverfahren zur Erfassung der Extraktviskosität wurde entwickelt und optimiert, um einen objektiven fluiddynamischen Kennwert als Führungsgröße zur optimalen Steuerung der Extraktreinigung insbesondere zur Reduzierung des Kalkverbrauches zu erhalten. Dazu stand das Messsystem RHEOSWING® RSD 1-1 auf der Basis eines Torsionsschwingers (Oszillationsmessungen) zur Verfügung.

Die Kompensation der Einflüsse unterschiedlicher Parameter wie z. B. Temperatur, Trockensubstanzgehalt, Strömungsgeschwindigkeit und Schergeschwindigkeit sowie die vorliegenden Hydrokolloide wie Pektin, Dextran und Lävän auf die Extraktviskosität wurde unter Produktions- wie Laborbedingungen ermittelt. Ein Superpositionsprinzip durch Zugabe von Lävän und Dextran in einer Saccharose-Pektin-Matrix wurde ermittelt. Anhand der Labor- und technischen Untersuchungen wurde ein Auswertungsdiagramm zur Interpretation der Viskositätssignale abgeleitet. Die Integration des Messsystems in das Prozessleitsystem ist bei Verarbeitung von alteriertem Rübenmaterial von großem Vorteil. Bei den Laborextraktreinigungsversuchen mit einer Modelllösung und Extrakten aus der technischen Anlage wurde die Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung mit reduzierendem Kalkverbrauch ermittelt und quantifiziert. Aus den Daten wurde das bisherige Konzept des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens (Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml) hinsichtlich des Kalkverbrauches in der Hauptkalkung für eine optimale Amidverseifung weitgehend reduziert. Es wurde festgestellt, dass eine Reduzierung der Hauptkalkungsalkalität bis ca. 0,4 g CaO/100 ml, und damit ein Einsparpotenzial Kalksteinverbrauch von ca. 5 kg/t R möglich ist.

Dekantationsversuche mit vorgekalkten Extrakten im Labor und in einem Versuchsdekanteur; ($V = 20 \text{ m}^3$) liefern optimale Dekantationsbedingungen wie Dekantationszeit, Temperatur und der Alkalität des vorgekalkten Extraktes. Weiterhin wurde das optimale Flockungshilfsmittel (Art und Menge) ermittelt. Es wurde festgestellt, dass die Extraktvoralkalisierung mit Hilfe Kalkmilch, des hauptgekalkten Extraktes oder der Natronlage einem wesentlichen Einfluss auf die Qualität des gereinigten Extraktes ausübt. Eine Reduzierung der mikrobiologischen Aktivität im Bereich der Extraktanwärmer wurde ermittelt. Mit Hilfe der Laborextraktreinigungsversuche mit einem Extrakt mit Komponentengemisch (Dextran, Lävän und Pektin) konnten die kritischen Kolloidmengen von 100 mg/l für die unterschiedlichen Extraktreinigungsverfahren mit unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten festgestellt werden. Die Laborextraktreinigungsversuche aus gezielt frostgeschädigtem Rübenmaterial sowie die rheologische Untersuchung des hergestellten gereinigten Extraktes mit Hilfe eines Hochleistungsrheometers bestätigten die Effizienz des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens im Vergleich mit anderen Maßnahmen (wie z. B. der Dextranaseinsatz, die Erhöhung des Kalkverbrauches sowie die Kalkungscarbonatation) zur Verarbeitung von alteriertem sowie frostgeschädigtem Rübenmaterial.

1.	Einführung.....	1
2.	Aufgabenstellung.....	2
3.	Literaturrecherche	4
3.1.	Rübenextrakt.....	4
3.1.1.	Reduzierende Zucker	5
3.1.2.	Pektin	5
3.1.3.	Stickstoffverbindungen	6
3.1.3.1.	Eiweißstoffe	6
3.1.3.2.	Aminosäuren und Amide	7
3.2.	Einwirkung von Frost auf Rüben und Extrakt.....	8
3.2.1.	Gefrieren und Erfrieren von Zuckerrüben.....	8
3.2.2.	Einwirkung von Mikroorganismen auf frostgeschädigte Rüben	8
3.2.2.1.	Dextran	9
3.2.2.2.	Lävan	11
3.3.	Rheologisches Verhalten des Extraktes	12
3.4.	Extraktreinigung.....	13
3.5.	Vorkalkung.....	13
3.5.1.	pH-Führung in der Vorkalkung.....	15
3.5.2.	Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Vorkalkung.....	16
3.5.3.	pH-Wert des optimalen Flockungspunktes	16
3.6.	Hauptkalkung	17
3.6.1.	Chemische Reaktionen bei der Hauptkalkung	17
3.6.1.1.	Invertzuckerabbau.....	17
3.6.1.2.	Amidverseifung	19
3.6.1.3.	Glutaminabbau	19
3.6.1.4.	Thermostabilität des gereinigten Extraktes.....	23
3.6.1.5.	Sterilisation des vorgekalkten Extraktes	24
3.6.2.	Technologieführung der Hauptkalkung.....	24
3.6.2.1.	Temperatur und Verweilzeit in der Hauptkalkung.....	24
3.6.2.2.	CaO-Verbrauch der Hauptkalkung.....	24
3.7.	Extraktreinigungsverfahren	26
3.8.	Das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren.....	26
3.9.	Flockung	28
3.10.	Sedimentation.....	30
3.11.	Filtration.....	33
4.	Material und Methoden.....	36
4.1.	Herstellung einer Modelllösung (extraktähnlich).....	36
4.2.	Methoden und Aufbau der Versuchsanlagen.....	37
4.2.1.	Aufbau der Versuchsanlage für die Extraktreinigungsversuche	37
4.2.2.	Bedingungen der standardisierten Extraktreinigung	38
4.2.2.1.	Vorkalkung.....	38
4.2.2.2.	Hauptkalkung.....	38
4.2.2.3.	1. Carbonatation	38
4.2.2.4.	2. Carbonatation	38
4.2.3.	Inline-Online-Erfassung der Extraktviskosität	40
4.3.	Methodenentwicklung zur Bestimmung der Thermostabilität	40
4.4.	Bestimmung der Extraktviskosität	42
4.5.	Bestimmung des Absetzverhaltens von vorgekalktem Extrakt.....	43
4.6.	Analytik	44
4.7.	Fehlerbetrachtung	45
4.7.1.	Fehlerabschätzung bei der Laborextraktreinigung.....	45

4.7.2.	Fehlerabschätzung bei der Farbmessung des gereinigten Extraktes.....	46
5.	Kontinuierliche Erfassung der Extraktviskosität.....	48
5.1.	Methodenentwicklung zum Einsatz eines Inline-Viskosimeters	50
5.2.	Vorversuche in der Kampagne 2002.....	51
5.3.	Untersuchungen in der Kampagne 2003	53
5.3.1.	Untersuchungen im Werk A	53
5.3.2.	Untersuchungen im Werk B	55
5.4.	Untersuchungen in den Kampagnen 2004 und 2005 im Werk B	58
5.4.1.	Optimierung des Abscheidebehälters	60
5.4.2.	Schaumbildung im Abscheidebehälter	63
5.4.3.	Optimierung der Strömungsgeschwindigkeit	64
5.4.4.	Die Standzeit des Messsystems und der Reinigungszyklus.....	65
5.4.5.	Stabile Messwerterfassung der Extraktviskosität	67
5.4.6.	Filtrationsprobleme	68
5.5.	Einflussfaktoren auf die Extraktviskosität.....	69
5.5.1.	Strömungs- bzw. Schergeschwindigkeit	69
5.5.2.	Einfluss der Extrakttemperatur	71
5.5.3.	Einfluss der hochmolekularen Bestandteile (Laboruntersuchungen)	72
5.5.4.	Einfluss des Trockensubstanzgehaltes.....	74
5.5.5.	Superpositionsprinzip	75
5.5.6.	Auswertungsdiagramm für das Viskositätssignal im Werk B.....	76
6.	Optimierung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens.....	77
6.1.	Optimierung der Vorkalkung.....	80
6.1.1.	Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Vorkalkung.....	80
6.1.2.	Die pH-Führung in der Vorkalkung.....	82
6.1.3.	Schlammensaftkonzentrat-Rücknahme in der Vorkalkung.....	82
6.2.	Optimierung des Absetzverhaltens von vorgekalktem Extrakt	83
6.2.1.	Flockungsmittelart und -dosierungsmenge	83
6.2.2.	Einfluss der Vorkalkungstemperatur	84
6.2.3.	Einfluss der Alkalität auf den vorgekalkten Extrakt	85
6.2.4.	Flockungsmittel natürlicher Herkunft	86
6.2.5.	Dextranhaltiger vorgekalkter Extrakt.....	90
6.3.	Erforderliche Dekantationszeit	90
6.4.	Dauerversuche in den Kampagnen 2005 bis 2007	93
7.	Optimierung des Kalkverbrauches bei der Hauptkalkung	99
7.1.	Abbaureaktion des Invertzuckers	100
7.2.	Amidverseifung	100
7.2.1.	Einfluss der Hauptkalkungsalkalität auf die Amidverseifung	101
7.2.1.1.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (Alk _{-HK} = 0,8 g CaO/100 ml).....	101
7.2.1.2.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (Alk _{-HK} = 0,6 g CaO/100 ml).....	102
7.2.1.3.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (Alk _{-HK} = 0,4 g CaO/100 ml).....	104
7.2.2.	Einfluss der Hauptkalkungsdauer auf die Amidverseifung	105
7.2.2.1.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (t _{hHK} 20 min)	105
7.2.2.2.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (t _{hHK} 40 min)	107
7.2.2.3.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (t _{hHK} 60 min)	108
7.3.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf den Kalksalzgehalt des gereinigten Extraktes.....	109
7.4.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Farbe des gereinigten Extraktes.....	110

7.5.	Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Thermostabilität des gereinigten Extraktes.....	112
7.6.	Rheologische Untersuchungen mit gereinigtem Extrakt	114
7.7.	Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung	115
7.8.	Amidverseifung in der Extraktreinigung des Werkes B.....	116
7.8.1.	Untersuchungen in der Kampagne 2005	116
7.8.2.	Untersuchungen in der Kampagne 2006	117
7.8.3.	Untersuchungen in der Kampagne 2007	119
7.9.	Entwicklung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens zur Patentreife.....	120
7.10.	Kalte und heiße Hauptkalkung	121
7.11.	Extraktvoralkalisierung (Patentanmeldung)	124
7.11.1.	Laborextraktreinigungsversuche mit Extraktvoralkalisierung	124
7.11.2.	Extraktvoralkalisierung in der Kampagne 2006	127
7.11.3.	Extraktvoralkalisierung in der Kampagne 2007	129
8.	Laborextraktreinigungsversuche	131
8.1.	Extrakt mit Zusatz eines Komponentengemisches aus Dextran, Lävän und Pektin (jeweils 100 mg/l)	131
8.2.	Extrakt aus dem frostgeschädigten Rübenmaterial	134
9.	Schlussfolgerungen für weitere Untersuchungen	137
10.	Zusammenfassung.....	139
11.	Literaturverzeichnis.....	142
12.	Anhang	153
12.1.	Tabellenverzeichnis	VII
12.2.	Abbildungsverzeichnis	XI

Symbolverzeichnis

Symbol	Bezeichnung	Einheit
A	Fläche	m ²
a ₁	Koeffizient Gl. 12	mPa·s/K ²
a ₃	Koeffizient Gl. 14	IE/K ²
a ₄	Koeffizient Gl. 15	min
a ₅	Koeffizient Gl. 16	°C
b ₁	Koeffizient Gl. 12	mPa·s/K
b ₃	Koeffizient Gl. 14	IE/K
b ₄	Koeffizient Gl. 15	min
b ₅	Koeffizient Gl. 16	°C
c	Konzentration	g/l
c ₁ , c ₂	Koeffizienten Gl. 12 und 13	mPa·s
c ₃	Koeffizient Gl. 14	IE
c ₄	Koeffizient Gl. 15	min
c ₅	Koeffizient Gl. 16	°C
c _w	Widerstandsbeiwert	-
d	Durchmesser	m
d ₅₀	Teilchendurchmesser bei einem Durchgang von 50 %	µm
d _F	Durchmesser des Feststoffes	m
F	Kraft	N
F _A	Auftriebskraft	N
F _G	Schwerkraft	N
F _T	Trägheitskraft	N
F _w	Strömungswiderstandskraft	N
FK-Wert	Filtrationskoeffizient der 1. Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation	s/cm ²
H _k	Filterkuchenhöhe	m
I	Impuls	kgm/s
K	Konsistenzfaktor (OSTWALD-Parameter)	Kg/ms ²⁻ⁿ , Pa·s ⁿ
k	Geschwindigkeitskonstante der Glutaminhydrolyse	l/min
m	Masse	kg
\dot{m}	Massenstrom	kg/h
n	Fließindex	-
p	Druck	Pa
Δp	Druckdifferenz	Pa
Δp _F	Filterdifferenzdruck	Pa
q	Reinheit	%
s	Standardabweichung	Pa
S	Sedimentationsweg	m
r	Korrelationskoeffizient	-
t	Zeit	s
\bar{t}	mittlere Verweilzeit	s

T	Absolute Temperatur	K
ΔT	Temperaturdifferenz	K
v	Geschwindigkeit	m/s
V	Volumen	m ³
\dot{V}	Volumenstrom	m ³ /h
V_F	Filtratanfall je m ² Filterfläche	m ³ /m ²
w_S	Sedimentationsgeschwindigkeit	m/s
w_{TS}	Trockensubstanz	kg/kg
w_Z	Saccharosegehalt	kg/kg
y_F	abgeschiedene Trockensubstanzmenge (je m ³ Filtrat)	kg/m ³
α	Widerstand des Filterkuchens	m/kg
β	spezifischer Widerstand des Filtermittels	1/m
ρ	Dichte	kg/m ³
ρ_F	Dichte des Feststoffes	kg/m ³
ρ_{Fl}	Dichte der Flüssigkeiten	kg/m ³
η	dynamische Viskosität	Pa s
η_{Fl}	dynamische Viskosität der Flüssigkeit	Pa s
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	s ⁻¹
ϑ	Temperatur	°C
ν	Kinematische Viskosität	m ² /s
τ	Schubspannung	Pa

Indizes und Abkürzungen:

Alk.	Alkalität
a. R.	auf Rübe (bezogen auf Rüben)
D	Dextran
Dek	Dekanteur
DüS	Filtrat der 2. Carbonatation, Dünnsaft ² oder gereingter Extrakt
el.	elektrisch
Ex	Extrakt (Rohsaft)
F	Farbe
FI	Durchflussanzeige (<i>DIN 19227, Teil 1, 1993</i>)
hHK	heiße Hauptkalkung
HK	Hauptkalkung
IDM	induktive Durchflussmessung
IE	ICUMSA-Einheit
In	Invertzucker
kHK	kalte Hauptkalkung
KM	Kalkmilch
L	Lävan
NZ	Nichtzuckerstoffe
P	Pektin
QI	Anzeige einer Qualitätsgröße (<i>DIN 19227, Teil 1, 1993</i>)
R.	Rübe
S	Saccharose
Spez.	spezifisch
TI	Temperaturanzeige (<i>DIN 19227, Teil 1, 1993</i>)
TIC	Temperaturanzeige mit Aufzeichnung (<i>DIN 19227, Teil 1, 1993</i>)
TS	Trockensubstanz
VK	Vorkalkung
Z	Zucker

1. Einführung

Ein wichtiger Abschnitt bei der Zuckerherstellung ist die Extraktreinigung (Saftreinigung), die im technischen Maßstab mit dem Kalk-Kohlensäure-Verfahren durchgeführt wird. In der Zuckerindustrie werden zur Einsparung von CaCO_3 und Energieträger (z. B. Koks) große Anstrengungen unternommen, um den Kalkverbrauch zu senken. Hierzu wurden in der Vergangenheit unterschiedliche Extraktreinigungsverfahren (z. B. Braunschweiger Extraktreinigung, Limex-Verfahren und Membranfiltration) in verschiedenen Unternehmen entwickelt, getestet und umgesetzt. Die praktische Bedeutung dieser Verfahren korreliert mit der Änderung der Rüben- bzw. Extraktqualität. Neuere Forschungsarbeiten zur Kalkeinsparung in der Extraktreinigung der Zuckerfabrikation spielten in den letzten Jahren neben der Optimierung von Kristallisationsprozessen und der Verbesserung der Extraktausbeute durch Elektroporation eine große Rolle. Hierzu wurden das LIMOS-Verfahren (Lime Optimization System von Zuckerforschung Tulln) und das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt entwickelt.

Ausgangspunkt für die Beurteilung des Kalkverbrauches in der Zuckerherstellung sind die vorliegenden Nichtsaccharosestoffe im Extrakt (Rohsaft). Außerdem kann man die Technologieführung und die Anwendung der verfahrenstechnischen Aspekte für die Durchführung der Extraktreinigung in Betracht ziehen. In der Literatur werden sehr unterschiedliche Angaben über die Kalk-Nichtsaccharose-Verhältnisse gegeben. Sie liegen zwischen 0,80 -1,00 g CaO/g Nichtsaccharose.

Ein in der ZAFES (Zentralabteilung Forschung, Entwicklung und Services der Südzucker AG) entwickeltes Extraktreinigungsverfahren mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt (Vorkalkungssaft) könnte für die Fabriken mit Druckfiltration nach der Carbonatation von großem Interesse sein. Hierbei kann die Extraktreinigung mit deutlich geringerem Kalkverbrauch durchgeführt werden. Die kontinuierliche Erfassung der Extraktqualität sowie die Optimierung der Extraktreinigungsschritte (insbesondere die Hauptkalkungsbedingungen mit geringerem Kalkverbrauch) spielen für die effektive Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens eine zentrale Rolle.

Diese Arbeit soll dazu dienen, die erforderlichen wissenschaftlichen Grundlagen des industriellen Einsatzes des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens im Labor- und großtechnischen Maßstab vorzubereiten. Hierbei müssen Untersuchungen zur kontinuierlichen Ermittlung der Extraktviskosität als Indikator für den Gehalt an hochmolekularen Bestandteilen des Extraktes erfolgen. Außerdem müssen die Bedingungen im Extraktreinigungsprozess für eine reduzierte Hauptkalkungsalkalität erforscht und optimiert werden.

2. Aufgabenstellung

In der Literatur findet man kaum Angaben über die erforderlichen Bedingungen zur Extraktreinigung mit sehr geringerem Kalkverbrauch (Hauptkalkungsalkalität von 0,4 - 0,8 g CaO/100 ml; d. h. ein Kalkverbrauch von ca. 12 - 20 kg/t R.). Publierte Literatur über die Hauptkalkungsbedingungen beschreibt die erforderlichen Parametern für die Optimierung der Hauptkalkung mit Hauptkalkungsalkalitäten von 0,8 - 1,2 g CaO/100 ml und noch höher (*Teschner 1984, Bohn et al. 1990, Buczy's 1993 und Madsen 2000*).

Ebenfalls gibt es in der Literatur nur wenige Angaben über das fluiddynamische Verhalten des im Vorderbetrieb bei der Extraktgewinnung anfallenden Extraktes. Eine große Anzahl der veröffentlichten Publikationen beschäftigt sich mit der Frage des Viskositätsverhaltens von verschiedenen hochkonzentrierten Lösungen bei der Zuckergewinnung bzw. der Medien im Zuckerhaus (*Szekrenyesy et al. 1985-a und 1985-b, Christoph et al. 1998 und Schmidt 2000*).

In Rahmen dieser Arbeit sollen grundlagenwissenschaftliche Untersuchungen zum Aufbau der Viskositätsmatrix im Extrakt insbesondere bei der Verarbeitung von alterierten und geschädigten Rübenmaterial sowie Untersuchungen zur Optimierung des Extraktreinigungsprozesses mit geringeren Kalkverbrauch z. B. durch das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt durchgeführt werden. Hierzu werden Modelllösungen und Extrakte aus den technischen Anlagen nach folgenden Schwerpunkten untersucht:

1. Methodenentwicklung und Optimierung einer Inline-Online-Datenerfassung zur Bestimmung der Extraktviskosität mit den Zielstellungen:

Ermittlung und Auswertung erforderlicher Parameter wie Temperatur, Volumenstrom, Standzeit, Reinigungsmodalität, Grobpulpegehalt des Extraktes zur Absicherung des Messverfahrens.

Ermittlung und Kompensation der Einflüsse unterschiedlicher Parameter (Temperatur, Trockensubstanzgehalt, Strömungsgeschwindigkeit, Schergeschwindigkeit sowie vorliegender Hydrokolloide wie Pektin, Dextran und Lävän) auf die Extraktviskosität.

Einbindung und Verwertung des Messsignals in der Prozesssteuerung des Werkes sowie Entwicklung von Kriterien zur sicheren Abklärung von auftretenden Filtrationsschwierigkeiten bzw. einer kalkmilchsparenden Fahrweise der Extraktreinigung.

2. Laboranalytische Ermittlung der Korrelationen zwischen Alkalität, Temperatur und Verweilzeit in der Hauptkalkung zur Optimierung des Kalkverbrauches im Bereich geringerer Hauptkalkungsalkalitäten.

Ermittlung der erforderlichen Hauptkalkungsalkalität bei dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt.

Methodenentwicklung zur Ermittlung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes (Dünnsaftes) bei unterschiedlichen Drücken (Simulation der Verdampfstation).

Ermittlung des Einflusses der Hauptkalkungsalkalität auf die Thermostabilität des gereinigten Extraktes.

Optimierung des Abscheidungsverhaltens durch Dekantieren der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt (Parameter sind Dekantationszeit, Temperatur und Alkalität des vorgekalkten Extraktes).

Ermittlung des erforderlichen Flockungshilfsmittels bezüglich Art und Menge.

3. Großtechnische Voruntersuchungen zur Optimierung des Kalkverbrauches bei der Inbetriebnahme des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens mit der Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt.

Optimierungsvarianten mit dem SZ/RT-Verfahren wie z. B. Extraktvoralkalisierung, kalte und heiße Hauptkalkung und Hochalkalisierung des vorgekalkten Extraktes.

Verarbeitungsmöglichkeiten von alterierten und frostgeschädigten Rübenmaterial mit dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren.

4. Untersuchungen zur Optimierung des Kalkverbrauches bei der großtechnischen Inbetriebnahme des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens mit Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt.

Diese Untersuchungen sollen mit Modelllösungen sowie Extrakten aus großtechnischen Anlagen (Südzucker AG) durchgeführt werden.

3. Literaturrecherche

3.1. Rübenextrakt

Rübenextrakt lässt sich als disperses System beschreiben, in dem die Partikel (Erданhang, Sand und Rübenbruchstücke) heterogen suspendiert sind. Folglich besteht er aus einer kontinuierlichen Phase und gelösten hochmolekularen Bestandteilen (Saccharoselösung) als Dispersionsmittel und einer dispersen Phase (hochmolekulare Bestandteile wie kolloidal gelöste Proteine, Hemicellulose, Polysaccharide, Farbstoffe und Pektin).

Nativer Rübenextrakt besitzt einen erheblichen Teil an hochmolekularen Nichtsaccharosestoffen. Die Verunreinigungen des Extraktes sind molekular und kolloidal gelöst und besitzen sehr unterschiedliche chemische und physikalische Eigenschaften. Diese Nichtsaccharosestoffe sind verantwortlich für die auftretenden Probleme wie z. B. Filtrationsprobleme der Calciumcarbonatsuspension der 1. sowie 2. Carbonation (Schlammsaft 1 sowie Schlammsaft 2) während des Zuckerfabrikationsprozesses. *Buczys (1998)* beschreibt den Einfluss vorhandener Nichtsaccharosestoffe im Extrakt auf die Qualitätsmerkmale der Zwischenprodukte und des gereinigten Extraktes.

Der Saccharosegehalt des Extraktes beträgt ca. 12 - 18 % a. R. (*Teschner 1984, Tscheuschner 1996, Buczys 1998* und *Vetter 2000*). Die Reinheit des Extraktes aus Zuckerrüben beträgt ca. 85 - 91 % und der pH-Wert des Extraktes beträgt ca. 5,8 - 6,3 (*Teschner 1984* und *Vetter 2000*).

In den älteren Veröffentlichungen wurden reine Saccharoselösungen (*Schneider et al., 1963, Schneider et al., 1967* und *Eszterle 1990*) und unreine Saccharoselösungen (*Drago und Delavier 1967*) als Newtonsche Flüssigkeiten bezeichnet. Neuere Arbeiten aus der Technischen Universität Berlin (Fachgebiet Lebensmittelrheologie), die sich mit materialwissenschaftlicher Klassifizierung der im Zuckerfabrikationsprozess vorliegenden Fluide aus Sicht des Fließverhaltens beschäftigen haben, weisen ein stark ausgeprägtes nicht-Newtonsches Verhalten des Extraktes im Schergeschwindigkeitbereich von $0,1 - 50 \text{ s}^{-1}$ (*Ajdari Rad 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2003*) nach. Weiterhin berichten *Ajdari Rad und Senge 2003*, dass das nicht-Newtonsche Fließverhalten des Rübenextraktes mit zunehmender Konzentration an hochmolekularen Bestandteilen wie z. B. Pektin zunimmt.

Die hochmolekularen Extraktbestandteile können sich auf das Fließverhalten des Extraktes sowie weitere Strukturbildung und Strukturänderungen bei der Extraktreinigung, auswirken (*Ajdari Rad 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2003*). Die Viskosität und das nicht-Newtonsche Verhalten des Extraktes werden von Menge und Art hochmolekularer Nichtsaccharosestoffe

beeinflusst (*Drago und Delavier 1967, Ajdari Rad 2002, Ajdari Rad und Senge 2002 und Ajdari Rad und Senge 2003*).

3.1.1. Reduzierende Zucker

Als reduzierende Substanzen werden die Monosaccharide sowie andere Substanzen wie Arabinose und Galacturonsäure mit reduzierenden Eigenschaften bezeichnet. Der Anteil von Fructose und Glucose am Gesamtanteil der reduzierenden Substanzen macht etwa 70 - 90 % aus und nimmt im Verlauf der Kampagne ab. Der Gehalt an Monosacchariden von gesunden, frischen Rüben liegt nach Angaben von *Bohn 2000* unter 0,1 g/100 g Rüben bzw. ca. 0,6 g/100 g Zucker und ist von Vegetationsbedingungen und -dauer, Rübensorte, Gesundheitszustand sowie Lagerungsbedingungen und -dauer abhängig. In Zuckerrüben liegt der Glucosegehalt etwa doppelt so hoch wie der Fructosegehalt. Dieses Verhältnis wird im Verlauf der Zuckerfabrikation umgekehrt.

3.1.2. Pektin

Pektin ist der zweite neben dem Protein in größerer Menge vorkommende hochmolekulare Bestandteil des Extraktes, der große Bedeutung für das Auftreten eines Flockungspunktes bei der Vorkalkung hat (*Reinefeld et al., 1980*). Der Pektingehalt der Rüben beträgt zwischen 1 bis 2 %, d. h. ca. 25 - 30 g/100 g TS der extrahierten Schnitzel (*van der Poel et al., 2000*). Der Pektingehalt des Rübenextraktes variiert nach Angaben unterschiedlicher Autoren (*Stark et al., 1951, Schneider und Hoffmann-Walbeck 1951, Schneider und Reinefeld 1968 und Hoffmann 1979*) zwischen 0,1 - 0,8 g/100 g TS. Der Pektingehalt des Extraktes ist von Rübenbedingungen, Extraktionsbedingungen wie Temperatur, pH-Wert, Aufenthaltsdauer, Schnitzeigenschaften und der Presswasserbehandlung abhängig. Baustein des Pektins ist die D-Galakturonsäure. Diese ist im Pektin α -1,4-glykosidisch zu einer Polygalakturonsäurekette verknüpft. Pektine sind lineare Makromoleküle mit einem relativen Molekulargewicht zwischen 15000 und 70000 (*Schneider und Hoffmann-Walbeck 1951, Naveau 1952, Silin 1958, Drago und Delavier 1967, Tscheuschner 1993 und van der Poel et al., 2000*). Pektin kommt in fünf unterschiedlichen Modifikationen vor. (Pektinsäure, Pektat, Pektin, Pektinat und Protopektin). Die Carboxylgruppen des Pektins sind mit ca. 55 % (50 - 75 %; *van der Poel et al., 2000*) Methanol (*Buchholz und Schliephake 1988*) und mit ca. 4 % Ethanol (*Drago und Delavier 1967*) verestert. Manche Pektine besitzen zusätzlich die sekundären Hydroxylgruppen (OH-Gruppen 2 oder 3 der Polygalakturonsäure), die partiell mit Essigsäure (Acetylgehalt zwischen 5 - 6 %) verestert wird (*van der Poel et al. 2000*). Darüber hinaus kommen L-Arabinose, D-Galaktose, L-Rhamnose und Ferulasäure zusammen mit dem Pektin vor (*van der Poel et al., 2000*). Abbildung 3-1 zeigt den Aufbau einer Rübenpektinkette.

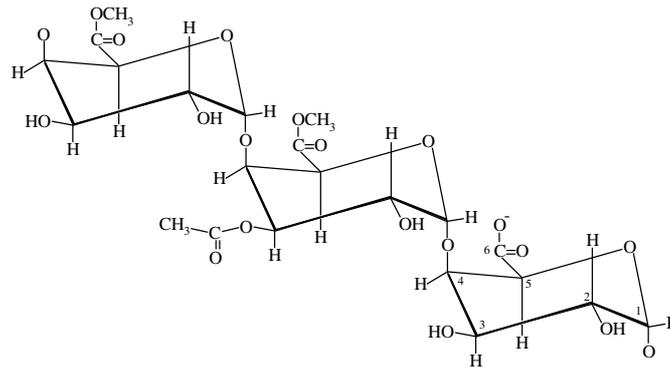


Abb. 3-1: Aufbau einer Rübenpektinkette

Die Rübenpektinkette besitzt im Vergleich zu Apfelpektin/Citruspektin einen niedrigeren Veresterungsgrad mit größerer „hairy region“ (bzw. kleinerer „smooth region“). Die große „hairy region“ der Rübenpektinkette ist für die Verhinderung der Haftzone mit geringerem Gelbildungsvermögen im Vergleich zu Apfelpektin/Citruspektin verantwortlich. Man unterscheidet zwischen Pektinen mit hohem (mehr als 50 %), mittlerem (um 50 %) und niedrigem (weniger als 50 %) Veresterungsgrad. Im alkalischen Milieu der Extraktreinigung wird Pektin zu einem im Wasser schwerlöslichen Calciumpektat umgesetzt. Der Pektingehalt des Extraktes hat einen negativen Einfluss auf die Kristallisation der CaCO_3 -Kristalle während der 1. Carbonatation (Kohn und Mojzis 1964) und die Filtrierbarkeit der entstehenden Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation.

3.1.3. Stickstoffverbindungen

Die Stickstoffverbindungen der Zuckerrüben kommen vor allem als Eiweißstoffe, Aminosäure, Amide, Purin, Pyrimidin, Ammonium, organisch gebundene Nitrate und Nitrite im Extrakt vor. Nach Wöhlert 1984 und van der Poel et al., 2000 liegen sie in der Größenordnung von 1,0 - 1,2 %. Sie weisen unterschiedliches Verhalten während der Extraktreinigung auf. Die Eiweißverbindungen die mit Hilfe der chemischen Reaktionen in der Vorkalkung ausgeflockt werden können, werden nach der 1. Carbonatation abfiltriert. Die Amid-Stickstoffe werden in der Hauptkalkung und weiteren Schritten der Extraktreinigung aber auch in der Verdampfstation verseift. Ein Teil der Aminosäuren kann während der Extraktreinigung neutralisiert werden.

3.1.3.1. Eiweißstoffe

Die Eiweißstoffe umfassen mehr als die Hälfte der stickstoffhaltigen Komponenten in den Zuckerrüben (ca. 0,4 - 0,7 %, Silin 1958, Wöhlert 1984 und van der Poel et al., 2000). Betain nimmt mit 0,14 - 0,73 % (Burba et al., 1984, Wöhlert 1984 und van der Poel et al., 2000) den größten Anteil der Eiweißstoffe ein.

Eiweißstoffe sind aus Peptiden aufgebaut, die durch wiederholte amidartige Verknüpfung der Aminogruppe einer Aminosäure mit der Carboxylgruppe einer anderen Aminosäure gebildet werden. Nach Angaben von unterschiedlichen Autoren (*Claassen 1943, Schneider und Reinefeld 1968, Schiweck 1976, McGinnis 1982 und Bohn 2000*) finden sich je nach Extraktionstemperatur und -dauer im Rübenextrakt etwa 12 - 25 % der Gesamtproteine aus den Zuckerrüben wieder. Die vorhandenen Eiweißstoffe des Rübenextraktes können entweder durch starke Säuerung (pH-Wert von 3,5 *Buchholz et al., 2000*) oder über Alkalisierung (pH-Wert von ca. 10,0 - 11,6) mittels Dehydratation und Flockung zusammen mit den Pektinen ausgefällt werden.

3.1.3.2. Aminosäuren und Amide

Aminosäuren sind Bestandteile der Proteine und Peptide. Sie können in freier Form im Zellsaft der Zuckerrüben vorliegen. In Zuckerrüben ist γ -Aminobuttersäure mit relativ großem Anteil eine Ausnahme. Die Aminosäuren können (aufgrund des Vorhandenseins einer oder mehrerer basisch oder sauer reagierender Amino- bzw. Carboxylgruppen) in Abhängigkeit vom pH-Wert sowohl als Kation, Anion oder zu ambivalenter Form vorliegen. Im alkalischen Bereich der Extraktreinigung liegen die Aminosäuren als Anion vor und können lösliche Calciumsalze bilden. Der pH-Wert, bei dem nur dipolare Ionen (entladen/neutrale Ladung) vorliegen, wird als isoelektrischer Punkt bezeichnet und hängt von den Dissoziationskonstanten der Aminosäuren und dem Verhältnis von Amino- zu Carboxylgruppen im Molekül ab. Hierbei können drei unterschiedliche Aminosäuren, d. h. neutrale, saure und basische Aminosäuren vorkommen. Die folgende Tabelle 3-1 enthält die isoelektrischen Punkte der genannten Gruppen.

Tab. 3-1: Isoelektrische Punkt der Aminosäuren (*Bohn 2000*)

Aminosäuren	Beispiele	pH-Wert des isoelektrischen Punktes
neutrale	Glycin und Alanin	6
sauer	Glutamin und Asparaginsäure	3
basische	Lysin	8-11

Amide kommen hauptsächlich als Glutamin (2-Aminoglutaraminosäure) und Asparagin (Aminibutandiosäure-monoamid) sowie Oxamsäure (Halbamid der Oxalsäure) in Zuckerrüben bzw. im Extrakt vor. Der Amidstickstoffgehalt beträgt normalerweise etwa 0,01 % entsprechend 0,05 % des Amidanteiles und ist von Düngung und Trockenheit abhängig (*Wöhlert 1984*).

Nach *Schneider et al., 1968, Vukov 1972, McGinnis 1982 und Bohn 2000* wurden in Zuckerrüben bzw. im Extrakt, die sauren Aminosäuren Asparagin- und Glutaminsäure (im Zellsaft überwiegend in Form ihrer Halbamide Asparagin und Glutamin) in größeren Anteilen nachgewiesen.

3.2. Einwirkung von Frost auf Rüben und Extrakt

3.2.1. Gefrieren und Erfrieren von Zuckerrüben

Durch Frost gefrieren die auf den Feldern und in ungeschützten Mieten gelagerten Rüben. Das Gefrieren der Rübe bildet die Voraussetzung für die Schädigung des im späteren Verlauf gewonnenen Rübenextraktes aus alterierten Rüben. Man unterscheidet das Gefrieren und das Erfrieren des Rübenkörpers.

Beim Gefrieren bilden sich in den Zwischenräumen der Rübenzellen von außen nach innen Eiskristalle, da die Konzentration an gelösten Stoffen außerhalb der Zelle niedriger ist als im Zellinneren. Beim Gefrieren wird die Rübenzelle nicht zerstört. Das zur Eisbildung benötigte Wasser wird der Umgebung der Zelle und dem Protoplasma entzogen.

Der Entzug des Wassers im Zellinneren führt zu einer Aufkonzentration der Zelllösung. Der Wasserentzug des Protoplasmas führt zum Absterben der Rübe, da die biologische Funktionsfähigkeit verloren geht. Dieser Prozess wird als Erfrieren der Zuckerrübe bezeichnet. Durch die Akkumulation von Eis in der Mittellamelle zerreißen Zellmembranen.

3.2.2. Einwirkung von Mikroorganismen auf frostgeschädigte Rüben

Die erfrorenen Zuckerrüben weisen nach dem Auftauen ein weiches und für Mikroorganismen leicht durchdringbares Gewebe auf. Diese „Infektion“ geht von der Rübe anhaftender Erde aus. Die Erde enthält eine hohe Anzahl an Keimen (*Schneider 1968*). Im frostgeschädigten Rübengewebe und besonders in dessen schleimhaltigen Substanzen wurden im Gegensatz zu gesunden Rübengeweben hohe Keimzahlen von mesophilen (Wachstumsrate zwischen ca. 20 °C bis 42 °C), psychophilen (Wachstumsrate unterhalb von ca. 20 °C) (*Schlege 1992*) Mikroorganismen nachgewiesen (*Schneider 1957*). Des Weiteren wurden Hefen, Bakterien und Streptokokken (*Leuconostoc mesenteroides*) gefunden. 1878 konnte von *van Tieghem* nachgewiesen werden, dass Kokken des Subspezies *Leuconostoc* für die Schleimbildung verantwortlich sind (*van Tieghem 1878*). Darauf gelang es *Schneider et al.* 73 dextran- und lävanbildene Bakterienstämme aus Produkten der Zuckerherstellung der Kampagne 1968 zu isolieren (*Schneider et al., 1968*). Von den 73 Bakterienstämmen waren 36 Kokkenkulturen, von denen nur elf in der Lage waren, fadenziehende schleimige Substanzen zu bilden. Dextran und Lävan wurden nur von vier dieser elf Kokkenstämme in Saccharoselösung gebildet. Die restlichen sieben produzierten ausschließlich Dextran. Alle elf Stämme gehörten der Gattung *Leuconostoc mesenteroides* an. *Schneider* fand in der darauf folgenden Kampagne weitere Bakterien, die Enzyme zum Abbau von Pektin bildeten (Pektingalacturonase und Pektinmethylesterase) (*Schneider 1969*).

Eine erhöhte Konzentration an Hydrokolloiden wurde im Extrakt der frostgeschädigten Rüben festgestellt (*Schneider 1957, Oldfield, et al., 1970, Novoseletskiet al., 1978, Reinefeld 1982 und Kraus 2003*).

In der Kampagne 2003 wurde im Extrakt des Werkes Warburg das Polysaccharid Lävän identifiziert. Ursächlich verantwortlich für den Befall des Rübenmaterials mit polyfructanbildenden Mikroorganismen waren die feuchte Witterung der Sommermonate in Verbindung mit der Vorschädigung des Rübenmaterials (*Kraus 2003*). Tabelle 3-2 zeigt exemplarisch die Untersuchungsergebnisse aus einer Frostkampagne (*Schneider 1969*).

Tab. 3-2: Mikroorganismen und Hydrokolloidgehalte in Frostrüben (*Schneider 1969*)

Zuckerfabrik	I	II	III
Mikroorganismen	58 % <i>Corynebacterium beticola</i> 16 % <i>Pseudomonas fluorescens</i> 16 % Dextranbildner 5 % Lävänbildner 5 % nicht identifizierte Stämme	50 % <i>Leuconostoc mesenteroides</i> 40 % <i>Corynebacterium beticola</i> 10 % Lävänbildner	90 % <i>Leuconostoc mesenteroides</i> 10 % Lävänbildner
pH-Wert	5,3 - 5,9	4,6 - 4,9	3,7 - 3,9
Keimzahl/g Rübenewebe	8,0·10 ⁴	3,2·10 ⁷	7,2·10 ⁷
Dextran (g/l Extrakt)	0,141	0,143	1,128
Lävän (g/l Extrakt)	0,254	0,850	0,428
Hydrokolloide (g/l)	1,97	2,30	3,17

Nicht frostgeschädigte Rüben enthalten im Extrakt ca. 1,60 g/l Hydrokolloide, 0,005 g/l Dextran und 0,02 g/l Lävän.

3.2.2.1. Dextran

Dextran (Polysaccharid von n-Glukose) ist ein Stoffwechselprodukt der Milchsäurebakterien. (*Lactobacteriaceae*) *Leuconostoc mesenteroides* (*Wirner 1958, Barfoed und Mollgaard 1987 und Stoppok und Buchholz 1994*). Einen starken Einfluss auf den Schädigungsgrad der Rüben hat die Temperatur beim Auftauen der gefrorenen Rüben (*Schneider et al., 1967, Schneider 1969, Schneider et al., 1969-a, Schneider et al., 1969-b und Steinmetz et al., 1998*). Mikroorganismen dringen in das vom Frost zerstörte Rübenewebe ein. Sie bilden schleimige Substanzen, vor allem Dextran und Lävän. Diese Substanzen sind verantwortlich für die Verarbeitungsschwierigkeiten, insbesondere auf die Filtration- und Sedimentationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation und auf das Filtrationsvermögen der Calciumcarbonatsuspension der 2. Carbonatation (*Verhaart und Visser 1962 und Shore et al., 1983*) in den Frostkampagnen wie z. B. 1956/57 (*Schneider 1957*), 1970/71 (*Schneider 1971*), 1993/94 (*Buczys 1994, Stoppok und Buchholz 1994 und*

Buchholz und Bruhns 1994) und 1998/99 (*Bruijn 2000*). Tabelle 3-3 zeigt den Dextran- und Lävangehalt des Extraktes und des gereinigten Extraktes aus gesunden und frostgeschädigten Zuckerrüben (*Schneider et al., 1971-a*).

Tab. 3-3: Läv- und Dextrangehalte im Extrakt und gereinigten Extrakt von gesunden und frostgeschädigten Zuckerrüben (*Schneider et al., 1971-a*)

Komponenten	Einheiten	gesunde Zuckerrüben		frostgeschädigte Zuckerrüben	
		Extrakt	gereinigter Extrakt	Extrakt	gereinigter Extrakt
Dextrangehalt	mg/kg	3 - 46	1 - 4	33 - 1060	25 - 303
Lävangehalt	mg/kg	19 - 94	1 - 4	240 - 800	140 - 357

Die Spezies benötigt zur Energiegewinnung Kohlenhydrate und ist daher häufig in Pflanzen zu finden. Wie auch andere Bakterien bildet *Leuconostoc mesenteroides* schleimartige Substanzen, die sich auf der äußeren Zellwand in Form von Dextran-Kapseln ablagern (*Alberts et al., 1990* und *Sutherland 1972*).

Dextran ist ein β -1,6-Glucan mit mehreren Glucoseseitenketten, die überwiegend über 1,3- aber auch durch 1,4- oder 1,2-glykosidische Bindungen mit der Hauptkette verbunden sind. Dextran verfügt über eine sehr gute Löslichkeit in Wasser.

Die Bildung von Dextran wird mit Hilfe eines Enzyms, das von *Leuconostoc mesenteroides* erzeugt wird, katalysiert. Das Enzym Dextranase wandelt die Sucrose in Glucan, Fructose, Leucrose und Glucose um (*Robyt 1995*). Die Hauptprodukte sind Glucan (mit 10^7 bis 10^8 Da) und Fructose. Die Reaktion von Dextranase mit Sucrose ist irreversibel. Abbildung 3-2 zeigt den Aufbau einer Dextrankette (*van der Poel et al., 2000*).

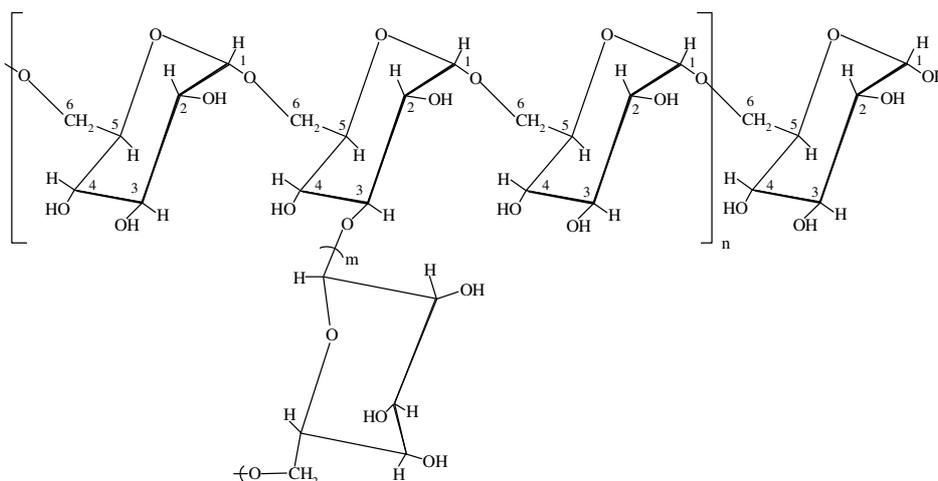


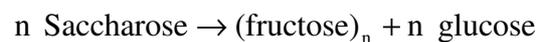
Abb. 3-2: Dextranmoleküle von *Leuconostoc mesenteroides* (*van der Poel et al. 2000*)

Das Dextranmolekül hat eine fadenförmige Struktur (*Kreipe 1955*). Die relative Molekülmasse des Dextranes kann je nach Länge der Hauptkette und der Zahl der

Verzweigungen im Bereich von wenigen Tausend bis zu mehreren Millionen (bis zu 110 Millionen *Schneider et al., 1968, Schneider et al., 1971-a, van der Poel et al., 2000* und *Steels et al., 2001*) liegen (*Stoppok und Buchholz 1994*). Manche Dextrane aus den Zuckerrüben weisen eine spezifische Drehung $[\alpha]_D^{\leq 20}$ von 200° auf (*Schneider 1957*). *Shore et al., 1983* berichtet über die Isolierung von Dextranen mit der spezifischen Drehung von 140° , 165° und 198° .

3.2.2.2. Lävän

Lävän wird ähnlich wie Dextran gebildet. Verschiedene Mikroorganismen wie z. B. *Bacillus cereus* oder *Aerobacter aerogenes* produzieren das extracelluläre Enzym *Lävansucrase*. Dieses Enzym katalysiert die Reaktion von Sucrose zu Lävän. Die folgende Reaktionsgleichung beschreibt in einfacher Weise die Darstellung von Lävän mit Hilfe der Lävansucrase.



Lävän ist eine Polyfructose, die β -2,6-glykosidische Bindungen besitzt. Lävän besitzt eine hohe Verzweigung, wobei überwiegend die Nebenketten mit der Hauptkette über 2,1-glykosidische Bindungen verknüpft sind. Die Struktur von Lävän ist in Abbildung 3-3 dargestellt.

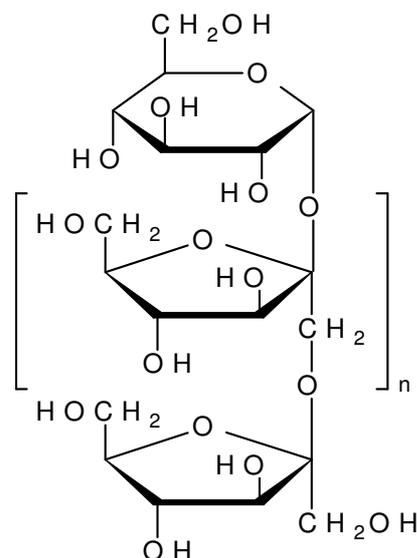


Abb. 3-3: Ausschnitt eines Lävänmoleküls (*Paffrath 2004*)

3.3. Rheologisches Verhalten des Extraktes

Die im Extrakt von Zuckerrübenschnitzeln vorhandenen organischen Nichtsaccharosestoffe sind zum großen Teil hochmolekulare Verbindungen wie Eiweißstoffe, Nucleoproteine, Pektine, Hemizellulosen, Cellulosen, Aminosäuren und Lignin. Bei der Verarbeitung des alterierten bzw. frostgeschädigten Rübenmaterials kommen auch Polysaccharide wie Dextran und Lävan vor (*Wirne, 1958, Schneider et al., 1967, Schneider 1969, Schneider et al., 1969 a, Schneider et al., 1969 b, Barfoed und Moddgaard 1987, Stoppok und Buchholz 1994 und van der Poel et al., 2000*). Diese werden durch mikrobiologische Tätigkeiten insbesondere nach Gefrieren und Wiederauftauen der Rüben verursacht. Die hochmolekularen Bestandteile beeinflussen stark das rheologische Verhalten des Extraktes (*Ajdari Rad 2002, Ajdari Rad und Senge 2002 und Ajdari Rad und Senge 2003*) und sind verantwortlich für die Verarbeitungs- und Filtrationsprobleme nach der 1. und 2. Carbonatation (*Schneider 1957, Verhaart und Visser 1962, Schneider 1971, Shore et al., 1983, Buczys 1994, Stoppk und Buchholz 1994, Buchholz und Bruhns 1994, Bruijn 2000, Ajdari Rad 2002, Kraus 2003 und Shahidizenouz et al., 2006*).

Untersuchungen (*Ajdari Rad 2002*) zum Einfluss der hochmolekularen Bestandteile auf die Filtrierbarkeit der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation mit einer standardisierten Extraktreinigung kamen zu den folgenden Ergebnissen:

1. Die Zunahme der Dextrankonzentration im Extrakt führte zu einer Verschlechterung der Filtrierbarkeit der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation.
2. Diese wird durch die Abnahme der Partikelgröße (bzw. des mittleren Partikeldurchmessers) der Aggregatteilchen in der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation verursacht.
3. Außerdem erhöhte sich der Filtrationskoeffizient (FK-Wert) der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation infolge der sphärischen Barrieren durch die Dextranmoleküle (*Ajdari Rad 2002*).

Moderne rheologische Untersuchungsmethoden zur kontinuierlichen Erfassung der Extraktviskosität (*Shahidizenouz et al., 2006*) ermöglichen eine bessere Kontrolle über den Prozess der Extraktgewinnung sowie der Extraktreinigung. Die Extraktviskosität ist eine mögliche Führungsgröße zur Regelung der Kalkmilch-Menge für die Hauptkalkung (bzw. die Einstellung der Hauptkalkungsalkalität). Diese Regelung ist wichtig, um den nachteiligen Effekt einer schlechtfiltrierbaren Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation rechtzeitig erkennen zu können und dieser Entwicklung durch Änderung der Hauptkalkungsalkalität entgegen zu wirken.

3.4. Extraktreinigung

Die Aufgabe der Extraktreinigung ist vor allem die Entfernung der Nichtsaccharosestoffe und die Herstellung einer thermostabilen Lösung. Dadurch kann eine problemfreie Prozessführung der Zuckergewinnung mit reduziertem Verbrauch an Energie und Hilfsstoff gewährleistet werden. *Schneider 1968, Vaccari et al., 1991, Schieweck et al., 1994, Urbaniec et al., 1995* und *Buczys 1998, Madsen 2000* und *Ajdari Rad 2002* haben folgende Punkte als Hauptaufgaben der Extraktreinigung genannt:

1. Neutralisation der Säuren und Freisetzung der natürlichen Alkalität
2. Fällung der mit Calcium unlösliche Salze bildenden Säuren wie Phosphat, Citrat, Malat und Oxalat
3. Koagulation der Hydrokolloide (vor allem Eiweißstoffe, Pektine und andere hochmolekulare Verbindungen wie z. B. Araban, Galaktan und Farbverbindungen)
4. Alkalische Zerstörung des Invertzuckers
5. Alkalische Verseifung der Amide
6. Verhinderung der Farbstoffbildung und Adsorption bereits entstandener Farbstoffe
7. Verhinderung der Mikroorganismenaktivität
8. Erzeugung einer Calciumcarbonatsuspension mit guter Adsorption der Farbstoffe und guten Filtrationseigenschaften
9. Verhinderung des Saccharoseabbaus
10. Erzeugung eines thermostabilen gereinigten Extraktes mit hoher Reinheit, niedriger Farbe und niedrigem Kalksalzgehalt

Die klassische Extraktreinigung mit einer Vorkalkung mit dem Zusatz einer definierten Menge an Calciumhydroxid (von 0,2 - 0,3 g CaO/100 ml Extrakt *Reinefeld 1998* und *Madsen 2000*), einer Hauptkalkung mit dem Zusatz eines Überschusses an Calciumhydroxid sowie zwei Carbonationen mit den Zwischenabreinigungen, wird überwiegend auf der Welt praktiziert (*Dedek 1962, Rathje et al., 1966, Strube 1970* und *Madsen 2000*). In den folgenden Abschnitten werden die Kalkungsschritte der klassischen Extraktreinigung diskutiert.

3.5. Vorkalkung

Das klassische Extraktreinigungsverfahren umfasst die Vorkalkung, die kalte und heiße Hauptkalkung, die 1. und 2. Carbonation sowie die 1. und 2. Feststoffabtrennung (Filtration oder Dekantation). Abbildung 3-4 zeigt das Prinzip des klassischen Extraktreinigungsverfahrens.

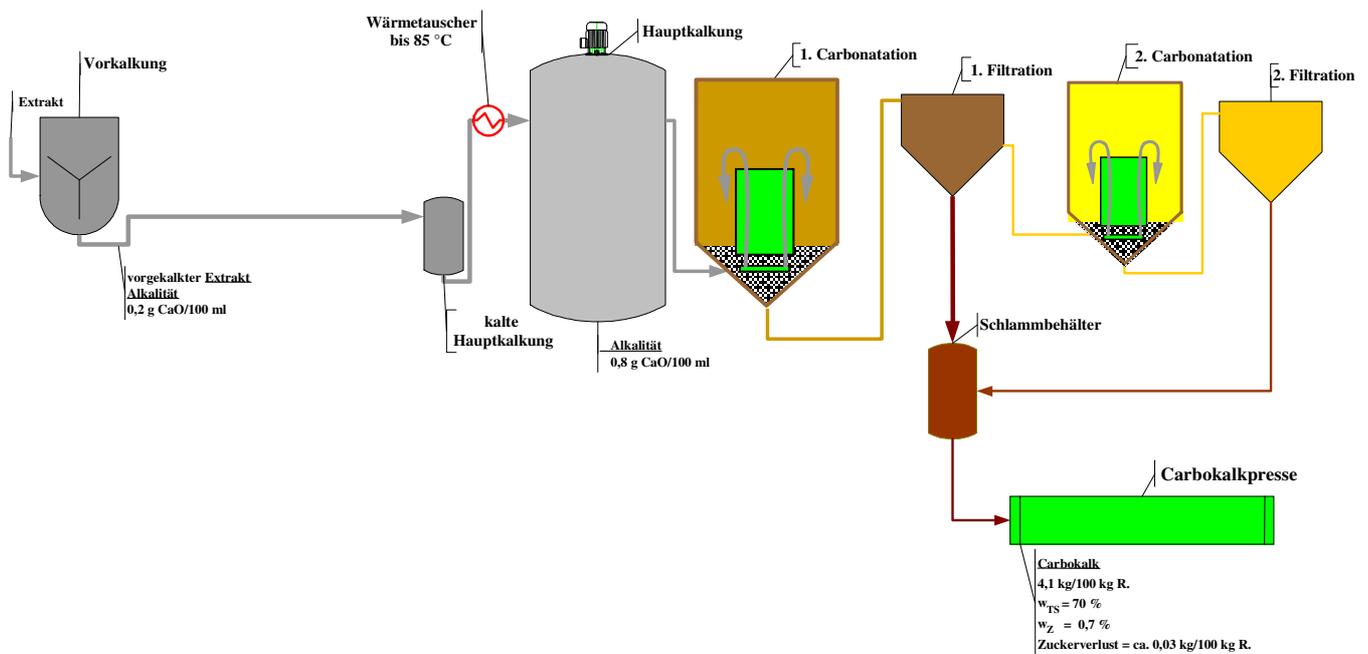


Abb. 3-4: Prinzip des klassischen Extraktreinigungsverfahrens

In der klassischen Extraktreinigung wird die erforderliche Kalkmenge in der Vorkalkung und in der Hauptkalkung zugeführt. Es zeigte sich bei der klassischen Kalkung des Extraktes, dass die Zugabe einer kleinen Kalkmenge (Alkalität von 0,15 - 0,25 g CaO/100 ml) für die Einhaltung erforderlicher Aufgaben in der Vorkalkung ausreichend ist. Diese Kalkmenge reicht aus, damit sich ein alkalischer eiweißhaltiger Niederschlag bilden kann. Außerdem wird die Neutralisation der Säuren und Freisetzung der natürlichen Alkalität nahezu vollständig durchgeführt. Dieser Vorgang wurde als Vorkalkung bezeichnet, weil er der eigentlichen Hauptkalkung vorgeschaltet ist (Weidenhagen und Baumgarten 1968). Die optimale Arbeitsweise der Vorkalkung ist vor allem von Kalkmenge, pH-Führung, Rohextraktzusammensetzung, Temperatur und Verweilzeit abhängig. Das kolloidchemische Verhalten des Extraktes in der Vorkalkung sowie die auftretenden Reaktionen wurden schon durch eine Vielzahl von Autoren beschrieben (Spengler et al., 1933, Vasatko 1934/35, Thiele 1950, Stark et al., 1951, Wittstock 1953, Schneider 1954, Carruthers und Ordfield 1956, Schneider 1956, Verhaart und Visser 1962, Wallenstein und Bohn 1963, Schneider 1964, Kohn 1965, Weidenhagen und Baumgarten 1968, Butler 1969, Hidi 1969, Prey et al., 1971, McGinnis 1982, Schneider et al., 1971-b, Baczek und Jesic 1974, Reinefeld et al., 1975, Büsching 1977, Madsen und Nielsen 1978, Hoffmann 1979, Reinefeld et al., 1980, Wöhlert 1984, Teschner 1984, Müller 1985, Reinefeld 1986, Otzerov et al., 1987, van der Poel und de Visser 1988, Reinefeld und Miede 1988, Madsen 1988, Buchholz und Schliephake 1988, Reinefeld 1988, Pilnik 1988, Tschersich 1988, Faviell et al., 1991, Belitz und Grosch 1992, Tscheuschner 1993, Dörfler 1994, Schieweck et al., 1994, Tscheuschner 1996, Kraus et al., 1997, Kraus 1998, Toth et al., 1998, Ajdari Rad 1998, Kraus et al., 1999, Madsen 2000,

Ajdari Rad 2002, Ajdari Rad und Senge 2002 und Ajdari Rad und Senge 2003). In den nächsten Abschnitten werden die erforderlichen Bedingungen in der Vorkalkung beschrieben.

3.5.1. pH-Führung in der Vorkalkung

Nach den rheologischen Untersuchungen (*Ajdari Rad 2002 und Ajdari Rad und Senge 2002*) wurde die optimale pH-Wert-Führung in der Vorkalkung in vier unterschiedliche pH-Wert-Bereiche gegliedert:

1. pH-Wert von ca. 8,0 - 8,5 : Bereich der Ladungsänderung der Kolloidstoffe
2. pH-Wert von ca. 8,5 - 10,0: Bereich der Vorreaktionen zur Flockungsbildung, wie Dehydratation von Eiweißstoffen
3. pH-Wert von ca. 10,0 - 11,0: Bereich der weiteren Vorreaktionen und der Flockungsbildung
4. pH-Wert von ca. 11,0 - 11,4: Bereich des optimalen Flockungspunktes und der Reifereaktionen des Niederschlages vor dem Eintritt in das hochalkalische Gebiet der Hauptkalkung

Abbildung 3-5 zeigt die optimale pH-Führung in der Vorkalkung nach dem rheologisch optimierten Konzept von *Ajdari Rad 2002 und Ajdari Rad und Senge 2002*.

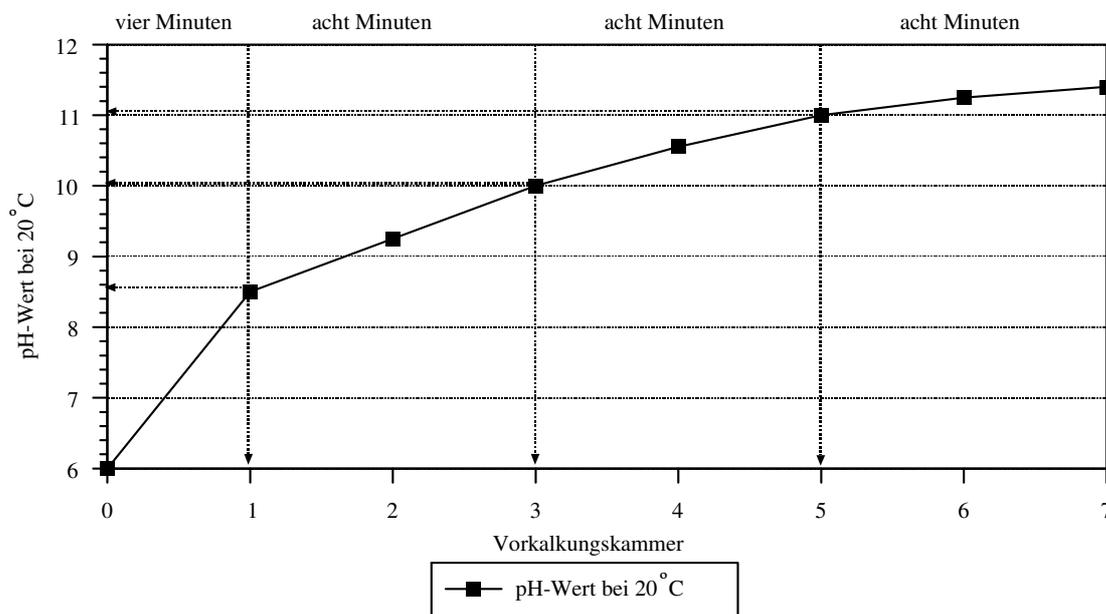


Abb. 3-5: Optimale pH-Führung in der Vorkalkung
(*Ajdari Rad 2002 und Ajdari Rad und Senge 2002*)

Die vorgeschlagene pH-Wert-Führung wurde in den Kampagnen 2001 bis 2007 in verschiedenen Werken mit Vorkalkungsanlage (nach *Brieghel-Müller*) eingesetzt. Dabei konnte eine optimierte Vorkalkungsarbeit mit einer besseren Filtrierbarkeit der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonation erreicht werden.

3.5.2. Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Vorkalkung

Die Geschwindigkeit der Fällungsreaktionen in der Vorkalkung bei definiertem pH-Wert ist von der Temperatur abhängig. Mit gleichbleibendem Ausgangsmaterial und Alkalität führt eine Zunahme der Temperatur zu einer höheren Reaktionsgeschwindigkeit und infolge dessen zu einer Abnahme der notwendigen mittleren Verweilzeit (*Kraus et al., 1997, Ajdari Rad 1998, Kraus et al., 1999, Madsen 2000, Ajdari Rad, 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2002*). Tabelle 3-4 zeigt den Zusammenhang zwischen Reaktionstemperatur und Reaktionszeit bei der Vorkalkung nach Angaben unterschiedlicher Autoren.

Tab. 3-4: Ermittlung der Temperatur-Verweilzeit-Korrelationen nach Angaben unterschiedlicher Autoren

Reaktionstemperatur (°C)	Reaktionszeit in min		Δt min
	<i>Kraus et al. (1997)</i> (photometrisch)	<i>Ajdari Rad (2002)</i> (rheologisch)	
35	58,0	45.7	12.3
40	52,5	41.3	10.2
55	36,0	28.1	7.9
70	19,5	14.9	4.6

Wie in der Tabelle 3-4 zu erkennen ist, besteht ein Unterschied zwischen der temperaturabhängigen Reaktionszeit der Vorkalkung bei unterschiedlichen Autoren. Die ermittelten Verhältnisse zwischen Reaktionstemperatur und Reaktionszeit (rheologisch und progressiv nach *Ajdari Rad 2002*) in der Vorkalkung stimmen relativiert mit den Untersuchungen von *Kraus et al., 1997* (photometrisch), bei denen die Beziehungen zwischen Temperatur, Reaktionszeit und maximaler Pektinfällung bei einer 7minütigen Kalkzugabe in einem Extrakt ermittelt wurde, überein. Die Gleichungen 1 und 2 geben die Korrelationen von Temperatur und Verweilzeit während der progressiven Kalkzugabe in die Vorkalkung nach der entwickelten rheologischen Methode wieder (*Ajdari Rad, 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2002*).

$$t_{VK} = 76,5 - 0,88 \cdot \vartheta_{VK} \text{ in min} \quad (1)$$

$$\vartheta_{VK} = 86,8319 - 1,1333 \cdot t_{VK} \text{ in } ^\circ\text{C} \quad (2)$$

3.5.3. pH-Wert des optimalen Flockungspunktes

Nach *Baczek und Jesic (1974)* wurde der optimale Flockungspunkt der Vorkalkung als die pH-Wert-Stufe, bei der die Höchstmenge an Kolloiden ausgeflockt und die Fällung

unlöslicher Kalksalze nahezu vollständig ist, definiert. Er soll nach *Baczek und Jesic (1974)* für eine optimale Arbeitsweise der Vorkalkung möglichst genau eingehalten werden, da eine spätere Ausflockung der Kolloidstoffe bei den Extraktreinigungsprozessschritten unmöglich ist. Bei Überschreitung dieses Punktes soll je nach Vorkalkungstemperatur und -dauer und pH-Wert mit einer Peptisation gerechnet werden (*Vasatko 1934/35, Otzerov et al., 1987, Kraus et al., 1997, Madsen 2000, Ajdari Rad, 2002 und Ajdari Rad und Senge 2002*).

In der Literatur findet man drei unterschiedliche Bestimmungsmethoden zum optimalen Flockungspunkt in der Vorkalkung (*Baczek und Jesic 1974, Büsching 1977, Hoffmann 1979, Kraus et al., 1997, Ajdari Rad, 2002 und Ajdari Rad und Senge 2002*): chemische, photometrische sowie rheologische Analytik.

3.6. Hauptkalkung

Die wesentlichen Aufgaben der Hauptkalkung sind die chemischen Abbaureaktionen der Nichtsaccharosestoffe zum Erhalt eines thermostabilen gereinigten Extraktes und die Lieferung eines erforderlichen Filterhilfsmittels für die Abtrennung von ausgefällten Hydrokolloiden und die Adsorption der Nichtsaccharosestoffe, vor allem der Farbstoffe. Dies wird durch Zugabe eines Überschusses am Calciumhydroxid (Kalkmilch mit einem Gesamt-CaO-Gehalt von ca. 18 - 22 %), das für die Gewinnung einer gut filtrierbaren Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation mit guten Adsorptionsvermögen notwendig ist, erreicht.

3.6.1. Chemische Reaktionen bei der Hauptkalkung

Die auftretenden chemischen Reaktionen in der Hauptkalkung sind alkalische Zersetzung des Invertzuckers und die Verseifung der Säureamide (wie das Asparagin und das Glutamin). Hierbei wird dem vorgekalkten Extrakt überschüssiges Calciumhydroxid zugegeben, das im späteren Verlauf der Extraktreinigung nach der Kohlensäurefällung als Adsorbens für einige Nichtsaccharosestoffe und Filterhilfsmittel wirkt (*Dedek 1962, Rathje et. al., 1966, Strube 1970 und Madsen 2000*).

3.6.1.1. Invertzuckerabbau

Während der Rübenverarbeitung müssen reduzierende Zucker vor der Verdampfung und Kristallisation zu stabilen Endprodukten, wie z. B. Milchsäure umgewandelt werden, um ihre Neigung zur Bildung farbiger Produkte (Melanoidine) mit Aminen zu verhindern. Aus diesem Grund besitzt die Hauptkalkung eine Schlüsselfunktion zum Abbau der reduzierenden Zucker. Die Abbaureaktionen reduzierender Zucker werden unter alkalischer Bedingung der Hauptkalkung katalysiert (*de Wit et al., 1979 und Buchholz et al., 2000*). Die Bildung eines

Endiol-Anions bzw. eines Endiols ist ein wichtiger Schritt der komplexen Abbaureaktionen. Beim Abbau des Invertzuckers werden durch Spaltung der C_n -Komponenten (in nicht stöchiometrisch verlaufenden chemischen Reaktionen) saure Produkte, vor allem Milchsäure, Essigsäure, Ameisensäure und Glykolsäure gebildet. Der Chemismus ist vereinfacht in Abbildung 3-6 dargestellt.

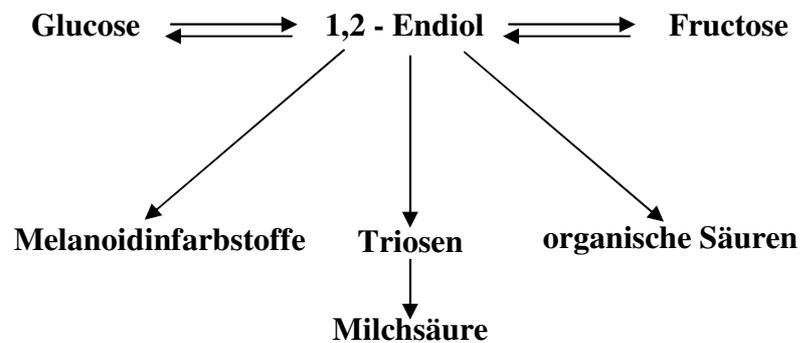


Abb. 3-6: Vereinfachter Chemismus des Invertzuckerabbaus

Aus einem Mol Monosaccharid werden nach (Buchholz *et al.*, 2000) ca. 1,9 mol Gesamtsäure gebildet. Diese Säuren werden mit dem Kalk zu löslichen Kalksalzen umgewandelt. Das Kohlendioxid, das im Laufe des Zersetzungsprozesses entsteht, reagiert in Gegenwart des überschüssigen Kalkes zum Calciumcarbonat, das eine starke Adsorptionseigenschaft besitzt. Steigende Temperaturen und pH-Werte (Alkalität der Hauptkalkung) begünstigen den Abbau des Invertzuckers im Vergleich zur Saccharosehydrolyse. Der Invertzuckerabbau während der Hauptkalkung kann annähernd nach der Kinetik einer Reaktion erster Ordnung berechnet werden. Abbildung 3-7 zeigt den Invertzuckerabbau während der Hauptkalkung unter den Reaktionsbedingungen von $\vartheta = 85\text{ }^{\circ}\text{C}$; pH-Wert = 12,3; Alkalität = 1,0 g CaO/ 100 ml (Kubadinow und Hampel 1975).

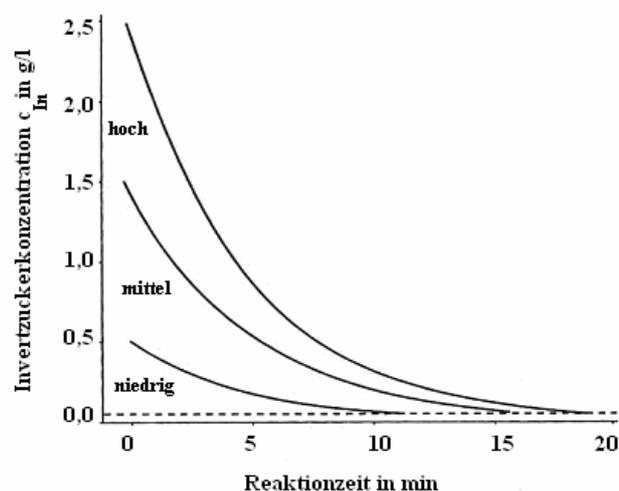


Abb. 3-7: Invertzuckerabbau während der Hauptkalkung (Kubadinow und Hampel 1975)

Aus der Abbildung 3-7 kann Gleichung 3 zum Invertzuckerabbau während der Hauptkalkung abgeleitet werden (Kubadinow und Hampel 1975).

$$c_{\text{In},t} = c_{\text{In},t0} \cdot e^{-0,208 \cdot \Delta t} \text{ in g/l} \quad (3)$$

3.6.1.2. Amidverseifung

Die zweite wichtige Abbaureaktion bei der Hauptkalkung ist die Reaktion für die Hydrolisierung (Bildung der Ammoniumsalze der Glutamin- bzw. Asparaginsäure) und Verseifung der Säureamide bis zur Bildung der beiden Aminosäuren. Diese laufen im Gegensatz zur Alkaliwirkung auf Invertzucker als stöchiometrische Reaktionen. Die Halbamide Glutamin und Asparagin werden erst unter Bildung der Ammoniumsalze der Glutamin- bzw. Asparaginsäure verseift. Die verseiften Amide bilden dann unter Ammoniakabspaltung die Calciumsalze der beiden Aminosäuren.

Der Abbau der Amide erfolgt über die Amidverseifung, wobei die Amidgruppe als Ammoniumion abgespalten wird. Das Ammoniumion entweicht zum größten Teil bei den späteren Verdampfungsschritten als gasförmiges Ammoniak aus dem gereinigten Extrakt. Der Mechanismus der alkalischen Amidverseifung ist in Abbildung 3-8 dargestellt (Vollhardt 1990).

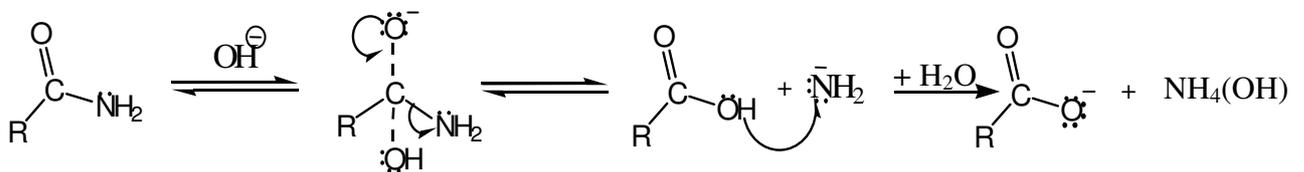


Abb. 3-8: Mechanismus der alkalischen Amidverseifung

3.6.1.3. Glutaminabbau

Da ein unzureichender Glutaminabbau zu einer pH-Absenkung während der Eindickung des gereinigten Extraktes mit Saccharosehydrolyse mit der unerwünschten Farbzunahme führen könnte, haben mehrere Autoren sich mit dem Glutaminabbau in technischen Zuckerlösungen beschäftigt (Bohn und Schick 1985, Bohn et. al., 1990, Müller 1984, Böttger und Steinmetzer 1960, Schneider et. al., 1959, Schiweck 1976, und van der Poel et. al., 1990). Darüber hinaus wurde der Glutaminabbau in der Extraktreinigung (Kubadinow und Hampel 1975, Bohn und Schick 1985, Schiweck 1976, Sargent et. al., 1991, Prey et. al., 1974, Carruthers et. al., 1960, Reinefeld et. al., 1980, Nedelkovits und Fabian 1977 und Buczys 1993) mehrfach untersucht.

Diese Arbeiten beschäftigen sich jedoch mit der Darstellung des Glutaminabbaus in den Hauptkalkungsalkalität-Bereichen von 0,8 - 1,2 g CaO/100 ml. Sie haben die Abhängigkeit

von den Reaktionsbedingungen wie z. B. der Trockensubstanz, die Amidkonzentration, der pH-Wert, und die Temperatur (Bohn und Schick 1985, Bohn et al., 1990, Müller 1984, Schiweck 1967, Ozerov 1974 und Böttger und Steinmetzer 1960) und CaO-Konzentration (Ozerov 1974 und Sargent et al., 1991) untersucht.

Aus den ermittelten Ergebnissen kann festgestellt werden, dass es sich beim Glutaminabbau um eine Reaktion erster Ordnung handelt (Bohn et al., 1990, Buczys 1993, Buczys et al., 1992 und Buchholz et al., 2000). Die Verseifung von Glutamin kann bis zu ca. 92 % PCA (Pyrrolidincarbonsäure) und ca. 8 % Glutaminsäure führen.

Die Untersuchungen zur Abhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten vom pH-Wert, Alkalität, Temperatur und Nichtsaccharosegehalt im Extrakt zeigen, dass insbesondere der pH-Wert (bzw. Alkalität als Einflussfaktor auf den pH-Wert) und Temperatur die Reaktionsgeschwindigkeit bestimmen. Es wurde keine signifikante Auswirkung des Zusatzes von Nichtsaccharosestoffen auf die Reaktionsgeschwindigkeit in technischen Saccharoselösungen nachgewiesen. Abbildung 3-9 zeigt die Abhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten k des Glutaminabbaus vom pH-Wert in technischen Saccharoselösungen bei 90 °C.

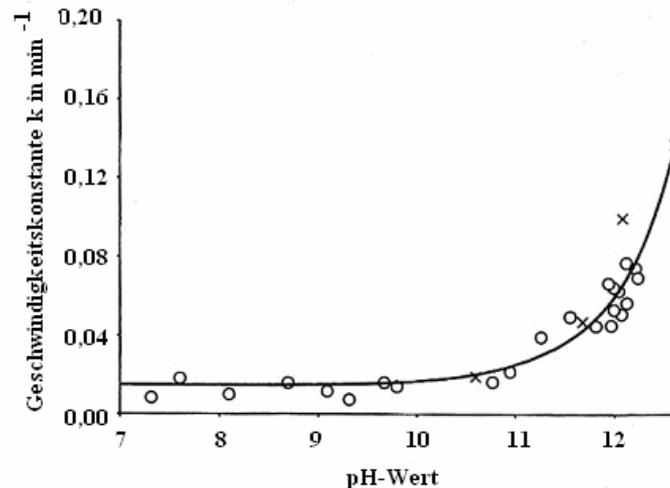


Abb. 3-9: Abhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten k des Glutaminabbaus vom pH-Wert in technischen Saccharoselösungen bei 90 °C (Buchholz et al., 2000)

(o Ohne Zusätze außer CaO, x mit NaOH statt CaO)

Abbildung 3-9 zeigt, dass der Glutaminabbau ab einem pH-Wert von ca. 11,0 beginnt. Ein höherer pH-Wert, z. B. durch Einsatz von NaOH kann zur Erhöhung der Geschwindigkeitskonstanten k führen. Abbildung 3-10 zeigt die Abhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten k (beim Glutaminabbau) von der Temperatur bei verschiedenen pH-Werten (Buczys 1993, Buczys et al., 1993 und Buchholz et al., 2000).

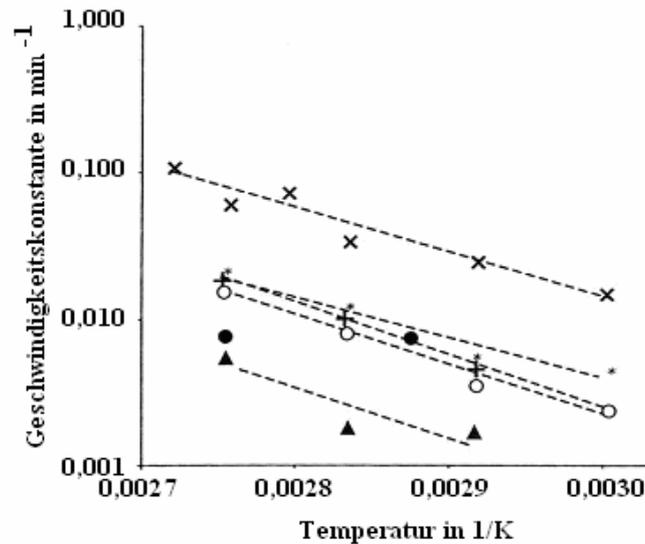


Abb. 3-10: Abhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten k (beim Glutaminabbau) von der Temperatur bei verschiedenen pH-Werten (Buczys *et al.*, 1993 und Buchholz *et al.*, 2000)

(▲ vorgekalkter Extrakt pH = 7; ○ eingedickte Lösung (Dicksaft) pH = 8,9; ● vorgekalkter Extrakt pH = 9,2; * vorgekalkter Extrakt pH = 10,5; + vorgekalkter Extrakt pH = 11,0; X vorgekalkter Extrakt pH = 12,1)

Abbildung 3-10 zeigt, dass die Temperaturabhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten nicht vom pH-Wert beeinflusst wird. Die Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit von der Temperatur konnte nach (Buczys 1993) mit der ARRHENIUS-Beziehung beschrieben werden. Es wurden eine mittlere Aktivierungsenergie von 58,6 kJ/mol (Versuche mit technischen Säften) und von 59,7 kJ/mol (Versuche mit Modelllösung) ermittelt (Buczys *et al.*, 1992 Buczys 1993 und Buchholz *et al.*, 2000). Die maximale Reaktionstemperatur ist wegen Saccharosehydrolyse sowie Zerstörungsmöglichkeit der Kolloidstoffe bei höheren Temperaturen (> 90 °C) begrenzt. Gleichungen 4 und 5 (Buczys *et al.*, 1992 und Buchholz *et al.*, 2000) beschreiben die Abhängigkeit der Geschwindigkeitskonstante bei der Glutaminhydrolyse vom pH-Wert (pH-Bereich von 7 bis 13) und von der Temperatur (90 °C).

$$k = 0,0138 + \exp \cdot \frac{(\text{pH} - 14)}{0,65} \text{ in min}^{-1} \quad (4)$$

$$k(T) = 7045 \exp \left[- \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{363} \right) + \ln k_{363\text{K}} \right] \text{ in min}^{-1} \quad (5)$$

Buczys (1993), Buczys *et al.* (1993) und Buchholz *et al.* (2000) bestätigen den Einfluss des Trockensubstanzgehaltes auf die Geschwindigkeitskonstante des Glutaminabbaus. Die Zunahme des Trockensubstanzgehaltes im Bereich von 15 - 60 % hatte einen Anstieg der Geschwindigkeitskonstante von 0,01 min⁻¹ auf 0,02 min⁻¹ zur Folge. Damit kann man den positiven Einfluss der Trockensubstanzgehaltszunahme auf die Geschwindigkeitskonstante in der Verdampfanlage erklären (Valenta *et al.*, 1990, Buchholz und Bruhns 1992 und Buchholz *et al.*, 2000). Tabelle 3-5 zeigt die Veränderung des Glutamingehaltes vom Extrakt zur eingedickten Lösung in % zum Ausgangsgehalt nach unterschiedlichen Autoren.

Tab. 3-5: Veränderung des Glutamingehalts vom Extrakt zur eingedickten Lösung in % zum Ausgangsgehalt (Buchholz et al., 2000).

Autor	1	2	2	2	3	3	3	3	4	5	6	7	8
Extrakt	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
vorgekalkter Extrakt					93	79	55	23,5				77	80
hauptgekalkter Extrakt		67										50	35
Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation					50,5	42	29	12			56		30
Filtrat der 1. Carbonatation	39	29	47	59									
gereinigter Extrakt	33	27	40	52	23,5	26	20	8	52/65	49	40	37	27
eingedickte Lösung	14	12	16	13	3	2	2	3	31	17	5	19	18

1. Böttger und Steinmetzer 1960, 2. Schiweck 1967, 3. Kubadinow und Hampel 1975, 4. Winstrom-Olsen et. al., 1979, 5. Reinefeld et. al., 1982a und 1982b, 6. Houghton 1987, 7. Buchholz und Schliephake 1988 und 8. Bohn et. al., 1990

Abbildung 3-11 zeigt die Veränderung des Glutaminsgehalts vom Extrakt zur eingedickten Lösung in % als Mittelwertbildung der o. g. Autoren.

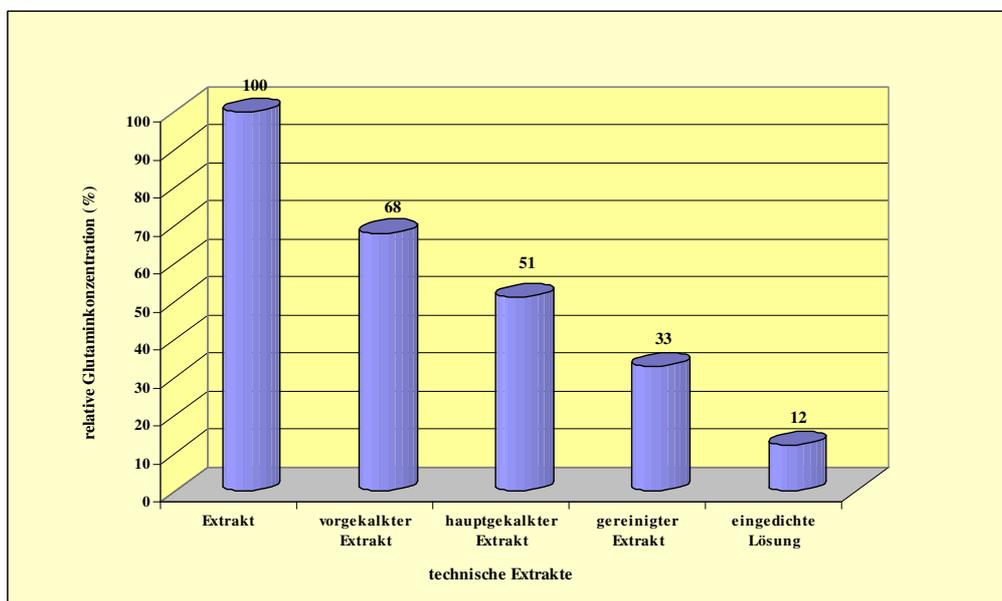


Abb. 3-11: Veränderung des Glutamingehaltes vom Extrakt zur eingedickten Lösung in % (Mittelwert)

Asparagin sowie Oxalsäure hydrolysieren im technologischen Prozess wesentlich langsamer als Glutamin (Schiweck et al., 1994 und Buchholz et al., 2000). Calciumaspartat ist in wässrigen Medien löslich und wird zu über 50 % durch das Calciumcarbonat der 1. Carbonatation adsorbiert (Schulze 1980, Reinefeld et al., 1982a und 1982b und Buchholz et al., 2000).

3.6.1.4. Thermostabilität des gereinigten Extraktes

Eine vollständige Umsetzung der Amide bei der Hauptkalkung ist die erforderliche Voraussetzung für die Erzeugung eines thermostabilen gereinigten Extraktes. In der Abbildung 3-12 wird versucht, die chemischen Reaktionen während der Eindickung und der Kristallisation, die zur pH-Abnahme und Farbzunahme des gereinigten Extraktes führen können, darzustellen.

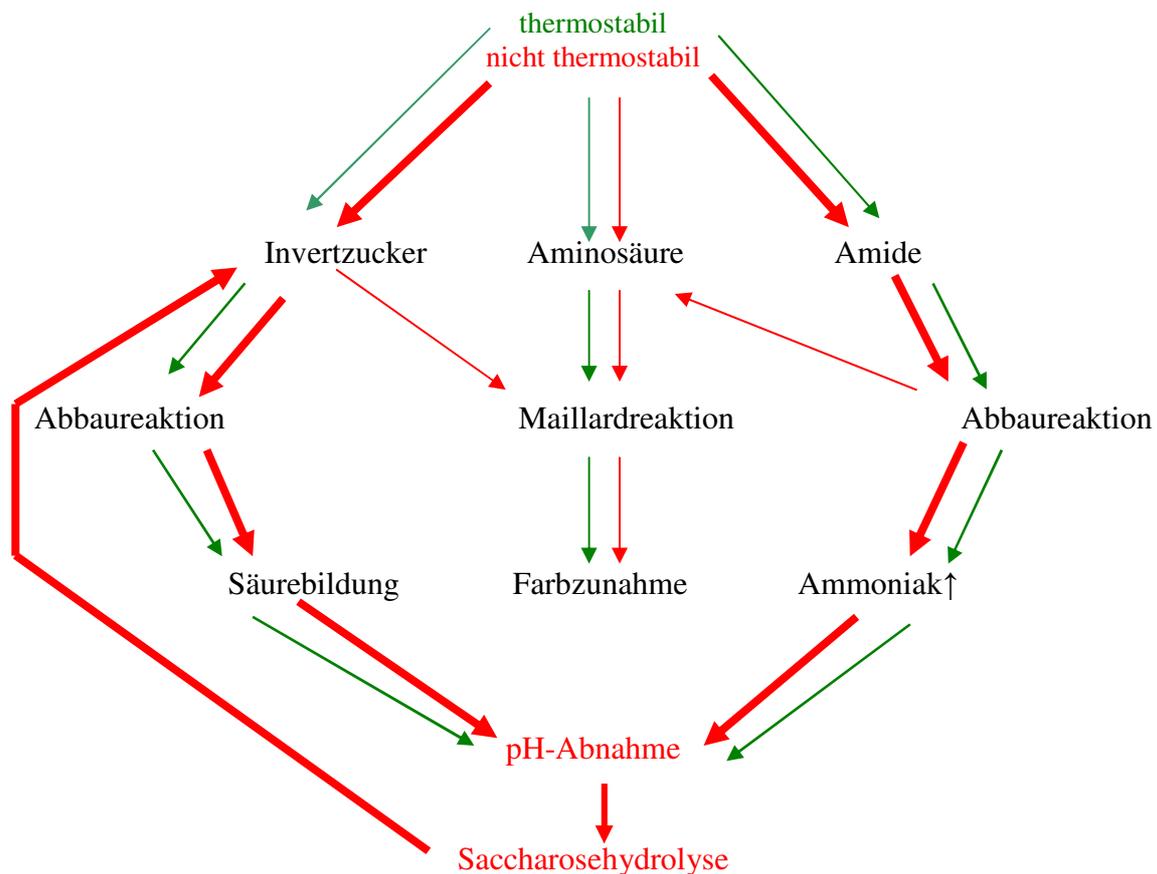


Abb. 3-12: Chemische Reaktionsmöglichkeiten eines thermostabilen sowie eines nicht thermostabilen gereinigten Extraktes während der Eindickung

Die gereinigten Extrakte (Dünnsaft) unterscheiden sich im wesentlichen vom Extrakt (Rohsaft) hinsichtlich der Vollständigkeit der Amidverseifung. Ein thermostabiler gereinigter Extrakt kann die thermische Belastung der Eindickung und der Kristallisation ohne wesentliche pH-Abnahme überstehen. Werden die genannten Abbaureaktionen der Amidstickstoffe nicht vollständig durchgeführt, entstehen thermostabile gereinigte Extrakte mit höheren Gehalten an Amidstickstoffen. Thermostabile gereinigte Extrakte mit höheren Gehalten an Amidstickstoffen führen zur Amidverseifung (säurebildende Reaktionen z. B. in der Verdampf- und Kochstation). Dabei kommt es, insbesondere wenn die Alkalireserve (natürliche Alkalität) nicht ausreicht, um die entstehenden Säuren abzuf puffern, zu einer Autoreaktion mit Bildung von neuem Invertzucker. Dies führt zu höheren Farbwerten der eingedickten Lösung (Dicksaft).

3.6.1.5. Sterilisation des vorgekalkten Extraktes

Die Inaktivierung der mesophilen, thermophilen und hochthermophilen Bakterien bei einer höheren Temperatur und Alkalität stellt eine weitere Aufgabe der Hauptkalkung dar. Außerdem kann es (neben den gezielten chemischen Reaktionen) während der Hauptkalkung zu einer Zerstörung der Saccharose (bei $\vartheta_{HK} = 85 \text{ °C}$, $t_{HK} = 20 \text{ min}$ und zu hohen Hydroxylionenkonzentration) kommen sowie zu einer Peptisation der gefällten Hydrokolloide was möglichst gering bleiben soll. Die Hauptkalkung wird in der Regel durch Einhaltung bestimmter Zeit-Temperaturrelationen so geführt, dass der Invertzucker und die Amide abgebaut werden, ohne die Saccharose zu zerstören.

3.6.2. Technologieführung der Hauptkalkung

Zur Realisierung der genannten Reaktionen im Verlauf der Hauptkalkung ist die Einhaltung bestimmter Bedingungen, wie: Alkalität der Hauptkalkung, Hauptkalkungsdauer und -temperatur von großer Bedeutung.

3.6.2.1. Temperatur und Verweilzeit in der Hauptkalkung

Die auftretenden Reaktionen bei der Hauptkalkung bedürften je nach der Kalkmenge (Hauptkalkungsalkalität) und der Temperatur eine mehr oder weniger lange Verweilzeit. Deswegen ist der Einhaltung einer zweckmäßigen Zeit-Temperatur-Korrelation für den optimalen Verlauf der gewünschten Abbaureaktionen in der Hauptkalkung erforderlich. Diese ist vor allem von den Invertzucker- und Säureamidmengen im vorgekalkten Extrakt abhängig. *Weidenhagen* und *Baumgarten* (1968) und *Bohn et al.*, (1990) bestätigen, dass bei einem Invertzuckergehalt von ca. 0,3 bis 0,4 g/100 g TS (d. h. ca. 0,33 - 0,44g/100 g Z) eine Hauptkalkungstemperatur von ca. 85 °C und einen Hauptkalkungsdauer von ca. 20 min erforderlich ist, um die Stabilisierungs- und Zersetzungsreaktionen der Nichtsaccharosestoffe genügend schnell verlaufen zu lassen. Bei höheren Invertzucker- und Säureamidmengen kann man die Zeiten entsprechend verlängern bzw. die Temperaturen erhöhen (*Weidenhagen* und *Baumgarten* 1968).

3.6.2.2. CaO-Verbrauch der Hauptkalkung

Der CaO-verbrauch der Hauptkalkung setzt sich aus der erforderlichen Alkalitätsmenge zur Einhaltung der gewünschten Abbaureaktionen (chemische Reaktionen) und dem erforderlichen Filterhilfsmittel für die Entfernung und Adsorption der Nichtsaccharosestoffe in der 1. Carbonatation zusammen. Hierbei muss mit einem CaO-Verbrauch in der Hauptkalkung von ca. 80 - 100 %, bezogen auf die extrahierten Nichtsaccharosestoffe *Teschner* (1984) ausgegangen werden.

CaO (Branntkalk) ist in reinem Wasser wenig löslich. Dagegen steigt die Löslichkeit des Kalkes in Gegenwart des Zuckers. Die Temperatur besitzt einen negativen Einfluss auf die Löslichkeit von CaO. *Weidenhagen* und *Baumgarten (1968)* bestätigen, dass die Wirkung des Kalkes bei der Hauptkalkung nur durch den gelösten Teil des Kalkes ausgeübt wird. Der unlösliche Anteil des Kalkes bildet einen unlöslichen Bodenkörper. Im klassischen Extraktreinigungsverfahren erfolgt die Zugabe der notwendigen CaO-Menge in die Hauptkalkung wegen einer größeren Löslichkeit des Calciumhydroxides im kalten vorgekalkten Extrakt (Temperaturen von ca. 55 - 60 °C) vor dem Wärmetauscher.

Wenn man von einem Saccharosegehalt von ca. 17 % und einer Reinheit von 91 % im Extrakt (*Teschner 1984* und *Vetter 2000*) ausgeht, muss man mit einem Nichtsaccharosegehalt von ca. 1,68 % im Extrakt bzw. von ca. 1,85 kg/100kg R. (Abzug von 110 %; $\rho = 1060 \text{ kg/m}^3$) rechnen. Wenn man eine Hauptkalkungsalkalität von ca. 0,9 - 1,1 g CaO/100 ml zu Grunde legt und mit einem chemischen Kalkverbrauch (Alkalitätsverlust für die Neutralisations- und Flockungsreaktionen) in der Vorkalkung von ca. 0,1 g CaO/100 ml Extrakt bzw. 102,8 g CaO/100 kg R. rechnet, ergibt sich bei einem Hauptkalkungssaft-Volumen von 120,8 l/100 kg R. (Schlammsaftkonzentrat-Rücknahme von ca. 10 % a. R.) ein CaO-Verbrauch von ca. 0,65 - 0,78 % CaO/NZ. Diese Kalkmenge ist für die chemischen Reaktionen in der Hauptkalkung sowie als Adsorptions- und Filterhilfsmittel nach der 1. Carbonatation im klassischen Extraktreinigungsprozess mit der Druckfiltration erforderlich (ohne Berücksichtigung des Kalkofenverlustes sowie einer Nachkalkung).

Mit der Anwendung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens mit der Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt erhält man eine Calciumcarbonatsuspension nach der 1. Carbonatation mit sehr guten Filtrationseigenschaften (FK-Wert $< 0,5 \text{ s/cm}^2$). Deshalb ist ein Überschuss an Kalk als Filterhilfsmittel nicht mehr erforderlich. Dadurch kann man den Kalkverbrauch der Hauptkalkung auf die erforderliche Kalkmenge für die Einhaltung der gewünschten Abbaureaktionen (chemische Reaktionen) zur Herstellung eines thermostabilen gereinigten Extraktes reduzieren.

Die erforderliche Alkalität für die Einhaltung der chemischen Reaktionen für die klassischen Hauptkalkungsbedingungen ($\vartheta_{\text{HK}} = 85 \text{ °C}$, $t_{\text{HK}} = 20 \text{ min}$) beträgt ca. 0,6 g CaO/100 ml. Diese Alkalität bedeutet einen CaO-Verbrauch von ca. 0,40 g CaO/g NZ (ohne Berücksichtigung des Kalkofenverlustes sowie einer Nachkalkung). Eigene Untersuchungen zur Optimierung der Amidverseifung bei geringerem Kalkverbrauch sollen diesen Grenzwert analysieren sowie wichten und das Potenzial der Kalkeinsparungen weiter erhöhen.

3.7. Extraktreinigungsverfahren

In der Literatur kann man sehr unterschiedliche Varianten der klassischen Extraktreinigung finden (*Teschner 1984* und *Madsen 2000*). Diese können in folgende Verfahrensführungen eingeteilt werden:

a. Extraktreinigungsverfahren mit Extrakt sensibilisierung

- DDR-Extraktreinigungsverfahren
- dänische Extraktreinigungsverfahren (DDS)

b. Extraktreinigungsverfahren mit Übercarbonatation

- DORR-Extraktreinigungsverfahren
- Wiklund-Extraktreinigungsverfahren

c. Extraktreinigungsverfahren mit Vorcarbonatation

- Braunschweiger Extraktreinigungsverfahren
- RT-Bruglette-Extraktreinigungsverfahren
- Novi Sad-Extraktreinigungsverfahren

d. Extraktreinigung mit Abtrennung der Vorkalkungstrübe

- Sepa-Extraktreinigungsverfahren
- SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren

3.8. Das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren

Ein Teil dieser Arbeit wurde für die Entwicklung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens (Patent „Flockungsmittel-basiertes Abtrennverfahren“, EP-Nummer: 1682683 B1) durchgeführt. Das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren ist eine weitere Entwicklung der klassischen Extraktreinigung. Die Ziele und die Effekte des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens sind vor allem:

1. Reduzierung des Gesamtkalkverbrauches bei gleichbleibender Qualität des gereinigten Extraktes (Annahme: Reduzierung der Hauptkalkungsalkalität von 1,0 auf 0,6 g CaO/100 ml),
2. Reduzierung des Koksverbrauches und der CO₂-Emissionen der Kalköfen,
3. Entlastung der Kalköfen, um den Wirkungsgrad, die Ausbeute und den Weichbranntanteil zu erhöhen und die Belastung der Ausmauerung zu erniedrigen,
4. Entlastung der 1. Filtration sowie Verlängerung der Filterstandzeiten,
5. Reduzierung des Energie- und des Hilfsstoffverbrauches im Extraktreinigungsprozess,
6. Verarbeitungsmöglichkeit von alterierten Rüben sowie Verlängerung der Kampagnezeit,
7. Reduzierung der Calciumcarbonatkonzentrat- und Carbokalkmenge (Entlastung der Carbokalkpressen),
8. Erzeugung eines Carbokalkes mit garantierten Qualitätsparametern: einem Trockensubstanzgehalt von ca. 70 %, einem Zuckergehalt < 1 % und einem CaO-Gehalt von mindestens 30 g/100 g TS. (Nach neuer Düngemittelverordnung wird der Gehalt an

basisch wirksamen Substanzen nicht mehr als Calciumcarbonat, sondern als Calciumoxid angegeben. Der Gehalt wird auf Trockensubstanz bezogen und muss mindestens 30 g/100 g TS betragen. Die angegebenen 30 g/100 g TS entsprechen einem CaO-Gehalt in Höhe von ca. 21 % CaO auf Einwaage bei 70 % TS des Carbokalkes),

9. Reduzierung des Phosphat- und Schwefelgehaltes im Carbokalk,
10. Reduzierung des Ammoniumgehaltes in den Abgasen der Carbonatationsbrüden,
11. Reduzierung des Energieverbrauches in der Trocknungsanlage mit gleichzeitiger Erhöhung der Trockenschnitzel- bzw. Pelletmenge,
12. Reduzierung des SO_2 - und TOC-Gehaltes in den Abgasen der Schnitzeltrocknungsanlage.

Abbildung 3-13 zeigt das Prinzip des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens vor der Einführung dieser Arbeit (Ajdari Rad et al. 2008).

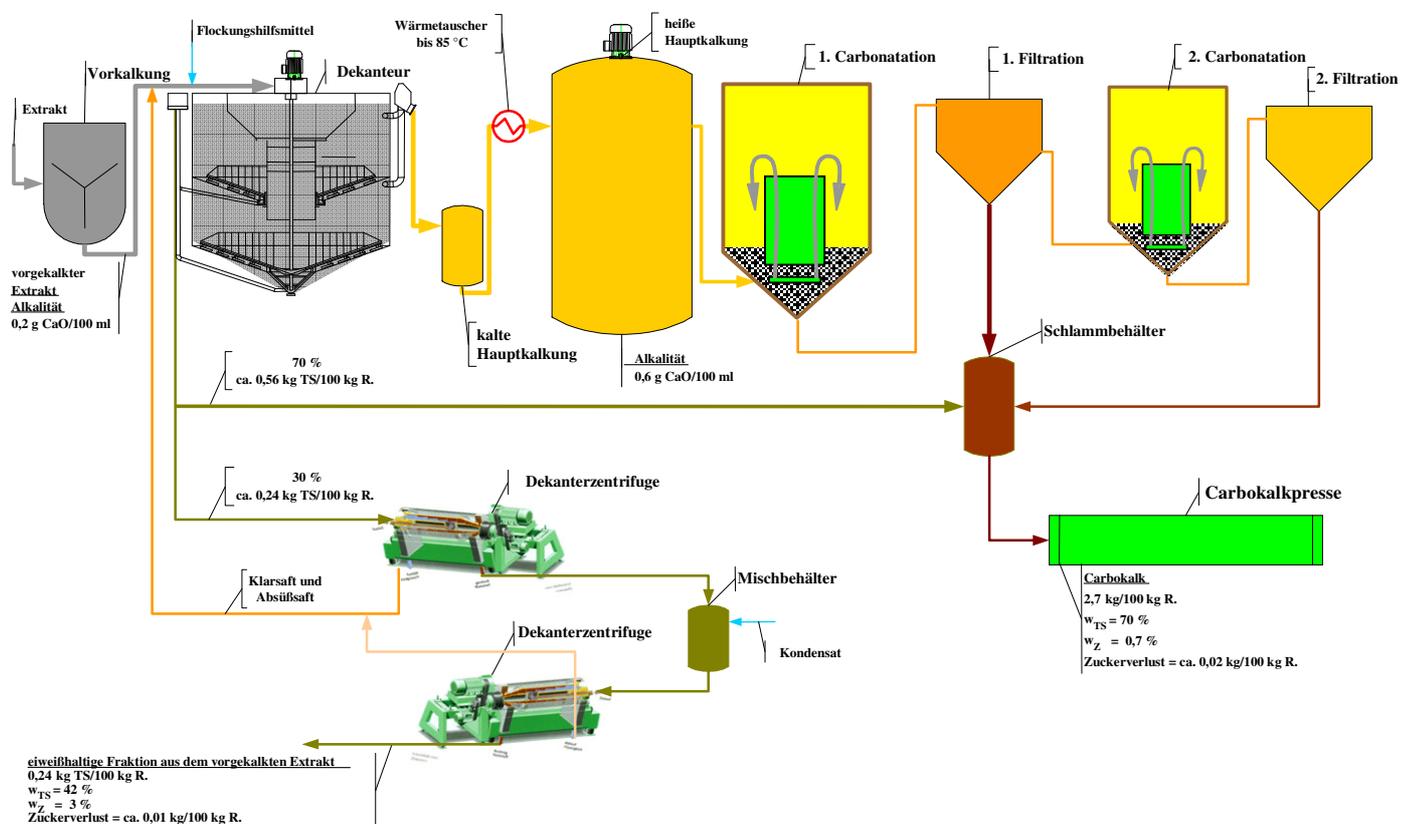


Abb. 3-13: Prinzip des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens

Durch Einsatz eines Dekanteurs zur Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt und einer Dekanterzentrifuge für die Eindickung eines Teilstromes dieser Eiweißfraktion kann das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren in das klassische Extraktreinigungsverfahren integriert werden. Der vorgekalkte Extrakt gelangt nach der Zugabe von Flockungshilfsmittel in den Dekanteur.

Die eiweißhaltige Fraktion im Unterlauf des Dekanteurs wird aufgeteilt:

1. Ca. 70 % der anfallenden Menge wird in einem Behälter mit Schlammsaftkonzentraten aus der 1. und der 2. Filtration gemischt und mit Hilfe der Carbokalkpresse zu Carbokalk gepresst.
2. Ca. 30 % der anfallenden Menge (d. h. ca. 0,24 kg TS/100 kg R.) wird nach einer weiteren Eindickung und Absüßen in einer Dekanterzentrifuge als Betriebshilfsstoff zur TOC-Reduzierung in der Schnitzeltrocknungsanlage, als Düngemittel, als Bodenverbesserungsmittel oder weiterer Verwendungszwecken verwendet. Die Abtrennung und die Verwertung dieser Menge (mindestens 30 % der anfallenden Menge) ist für die Erzeugung eines Carbokalkes mit erforderlichen Qualitätsparametern bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml erforderlich.

Der Überlauf (Klarsaft) aus dem Dekanteur wird in die kalte Hauptkalkung gefördert. Da ein sehr geringerer Anteil an Kolloidstoffen vorliegt, kann er mit sehr geringerem Kalkmilcheinsatz ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) in der Hauptkalkung (d. h. Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml) verarbeitet werden. Dadurch erzielt man eine deutliche Reduzierung des Kalkverbrauches in den Zuckerfabriken mit Druckfiltration.

Für die Optimierung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens spielt die Optimierung der Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion des vorgekalkten Extraktes eine entscheidende Rolle. Deshalb wurden umfangreiche Untersuchungen des vorgekalkten Extraktes zur Ermittlung der erforderlichen Flockungshilfsmittel, Dosierungsmenge sowie die Feststellung der Sedimentationszeit und -temperatur im Labor und technischen Maßstab durchgeführt. Die Optimierung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens und die erforderliche Methodenentwicklung zur Bewertung des Verfahrens sind Bestandteile dieser Arbeit.

3.9. Flockung

Der Flockungsprozess wird als Zusammenballung sog. Primärteilchen, die vor der Flockung dispers verteilt sind, bezeichnet (*Müller 1985*). In Literatur wird die Flockung in Flocculation, wenn die Aggregation durch Adsorption brückenbildender Polymere (wie z. B. Flockungshilfsmittel) erfolgt und Koagulation, wenn die Aggregation durch Abbau bzw. Reduzierung der Abstoßungskräfte abläuft, bezeichnet. Das Koagulat kann umgekehrt wieder durch Peptisation in eine Dispersion überführt werden. Die Koagulation kann durch Elektrolytzusätze, Zufuhr mechanischer Energie, thermischer Energie, Energie des Ultraschalles und durch Zugabe chemischer Substanzen beschleunigt werden. Bei der Vorkalkung erfolgt durch die Zunahme des pH-Wertes und der Ca-Ionenkonzentration die Fällung der Kolloidteilchen, die von einer Dehydratation der Kolloide begleitet ist.

Flockungsmittel (Elektrolyte oder Polyelektrolyte) bilden kolloide Mikroflocken, die sich u. U. gut durch Filtration entfernen lassen. Ist eine Feststoffentfernung durch Sedimentation oder Flotation gewünscht, kommt zusätzlich zum Flockungsmittel ein Flockungshilfsmittel

zum Einsatz, das aus den Mikrofloccen größere Aggregationen bildet. Abbildung 3-14 zeigt die Aggregation der Kolloidstoffe mit Hilfe von Flockungsmitteln (Bildung von Mikrofloccen) und Flockungshilfsmitteln (Bildung von Makrofloccen).

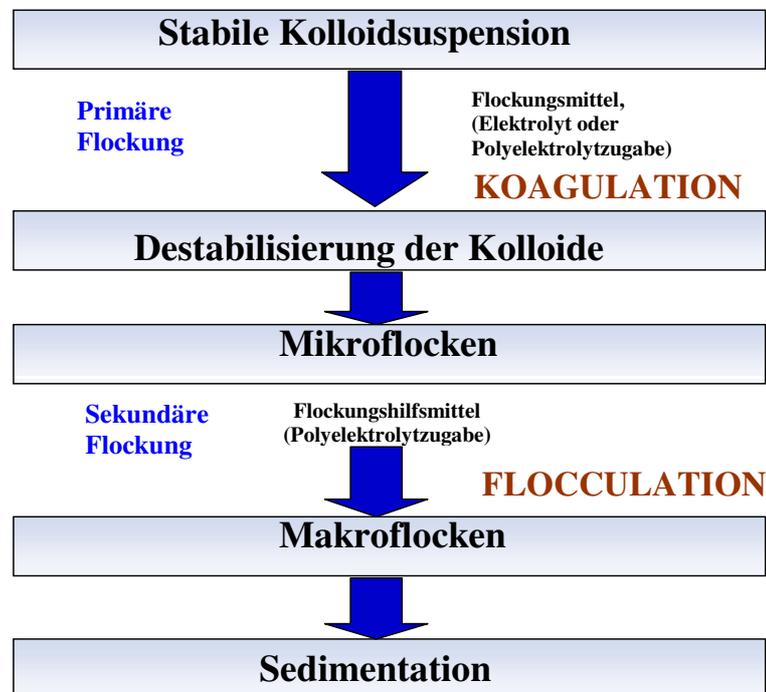


Abb. 3-14: Schematische Darstellung der Mikro und Makro Flocculation (Frieser 2005)

Abbildung 3-15 zeigt eine schematische Darstellung des Agglomerationsmechanismus durch den Einsatz von Flockungshilfsmittel.

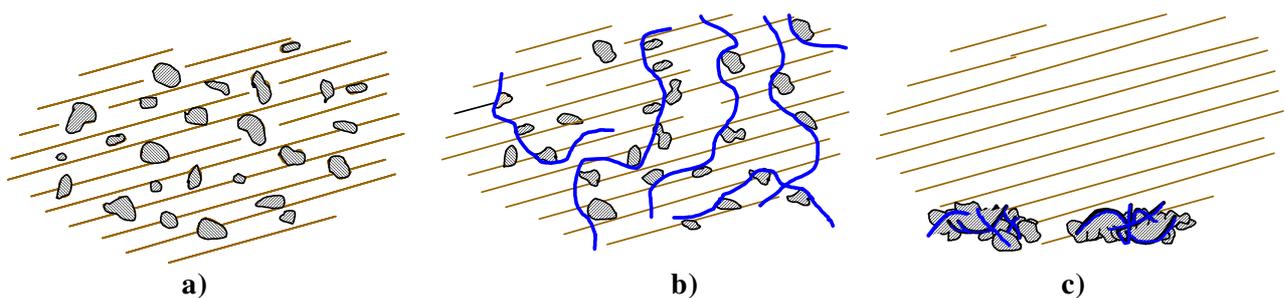


Abb. 3-15: Agglomerationsmechanismus vom Flockungshilfsmittel (Frieser 2005)

- Fein verteilter Feststoff in der Suspension
- Langkettige Polymermoleküle agglomerieren die Feststoffpartikel
- Bildung von großvolumigen Floccen, die schnell sedimentieren

Bei Flockungshilfsmitteln handelt es sich meist um organische, synthetische, hochmolekulare und wasserlösliche Polyelektrolyte auf der Basis von Polyacrylamid. Auch andere organische

Polyelektrolyte (synthetischen oder natürlichen Ursprungs) finden als Flockungshilfsmittel Verwendung. Durch das Molekulargewicht und die Kettenlänge des Flockungshilfsmittels kann die zu erzielende Flockengröße des abgetrennten Feststoffes beeinflusst und dem nachgeschalteten Trennverfahren angepasst werden. Die Polyelektrolyte werden in zwei Gruppen Polykationen und –anionen eingeteilt. Die Polykationen sind in der Lage, um die negativ geladenen Kolloide auszuflocken. Dagegen agglomerieren die Polyanionen, an die positiv geladenen Partikel, wie z. B. durch Calcium-Ionen positiv geladene Kolloide nach der Vorkalkung sowie die Calciumcarbonatpartikel nach der 1. Carbonatation für bessere Sedimentationsgeschwindigkeit.

Für die Abtrennung einer eiweißhaltigen Kolloidfraktion aus dem vorgekalkten Extrakt kommen anionische Flockungshilfsmittel wie z. B. Praestol 2540 TR in Frage. Die sind anionische Copolymere aus Acrylamid und Natriumacrylat. Die Produkte sind mittel- bis starkanionisch und wurden speziell für die Extraktreinigung bei der Zuckerproduktion entwickelt. Zur Auswahl des Flockungshilfsmittels wurden folgende Kriterien berücksichtigt: Lebensmittelzulässigkeit, keine gefährlichen Zersetzungsprodukte bzw. gefährliche Reaktionen, Ionenaktivität, Löslichkeit in Wasser, Viskosität, pH-Wert der hergestellten Lösung, wirksamer pH-Bereich, thermische Zersetzung, wirksamer Temperatur-Bereich und erforderliche Einsatzkonzentration (DIN-Sicherheitsdatenblätter der Firma Ashland; *Frieser 2005*).

3.10. Sedimentation

Die auftretenden chemischen Reaktionen in wässrigen Lösungen führen häufig zu festen Reaktionsprodukten, die in feiner Verteilung in Form von Schwebeteilchen oder als Niederschlag in der Flüssigkeit vorliegen. Diese Feststoff/Flüssigkeit-Gemische werden je nach Feinheit des verteilten Feststoffes entweder Suspension oder kolloidale Lösung bezeichnet. Grobe Suspensionen enthalten Feststoffteilchen mit einer Korngröße über 100 μm , in feinen Suspensionen liegt die Korngröße zwischen 0,1 μm und 100 μm . Gemische mit Teilchen unterhalb einer Korngröße von 0,1 μm werden als kolloidale Lösungen bezeichnet. Eine Klärung ist bei Teilchengrößen $< 0,1 \dots 0,5 \mu\text{m}$ nicht mehr möglich, weil dann die BROWNsche Molekularebewegung das Absetzen im Schwerfeld der Erde verhindert (*Schubert 1973* und *Ignatowitz 1992*).

Wenn der Feststoffanteil bei einer feinen Suspension $< 300 \text{ g/l}$ liegt, spricht man von einer Trübe. Die gereinigte Trübe wird Kläre genannt und die abgesetzten Feststoffteilchen Sediment. Wenn der Feststoffanteil in einer Suspension $> 300 \text{ g/l}$ ist, spricht man von Schlamm. Wenn das Ziel des Absetzens die Gewinnung des Feststoffs aus der Suspension ist, nennt man das Trennverfahren Eindicken. Wenn das Ziel des Absetzens die Gewinnung der geklärten Suspensionsflüssigkeit ist, spricht man von Klären oder Dekantieren.

Zur Abtrennung der Feststoffteilchen aus groben oder feinen Suspensionen werden unterschiedliche mechanische Trennverfahren, wie z. B. Absetzen, Zentrifugieren, Filtrieren oder Auspressen eingesetzt. Die Kolloidlösungen müssen vorher ausgeflockt (Agglomeratbildung von kleinen Teilchen zu großen Teilchen) werden. Absetzen, Dekantieren oder Schwerkraftsedimentation erfolgen durch die unterschiedliche Wirkung der Schwerkraft auf die Partikel mit unterschiedlicher Dichte. Durch Absetzen können grobe Suspensionen (Partikelgröße über 100 μm) getrennt werden, bei denen die Dichte des dispergierten Stoffes größer als die Dichte der Flüssigkeit ist. Feine Suspensionen lassen sich durch Absetzen nicht trennen, da die feinen Partikel durch die Molekularbewegung in Schwebelage gehalten werden. Auf einem Feststoffteilchen in einer Suspension wirken unterschiedliche Kräfte. Diese Kräfte werden in der Abbildung 3-16 dargestellt (*Schubert 1973, Ignatowitz 1992 und Senge 1992*).

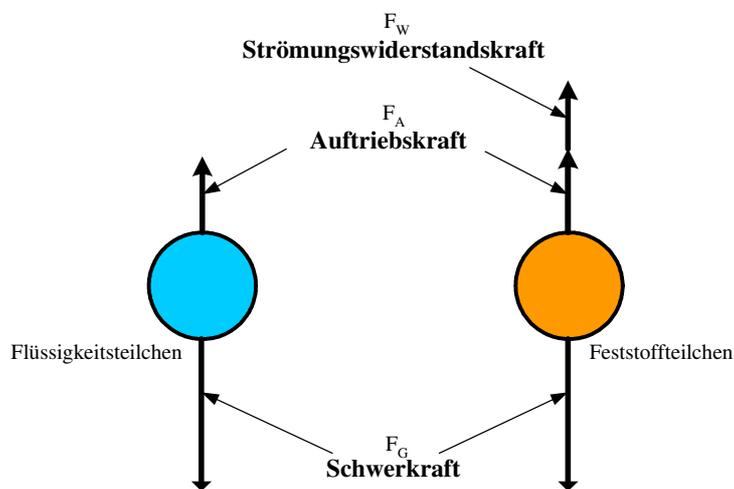


Abb. 3-16: Kräftegleichgewicht am Sedimentationsteilchen

Nachfolgend wird ein Kräftegleichgewicht an einem in einem Fluid fallenden kugelförmigen Teilchen nach *Senge 1992* beschrieben. Die hier gewählte Kugelform stellt eine Vereinfachung dar (Gleichungen 6-8):

$$F_G = m \cdot g = \rho_F \cdot \frac{\pi}{6} \cdot d_F^3 \cdot g \quad \text{in N} \quad (6)$$

$$F_A = V_F \cdot \rho_{Fl} \cdot g = \rho_F \cdot \frac{\pi}{6} \cdot d_F^3 \cdot g \quad \text{in N} \quad (7)$$

$$F_W = c_W \cdot \frac{\rho}{2} \cdot w_S^2 \cdot A = \frac{24v}{w_S \cdot d_F} \cdot \frac{\rho}{2} \cdot w_S^2 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot d_F^2 \quad \text{in N} \quad (8)$$

für das stationäre Gleichgewicht gilt:

$$F_G = F_W + F_A \quad \text{in N} \quad (9)$$

Wenn die Feststoffdichte (ρ_F) größer als die Flüssigkeitsdichte (ρ_{Fl}) ist, wirken auf die Feststoffteilchen größere Schwerkraften als auf die Flüssigkeitsteilchen und führen zum Absinken der Feststoffteilchen. Nach einer kurzen Anlaufphase stehen die Schwerkraft sowie die Auftriebs- und Strömungswiderstandskraft im Gleichgewicht.

Gleichung 10 zeigt die Trägheitskraft (F_T) mit der Berücksichtigung der Beschleunigungs- bzw. Verzögerungsphase beim Sedimentationsvorgang bzw. Fallvorgang. Hier muss das Kräftegleichgewicht instationär angesetzt werden (*Schubert 1973, Robel 1985 und Senge 1992*).

$$F_T = F_G - F_A - F_W \text{ in N} \quad (10)$$

Das Feststoffteilchen sinkt dann mit konstanter Absetzgeschwindigkeit, die vom Dichteunterschied zwischen Feststoff und Flüssigkeit, von der Teilchengröße und von der Viskosität der Flüssigkeit (η_{Fl}) abhängig ist.

Für den Fall des stationären Prozesses der laminaren Strömung gilt das Fallgesetz (Gleichung 11) von STOKES mit $Re = 0,5$ (*Schubert 1973, Robel 1985 und Senge 1992*).

$$w_s = \frac{d_F^2(\rho_F - \rho_{Fl}) \cdot g}{18\eta_{Fl}} \text{ in m/s} \quad (11)$$

Die Berechnung des vom Teilchen zurückgelegten Weges (Sedimentationsweg) kann nach folgender Differentialgleichung (Gleichungen 12 und 13) bezüglich auf die Sedimentationsgeschwindigkeit und die Zeit als instationärer Prozess berechnet werden (*Schubert 1973, Robel 1985 und Senge 1992*).

$$S = \int_0^t w_s(t) dt \text{ in m} \quad (12)$$

$$S(t) = \frac{k_0 \cdot t}{k_1} + \frac{k_0}{k_1^2} [-1 + e^{k_1 \cdot t}] \text{ in m} \quad (13)$$

Gleichungen 14 und 15 zeigen die konstanten Koeffizienten K_0 und K_1 in der Gleichung 13, die nur von den Stoffkennwerten des Sedimentationssystems abhängig sind (*Senge 1992*).

$$K_0 = g \cdot \left(1 - \frac{\rho_{Fl}}{\rho_F}\right) \quad (14)$$

$$K_1 = \frac{18 \cdot \rho \cdot \nu}{\rho_F \cdot d_F^2} \quad (15)$$

Calciumcarbonat hat eine Dichte von $2700 - 2900 \text{ kg/m}^3$, während ausgefällte organische Stoffe nach der Vorkalkung eine Dichte von nur $1100 - 1400 \text{ kg/m}^3$ besitzen (Madsen 2000). Um die Sedimentationsgeschwindigkeit zu verbessern, müssen die Teilchen agglomerieren. Die Teilchen im vorgekalkten Extrakt haben gleichartige elektrische Ladungen. Deshalb stoßen sie einander ab und bleiben getrennt. Durch Zugabe von Flockungshilfsmitteln, wie z. B. oxidierten Stärken (ZFT 1220) oder Polyacrylamiden (Praestol 2540 TR) ziehen sie einander an und agglomerieren (siehe Kapitel 3.9) zu größeren Flocken mit guten Sedimentationseigenschaften.

3.11. Filtration

Die im Verlauf der Extraktreinigung gebildeten Niederschläge der 1. und 2. Carbonatation werden durch Filtration oder Dekantation abgetrennt. Der Begriff Filtration wird hier definiert als Trennung eines Flüssigkeits-Feststoff-Gemischtes (Trübe) in seine Komponenten Klarflüssigkeit (Filtrat) und Feststoff (Filterkuchen) mit Hilfe einer für die Flüssigkeit durchlässigen Schicht (Filtermittel), von der der Feststoff zurückgehalten wird. Zur Beurteilung der Filtrierbarkeit werden die allgemeingültigen Gleichungen der Kuchenfiltration verwendet. Nach Schneider (1957) und Baumgarten (1970) liegt die Aggregatgröße des Niederschlages in der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation bei der klassischen Extraktreinigung zwischen $10 - 15 \mu\text{m}$. Das Prinzip einer Kuchenfiltration ist in Abbildung 3-17 dargestellt und lässt sich für eine inkompressible, laminar durchströmte Kuchenfiltration nach Darcy (Gleichung 16) beschreiben (Zogg 1987).

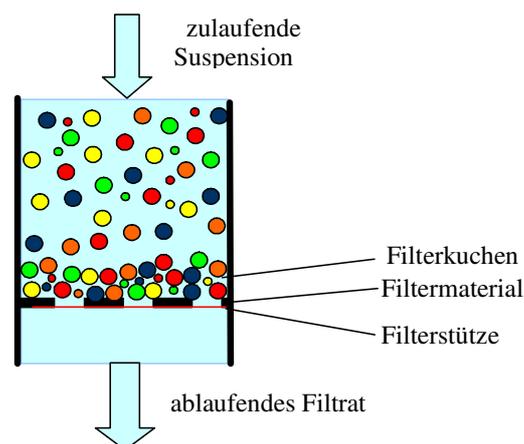


Abb. 3-17: Prinzip der Kuchenfiltration

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot H_k}{A \cdot \Delta p \cdot V_F} \cdot V + \frac{\eta \cdot \beta}{2 \cdot A \cdot \Delta p} \quad (16)$$

Zur Erzeugung der Strömung der Flüssigkeit durch das Filtermittel wird als treibende Kraft ein Druckgefälle von der Zulauf- zur Ablaufseite des Filters benötigt. Nach der Art der

Erzeugung der Triebkraft für den Filtrationsprozeß wird zwischen Filtration unter hydrostatischem Druck (Schwerkraftfiltration), Druckfiltration und Vakuumfiltration unterschieden. Infolge Druckdifferenz tritt die Flüssigkeit durch das Filtermittel hindurch, wogegen sich der in ihr suspendierte Feststoff auf demselben absetzt und den Filterkuchen bildet. Der Filterkuchen stellt dann je nach Größe und Struktur der Feststoffteilchen ein mehr oder weniger feinporiges Haufwerk dar, das für den weiteren Verlauf der Filtration selbst als Filtermittel wirkt. Das eigentliche Filtermittel dient nicht mehr seiner ursprünglichen Funktion, sondern nur noch als Stütze für den Kuchen. Deshalb können relativ grobporige Filter auch feine Suspensionen sauber filtrieren. Allerdings wird das Filtrat solange trübe bleiben, bis die Porenverengung durch Feststoffablagerung (Kuchenbildung) erfolgt ist. Der Trüblauf muss nochmals dem Filter aufgegeben werden.

Zur Berechnung des Filterwiderstandes reicht dabei die Darcy-Gleichung nicht aus, da der Widerstand des Feststoffes eine Funktion der Porosität und damit von der örtlichen Druckbelastung des Feststoffgerüsts abhängt. An die Stelle des Widerstandes des abgetrennten Feststoffes tritt der mittlere spezifische Kuchenwiderstand $\bar{\alpha}(p_s)$, wobei p_s den örtlichen Gerüstdruck des Filterkuchens darstellt. Die Berechnung des mittleren spezifischen Kuchenwiderstandes ist ein aufwendiges Verfahren und erfordert Messungen des Gerüstdruckes. Die Berechnung erfolgt unter Verwendung von Potenz- oder Exponentialansätzen. Die typischen Kurvenverläufe einer Kuchenfiltration mit inkompressiblen und kompressiblen Filterkuchen sind in Abbildung 3-18 dargestellt (Schubert 2003).

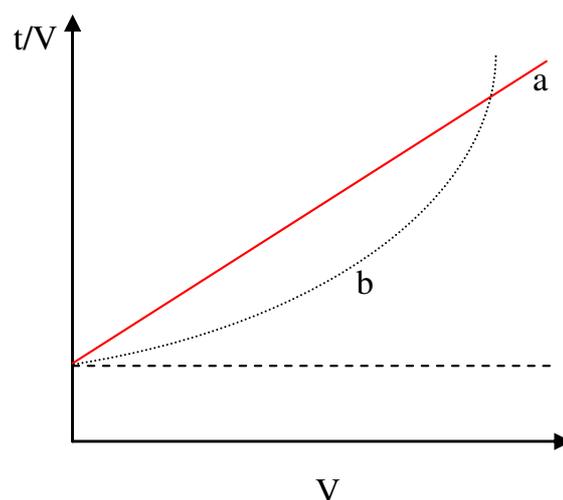


Abb. 3-18: Filtrationsdiagramm von inkompressiblen (a) und kompressiblen (b) Filterkuchen

Bei der Kuchenfiltration fließt die aufgegebenen Suspension zunächst fast vollständig durch das Filtermittel (Trüblauf). Nach einer bestimmten Zeit (abhängig vom Feststoffgehalt der Suspension) bildet sich ein ständig dicker werdender Filterkuchen. Erst nach dem Aufbau des

Kuchens kann man die Gesetzmäßigkeiten der Kuchenfiltration hinsichtlich der Inkompressibilität oder Kompressibilität in Betracht ziehen.

Bei der Kuchenfiltration mit inkompressiblen Medien ergibt sich ein linearer Verlauf des Filterdiagrammes (siehe Filtrationsdiagramm a in der Abbildung 3-18).

Bei der Kuchenfiltration mit kompressiblen Medien entsteht ein nichtlinearer Verlauf der Filtration mit reduzierendem Filtratvolumenstrom wegen des steigenden Drucks auf dem Filterkuchen infolge der zunehmenden Filterkuchendicke und des Anstieges des Strömungswiderstandes (siehe Filtrationsdiagramm b in der Abbildung 3-18).

Gleichung 17 beschreibt die Filtration der Calciumcarbonatsuspension nach der Form der *Kozeny-Carman-Gleichung* (Schliephake und Beyer 1977, Weiß et al. 1985 und Hess 1991).

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\Delta p_F}{\eta(\alpha \cdot y_F \cdot V_F + \beta)} \text{ in m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2 \quad (17)$$

Nach der Gleichung 17 ist der Durchsatz (dV/dt) vom Filtrationsdifferenzdruck (Δp_F) vor und hinter der Filterschicht (Filterkuchen), der dynamischen Viskosität des Filtrates, der abgetrennten Trockensubstanz des Feststoffes je m^3 Filtratvolumen (y_F), dem Filtratanfall je m^2 Filterfläche (V_F), dem spezifischen Kuchenwiderstand (α) und dem spezifischen Widerstand des Filtermittels (β) abhängig. Eine andere Möglichkeit, die Filtrierbarkeit zu beschreiben, stellt der Filtrationskoeffizient (FK-Wert) dar. Er ist als Anstieg des spezifischen Filterwiderstandes im Filterkuchen während des Filtrationszyklus definiert. Gleichung 18 zeigt die allgemeine Form zur Berechnung der Filtrationskoeffizienten (Schubert 2003).

$$\text{FK} = \frac{dt}{dv/A} \cdot \frac{1}{dv/A} = \frac{dt}{d^2v/A^2} \text{ in s/cm}^2 \quad (18)$$

Der FK-Wert dient dem Vergleich der Filtrierbarkeit verschiedener Calciumcarbonatsuspensionen mit gleicher Flüssigkeit und dem gleichen Typ an Feststoffen. Enthält der Niederschlag eine hohe Konzentration an Kolloiden, muss auch die tatsächliche Filtrationszeit beachtet werden (Vetter 2000).

Von gut filtrierbaren Calciumcarbonatsuspensionen in der Zuckerindustrie spricht man bei FK-Werten zwischen 0,5 und 2 s/cm^2 . Zur Durchführung einer optimalen Filtration soll ein Niederschlag in Form größerer Flocken (Filterschicht mit höherer Porosität und kleinerer benetzbarer Oberfläche) erzeugt werden, d. h. eine sehr lockere Schüttung.

4. Material und Methoden

Für die Durchführung der kontinuierlichen Erfassung der Extraktviskositäten wurde die Versuchsanlage im technischen Maßstab in den Kampagnen 2003 bis 2005 eingesetzt und optimiert. Die Laborextraktreinigungsversuche (die Verarbeitung frostgeschädigter Rüben, die Optimierung der Hauptkalkung bei geringeren Alkalitäten, die Extraktvoralkalisierung und die Optimierung der Amidverseifung) wurden in den Jahren 2004 bis 2007 durchgeführt. Hierzu wurden die Extrakte aus einer technischen Turmextraktionsanlage in den Kampagnen 2004-2006 entnommen. Die Extrakte wurden mit Hilfe eines Siebes (0,4 mm) entpülpt. Danach wurden die Extrakte zusammengemischt, in 1000 ml Polyethylenflaschen gefüllt, im Gefrierschrank schnell eingefroren und bei $\vartheta = -20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ gelagert.

Die erforderlichen Dekantationsversuche mit einem Versuchsdekanteur im technischen Maßstab sowie die technischen Versuche zur Amidverseifung wurden in den Kampagnen 2005 bis 2007 durchgeführt. Die erforderlichen rheologischen Untersuchungen wurden an der Technischen Universität Berlin durchgeführt.

4.1. Herstellung einer Modelllösung (extraktähnlich)

Zur Optimierung der Hauptkalkung bei geringerer Alkalität und Amidverseifung wurde eine Modelllösung (extraktähnlich) hergestellt. Tabelle 4-1 zeigt die Komponenten zur Herstellung der Modelllösung (Ajdari Rad 2002).

Tab. 4-1: Ansatz zur Herstellung der Modelllösung (Ajdari Rad 2002)

Komponenten	Menge (g/l)
Saccharose	160
Eiweißstickstoff (Pepton)	2,50
Betainhydrochlorid	3,50
Rübenpektin	1,25
$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	0,70
$\text{C}_6\text{H}_5\text{K}_3\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,40
$\text{C}_2\text{Na}_2\text{O}_4$	0,10
$\text{K}_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	3,00
$\text{C}_2\text{K}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,10
$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1,00
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,40
KCl	0,40

Die Modelllösung hat einen Trockensubstanzgehalt von 16,80 %, eine Reinheit von 90,80 % und einem pH-Wert von 6,20. Sie ist eine klare Lösung mit einem optimalen Flockungspunkt bei ca. pH 11,50. Es wurden die erforderlichen Glutamin- und Asparaginsmengen zugeführt.

4.2. Methoden und Aufbau der Versuchsanlagen

4.2.1. Aufbau der Versuchsanlage für die Extraktreinigungsversuche

Zur Durchführung der Extraktreinigungsversuche wurde eine diskontinuierliche Extraktreinigungsanlage im Labormaßstab eingesetzt. Abbildung 4-1 zeigt die schematische Darstellung der diskontinuierlichen Extraktreinigungsanlage.

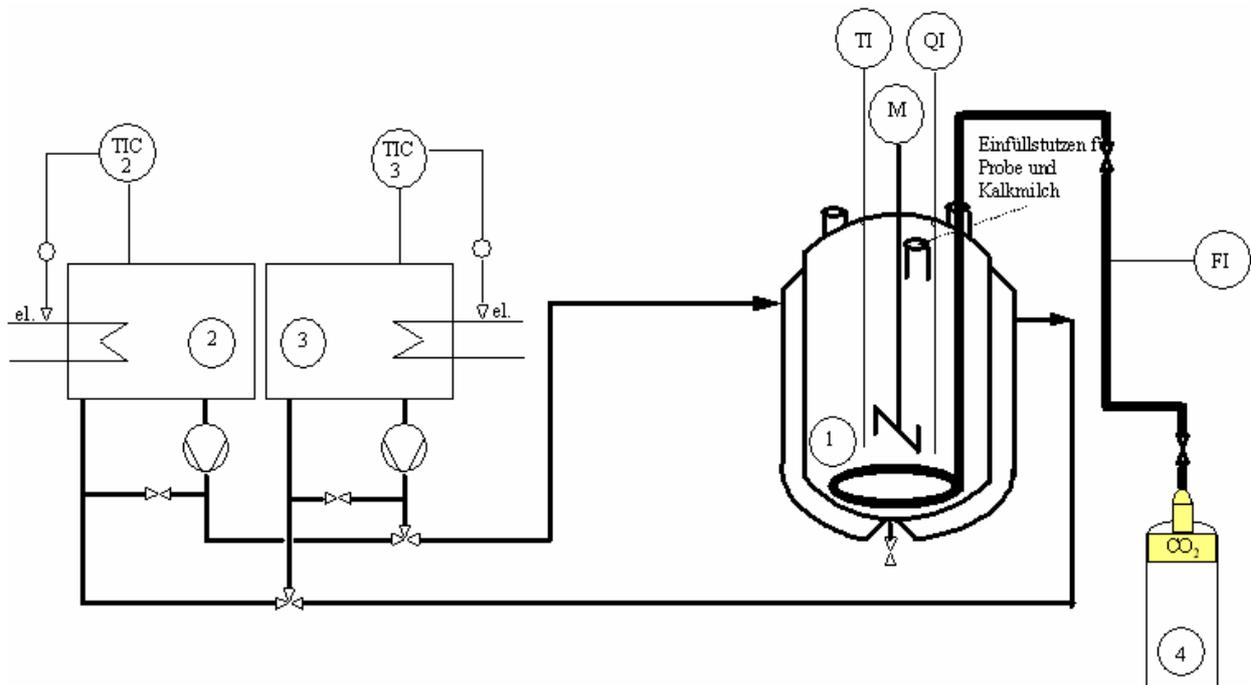


Abb. 4-1: Diskontinuierliche Extraktreinigungsanlage im Labormaßstab

Die Extraktreinigungsanlage besteht aus einem temperierbaren Reaktionsbehälter (1). Der Extrakt wird im Reaktionsbehälter mittels eines drehzahlregulierten Rührers während des gesamten Extraktreinigungsprozesses durchgemischt. Zum Temperieren des Extraktes werden zwei temperierbare Umwälzthermostate (2 und 3) eingesetzt. Zum Carbonatisieren wurde Kohlendioxid (4) durch ein regelbares Ventil zum Gasverteiler geleitet. Der Gasverteiler besteht aus einer kreisförmigen, gelochten (0,1 cm) Kupferringleitung. Die Entnahme von Proben aus dem Reaktionsbehälter erfolgte mittels Pipette.

4.2.2. Bedingungen der standardisierten Extraktreinigung

4.2.2.1. Vorkalkung

Zur Vorkalkung wurde der Extrakt in den diskontinuierlichen Rührkesselreaktor eingesetzt und auf ca. 55 °C thermostatisiert. Die Kalkmilchzugabe zum Extrakt erfolgte progressiv (stufenweise) über eine Spritzeneinheit (Volumen 50 ml). Die Kalkmilch wurde durch Zugabe von Calciumoxid in destilliertes Wasser (220 g/l) hergestellt. Die Zugabe erfolgte über 20 Minuten und unter Kontrolle des pH-Wertes in bestimmten Zeitintervallen, die aus rheologischen Untersuchungen (*Ajdari Rad 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2002*) abgeleitet wurden. Danach wurde eine pH-Pause (Reaktionszeit von 5 min) eingehalten. Die Temperatur und der pH-Wert wurden während der Vorkalkung ständig erfasst und registriert.

4.2.2.2. Hauptkalkung

Die Hauptkalkung erfolgte durch Zugabe einer definierten Menge Kalkmilch bei 55 °C (kalte Hauptkalkung mit einem pH-Wert > 12). Daran schloss sich eine titrimetrische Bestimmung der Alkalität an. Die gemessene Alkalität wird mit der zugegebenen Kalkmilchmenge verglichen. Dadurch wurde die Kalkmilchmenge, die für die Hauptkalkungsalkalität (z. B. 1 g CaO/100 ml) notwendig ist, bestimmt. Im Anschluss wird der Extrakt auf 85 °C erhitzt und für 20 min bei dieser Temperatur (heiße Hauptkalkung) gehalten.

4.2.2.3. 1. Carbonatation

Die erste Carbonatation erfolgt bei 85 °C unter Zudosierung von CO₂. Während der Zudosierung wurde der pH-Wert wie oben beschrieben, überwacht. Die Carbonatation wurde bei einem pH-Wert von 11,2 und bei einer Verweilzeit von 15 min abgebrochen.

4.2.2.4. 2. Carbonatation

Die aus der ersten Carbonatation gewonnene Calciumcarbonatsuspension wurde mit einer Saugflasche und einem Büchner-Trichter abfiltriert. Als Filtermaterial wurde ein Rundfilter Fa. Schleicher & Schuell 589/1, Schwarzbandfilter, aschefrei (12 µm) benutzt. Die Lösung (das Filtrat der 1. Carbonatation) wurde in den gereinigten Reaktor zurückgegeben und weiter auf ca. 88 °C erhitzt. Im Anschluss erfolgt die erneute Zugabe von CO₂ bis sich ein pH-Wert des Saftes von 9,25 einstellt (innerhalb von 10 min). Danach wurde die Dosierung abgebrochen. Nach einer Nachreaktionszeit von 10 min wurde die aus der zweiten Carbonatation gewonnene Calciumcarbonatsuspension ebenfalls filtriert (Rundfilter Fa. Schleicher & Schuell 5893, Blauband, aschefrei; 2 µm).

Abbildung 4-2 zeigt die schematische Darstellung der Prozessbedingungen bei den Extraktreinigungsversuchen.

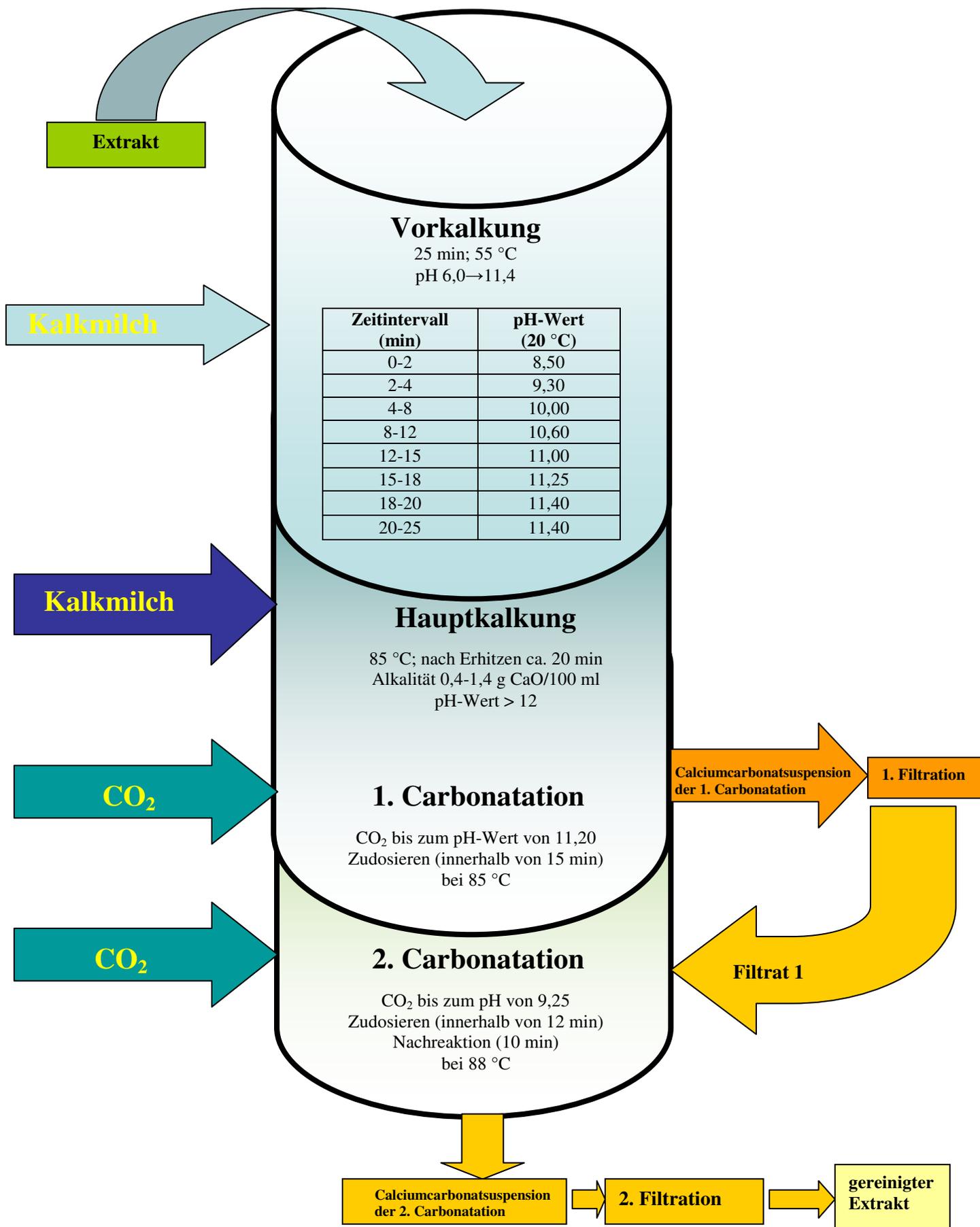


Abb. 4-2: Schematische Darstellung der Laborextraktreinigungsversuche

Im Gegensatz zur „klassischen Extraktreinigung“ wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit folgende Änderungen vorgenommen:

- Bei den vorliegenden Versuchen wurde mit Flockungshilfsmittel Praestol 2540 TR (siehe Anhang Tabelle 12-6), und Dextranase (Plus L; Firma SANKYO) gearbeitet.
- Dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren wird nach der Vorkalkung zusätzlich Flockungshilfsmittel von ca. 2 ppm zugegeben. Das Dekantat wird nach der Sedimentation (60 min) zurück in den Reaktor gegeben und die Extraktreinigung mit der Hauptkalkung fortgesetzt.
- Bei den Untersuchungen mit Dextranase wird diese dem Extrakt bei 55 °C zugegeben. Nach einer Verweilzeit von 20 Minuten wird die klassische Extraktreinigung durchgeführt.

4.2.3. Inline-Online-Erfassung der Extraktviskosität

Zurückgegriffen wird auf ein Rheometersystem, welches robust genug für die industrielle Anwendung ist. Der Einsatz des Rheometers (PHYSICA-RHEOSWING® RSD 1-1) wurde bereits für die Ermittlung der rheologischen Änderungen des Extraktes während der Extraktreinigungsprozessschritte untersucht (*Kraus 1998, Ajdari Rad 2002, Ajdari Rad und Senge 2002 und Ajdari Rad und Senge 2003*).

Das Online-Rheometer PHYSICA-RHEOSWING ermittelt die dynamische und kinematische Viskosität über die Messung der Dämpfung eines mechanischen Schwingers, der bei einer Eigenfrequenz angeregt wird und in der zu messenden Flüssigkeit positioniert ist. Die Sonde führt dabei Torsionsschwingungen im Nanometer-Bereich aus und erfasst die Grenzschicht der Probe. Ein Vergleich der Dämpfung durch die Flüssigkeit mit der ursprünglichen Dämpfung in der Luft ergibt eine elegante Möglichkeit, die Viskosität für unterschiedlichste Materialien schnell und exakt zu bestimmen. Der RHEOSWING-Messkopf besteht aus drei Baugruppen: Messkopfgehäuse, Messsonde und Anschluss- bzw. Einbausystem. Dieses Messsystem erlaubt durch die gleichzeitige Bestimmung der Temperatur und bei Kenntnis der Dichte des Messfluids eine Absolutbestimmung der dynamischen und kinematischen Viskosität über einen Messbereich von 0,3 – 100 mPa·s. Weiterhin ist das Online-Rheometer zum Einsatz bei extremen Messbedingungen, wie z. B. bei hohem hydrostatischen Druck und anderer Störgrößen, z. B. laufendes Rührwerk, geeignet. Darüber hinaus ist dieses Messsystem auch für Labormessungen (z. B. Bestimmung der Dextranaseaktivität sowie pH-Wert des optimalen Flockungspunktes in der Vorkalkung) geeignet. Die Aufzeichnung und Darstellung der Messergebnisse erfolgt als Funktion $\eta(\vartheta, t)$ -Verlauf. Tabelle 12-2 im Anhang gibt die technischen Daten des Messgerätes wieder.

4.3. Methodenentwicklung zur Bestimmung der Thermostabilität

Die Thermostabilität ist ein wichtiges Kriterium für die erforderliche Qualität des gereinigten Extraktes. Insbesondere bei Hauptkalkungsalkalitäten unter 0,8 g CaO/100 ml kann die Thermostabilität des gereinigten Extraktes nicht gesichert sein. Resultat kann eine pH-

Abnahme des gereinigten Extraktes während der Eindickung mit Saccharosehydrolyse und verstärkter Farbentwicklung sein. Die Ermittlung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes wurde bisher unter Normaldruck und mit Hilfe des Kochens eines gereinigten Extraktes (60 min bei einem pH-Wert von 9,00) mit Rückflusskühler, durchgeführt. Danach wurde die Farbentwicklung bzw. die pH-Änderung der Probe als Maß für die Thermostabilität des gereinigten Extraktes bewertet. Diese Methode entspricht nicht den industriellen Bedingungen wie Temperatur und Druck und Verweilzeit in der Verdampfstation. Deshalb wurde eine Versuchsanlage zur Ermittlung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes unter realen industriellen Bedingungen (Temperatur, Druck und Verweilzeit in der Verdampfstation) in der ZAFES entwickelt (Nowak 2005). Diese Laborversuchsanlage besteht aus einem Druckbehälter, einem erforderlichen Mess- und Regelungssystem sowie einem Thermostat und Magnetrührer. Abbildung 4-3 zeigt die schematische Darstellung der Versuchsanlage und seine Komponenten.

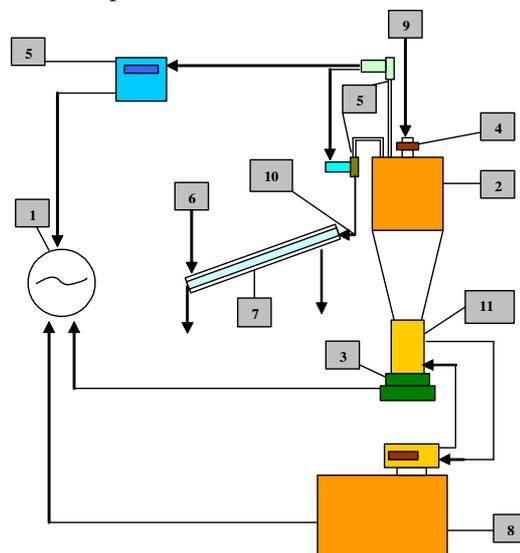


Abb. 4-3: Schematische Darstellung der Laborversuchsanlage zur Bestimmung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes (Eigenbau ZAFES)

Komponenten:

1. Elektronik
2. Druckbehälter (Edelstahl)
3. Magnet-Rührer
4. Deckel
5. Druckregler
6. Kondensat
7. Kühler
8. Ölthermostat
9. Thermometer
10. Dampfleitung
11. Doppelmantel (Heizkammer)

Abbildung 4-4 zeigt die Laborversuchsanlage zur Ermittlung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes.



Abb. 4-4: Laborversuchsanlage zur Bestimmung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes

Die Laborversuchsanlage besteht aus einem temperierbaren Druckbehälter. Der gereinigte Extrakt (700 ml) wird in den Druckbehälter gegeben. Nach der Einstellung des Druckes (Tabelle 4-2) wird der gereinigte Extrakt mit Hilfe eines Thermostaten auf die erforderliche Temperatur erhitzt. Die Durchmischung der Probe wird mittels eines Magnet-Rührers durchgeführt. Nach der Durchführung des Versuches werden die Farbe und der pH-Wert der Probe ermittelt. Die Farbzunahme der Probe wird als Maß für die Thermostabilität des gereinigten Extraktes betrachtet.

Tab. 4-2: Simulationsparameter für den Thermostabilitätstest (*Urbaniec 2000*)

		Stufen			
		I	II	III	IV
Simulationsparameter	Druck (bar)	2,38	1,94	1,52	1,11
	Temperatur (°C)	125,7	119,3	111,7	102,6
	Zeit (min)	6,8	9,1	6,4	19,2

Nach der Optimierung der Versuchsanlage wurden zahlreiche Untersuchungen (zehnfache Bestimmung) zur Ermittlung der Genauigkeit und Übereinstimmung der Messergebnisse durchgeführt. Die Untersuchungen mit der Saccharoselösung zeigten eine sehr gute Genauigkeit und Übereinstimmung der Messergebnisse (Farbe $\pm 2,18\%$ und pH-Wert von $\pm 0,05$).

4.4. Bestimmung der Extraktviskosität

Die Bestimmung der dynamischen Viskosität des Extraktes bei unterschiedlichen Temperaturen und Zusatzstoffen wie z. B. Dextran, Lävän und Pektin wurde mit Hilfe des Rheometers RHEOSWING® RSD 1-1 im Labor bestimmt. Die vorbereiteten Extrakte wurden zu einem temperierbaren Glasbehälter gegeben. Zum Temperieren der Probe wurde ein

temperierbarer Umwälzthermostat eingesetzt. Die Probe wurde ständig mit Hilfe eines Magnetrührers durchgemischt. Die Viskosität der Probe wurde nach Auflösung der Komponenten und nach Erreichen der erforderlichen Temperaturen mit Hilfe des Torsionsschwinges RHEOSWING® RSD 1-1 (30 Messwerte pro Minute) gemessen. Abbildung 4-5 zeigt die Versuchsanlage zur Ermittlung der Viskosität mit dem Torsionsschwinger RHEOSWING® RSD 1-1 im Labor.



Abb. 4-5: Versuchsanlage zur Ermittlung der Extraktviskosität mit dem Meßsystem RHEOSWING® RSD 1-1 im Labor

4.5. Bestimmung des Absetzverhaltens von vorgekalktem Extrakt

Die Untersuchungen zur Feststellung des Absetzverhaltens des vorgekalkten Extraktes beim Zusatz unterschiedlicher Flockungshilfsmittel, Alkalitäten und Temperaturen wurden mit Hilfe einer temperierbaren Laborversuchsanlage von Fa. Dorr-Oliver durchgeführt. Abbildung 4-6 zeigt die Laborversuchsanlage mit eingebautem Krählwerk von Fa. Dorr-Oliver.



Abb. 4-6: Temperierbare Laborversuchsanlage mit eingebautem Krählwerk zur Ermittlung des Absetzverhaltens (Fa. Dorr-Oliver)

4.6. Analytik

Aus der Tabelle 4-3 können die verwendeten Messparameter und -prinzipien zur analytischen Untersuchung des Extraktes, der Zwischenprodukte und des gereinigten Extraktes entnommen werden.

Tab. 4-3: Übersicht über die eingesetzte Analytik

Analysenkriterium	Einheit	Messmethode	Geräte
Trockensubstanz	%	Refraktometrie (nach <i>Reinefeld und Schneider, 1983</i>)	Automatisches ATR-SW-Refraktometer (0-95 %TS) Fa. Schmidt & Haensch GmbH & Co
Saccharosegehalt	%	Polarimetrie (nach <i>Reinefeld und Schneider, 1983</i>)	Analysenwaage: Fa. Sartorius, 1702, Sucromat Dr. Wolfgang Kernchen Optik Elektronik Automation
Alkalität, Acidität und Gesamtkalkgehalt	g CaO/100 ml	Titrimetrie (nach <i>Reinefeld und Schneider, 1983</i>)	
pH-Wert		Elektrometrie	Labor-pH-Meter 765 Calimatic, Fa. Knick GmbH & Co, Labor-pH-Meter 824, Fa. Schott-Geräte GmbH
Filtrationskoeffizient	s/cm ²	Zeitmessung	Eigenbau mit Messprinzip nach Brieghel-Müller (1940) Druckregelung mit Vakuum/Distillation Controller B-168, Fa. Büchi Laboratoriums-Technik AG
Temperatur	°C	Thermoelektrometrie	
Glucose Fructose	g/100 g S	Enzymatik	Testkombination: Fa. Boehringer Mannheim GmbH Photospectrometer (Hitachi U-2001), Fa. Unicam Analytical Systems
Milchsäurebestimmung	mg/l	Enzymatik	Testkombination: Fa. Boehringer Mannheim GmbH Photospectrometer (Hitachi U-2001), Fa. Unicam Analytical Systems
Kalksalzgehalt	g CaO/100 g TS	Komplexometrie (nach <i>Reinefeld und Schneider, 1983</i>)	
Lösungsfarbe	ICUMSA-Einheit (IE)	Photometrie bei pH=7,0, $\lambda=420$ nm (nach <i>Reinefeld und Schneider, 1983</i>)	Photospectrometer (Hitachi U-2001), Fa. Unicam Analytical Systems
Trübung		Photometrie (Extinktion bei 530 nm)	Photospectrometer (Hitachi U-2001), Fa. Unicam Analytical Systems
Amidstickstoff	mg/kg TS	Ionenaustauschchromatographie	
Partikelgrößenbestimmung	Volumen %	Laserbeugung	Malverngerät
Dextrangehalt	g/l, mg/100 g TS	Enzymatik nach der ZAFES-Methode B11	HPAEC (High Performance Anion Exchange Chromatography)
Lävangehalt	g/l, mg/100 g TS	Alkoholische Fällung nach der ZAFES-Methode B11	HPAEC (High Performance Anion Exchange Chromatography)
Pektingehalt	g/l, mg/100 g TS	Alkoholische Fällung nach der ZAFES-Methode B11	HPAEC (High Performance Anion Exchange Chromatography)

4.7. Fehlerbetrachtung

Die auftretenden Fehler in den analytischen Untersuchungen sind von der Genauigkeitsklasse des eingesetzten Messgerätes abhängig. *Strohrmann (2000)* definiert die Messfehler als Unterschied zwischen dem vom Gerät angezeigten oder ausgegebenen Wert und dem richtigen Wert.

4.7.1. Fehlerabschätzung bei der Laborextraktreinigung

Bei den Laborextraktreinigungsversuchen zur Betrachtung der Amidverseifung und Extraktvoralkalisierung können unterschiedliche Fehler auftreten, die auf Schwankungen bei der standardisierten Durchführung der Laborextraktreinigung zurückzuführen sind. Sie traten vor allem bei der genauen Einhaltung der Parameter Temperatur, Zeit und pH-Wert auf.

Fehlerquantifizierung:

Temperaturmessung: Die Temperatur wurde mittels eines Thermometers (Pt 100) gemessen. Der auftretende Fehler ist von der Thermometergenauigkeit abhängig. Es wurde eine Temperaturschwankung von lediglich $\pm 0,1^\circ \text{C}$ festgestellt.

Verweilzeiteinstellung: Beim Temperieren der Extrakte, beim Übergang von der kalten Hauptkalkung zur heißen Hauptkalkung und beim Temperieren des Filtrates der 1. Carbonatation vor der 2. Carbonatation ergaben sich unterschiedliche Verweilzeiten. Die Schwankungsbreite betrug hierbei jeweils maximal 1 Minute. Tabelle 4-4 zeigt die auftretenden absoluten und relativen Fehler für die Zeiteinstellung bei den Extraktreinigungsversuchen.

Tab. 4-4: Verweilzeitabweichungen bei der Laborextraktreinigung

Verfahrensstufe	Zeit in min		Fehler	
	Sollwert	Istwert	Absolut (Δt)	Relativ $\Delta t/t$ (%)
Vorkalkung	20	20 ± 1	± 1	5,0
Hauptkalkung	20	20 ± 1	± 1	5,0
1. Carbonatation	15	15 ± 1	± 1	6,7
2. Carbonatation	12	12 ± 1	± 1	8,4

pH-Wert: Die End-Punkte von Prozessabschnitten der Laborextraktreinigung werden durch pH-Wert-Messung festgestellt. Diese sind die pH-Wert-Endpunkte der Vorkalkung, der 1. Carbonatation und der 2. Carbonatation. Die Ermittlung der genannten pH-Punkte (bei Prozesstemperatur) erfolgt anhand eigener pH-Wert-Korrekturkurven (bezogen auf 20°C). Die auftretenden Fehler sind deshalb systematischen Ursprunges und von den verwendeten

selbst ermittelten pH-Wert-Korrekturkurven abhängig. Bei der Bestimmung des optimalen Flockungspunktes müssen deshalb die Proben vor der Ermittlung des pH-Wertes auf 20 °C temperiert werden.

Prinzipiell wurden alle Laborextraktreinigungsversuche zur Ermittlung der Amidverseifung, Extraktvoralkalisierung und die Effektivität der unterschiedlichen Extraktreinigungsverfahren bei der Verarbeitung von Extrakten aus dem frostgeschädigten Rübenmaterial als Doppelbestimmung durchgeführt. Die aufgetretenen systematischen und zufälligen Fehler bei der Einhaltung der Temperatur, des pH-Wertes und der Verweilzeit während der Extraktreinigung lagen unter 5 %.

Die Versuche zur Amidverseifung im Extraktreinigungsbereich des Werkes B wurden drei Jahre jeweils am Anfang, in der Mitte und am Ende der Kampagne als Dreifachbestimmung durchgeführt. Ebenfalls wurden die Sedimentationsversuche mit unterschiedlichen Flockungshilfsmitteln, Temperaturen und Alkalitäten als Dreifachbestimmung durchgeführt.

4.7.2. Fehlerabschätzung bei der Farbmessung des gereinigten Extraktes

Bei der Farbmessung wurde mit 3 Geräten gearbeitet:

Der Trockensubstanzgehalt des gereinigten Extraktes wurde mit dem Refraktometer der Fa. Schmidt & Haensch (ATR-SW) gemessen. Hier ist eine Herstellergenauigkeit von $\pm 0,02 \%$ angegeben. Anhand dieses Wertes wird in der Domk'schen Tabelle die Dichte abgelesen. Zur Veranschaulichung der Fehlerquelle wird folgendes Beispiel herangezogen: Bei einer angenommenen Trockensubstanz des gereinigten Extraktes von 18,0 % würde ein Wert von $18,0 \pm 0,02 \%$ abgelesen, dieser entspricht einer Dichte von $1,0741 \pm 0,0001 \text{ g/ml}$, womit der Fehlereinfluss berechnet werden kann (Annahme einer Extinktion von 0,2500 bei 420 nm):

$$\Delta_{\text{Farbe}} = \frac{0,2500 \cdot 100 \cdot 1000}{18,00 \cdot 1,0741} - \frac{0,2500 \cdot 100 \cdot 1000}{18,04 \cdot 1,0742} = 1,6 \text{ IE}$$

Zu dem gleichen Ergebnis würde man gelangen, wenn der negative Wert eingesetzt wird.

Bei der pH-Einstellung wurde die filtrierte Lösung (Membranfilter 0,45 μm) bis zu einem pH-Wert von 7,0 mit Hilfe von verdünnter Salzsäure titriert. Daher wird eine Abweichung bei der pH-Messung von ca. $\pm 0,05$ toleriert. Abbildung 4-7 zeigt die Farbe des gereinigten Extraktes in Abhängigkeit von pH-Wert.

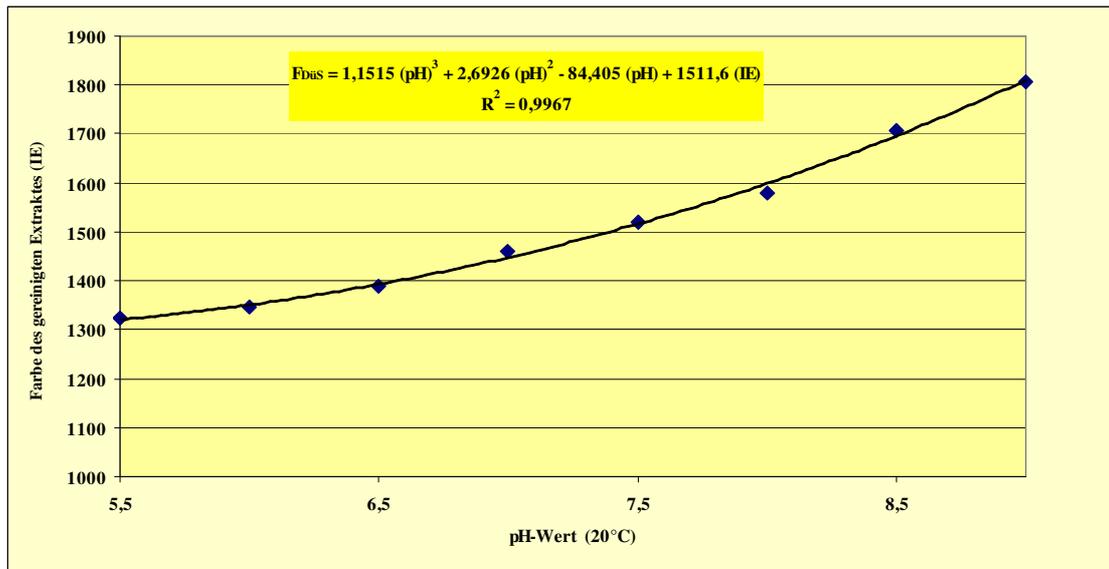


Abb. 4-7: Abhängigkeit der Farbe des gereinigten Extraktes vom pH-Wert

Die Abweichung bei der Farbmessung wird anhand der Formel der Trendlinie als zugeschnittene Zahlenwertgleichung aus Abbildung 4-7 berechnet.

Die Farbe1 wird ausgehend von einem pH-Wert von 7,0 berechnet. Die Farbe2 wird ausgehend von einem pH-Wert von 7,05 berechnet.

$$\text{Farbe1} = 1,1515 \cdot 7,0^3 + 2,6926 \cdot 7,0^2 - 84,405 \cdot 7,0 + 1511,6 = 1448 \text{ IE}$$

$$\text{Farbe2} = 1,1515 \cdot 7,05^3 + 2,6926 \cdot 7,05^2 - 84,405 \cdot 7,05 + 1511,6 = 1454 \text{ IE}$$

$$\Delta\text{Farbe} = \text{Farbe2} - \text{Farbe1} = 1454 - 1448 = 6 \text{ IE}$$

Die Abweichung beträgt hier ± 6 IE.

Die Extinktion wird mit dem Spectrophotometer (Hitachi U-2001) gemessen. Hier kann sich die Extinktion durch kleine Luftbläschen oder in der Küvette befindliche Schmutzteilchen in Addition mit der Messtoleranz des Gerätes erhöhen. Hier wird eine Abweichung von 0,0025 (1 % von 0,2500) bei der Extinktionsmessung veranschlagt.

$$\Delta\text{Farbe} = \frac{0,2500 \cdot 100 \cdot 1000}{18,00 \cdot 1,0741} - \frac{0,2525 \cdot 100 \cdot 1000}{18,00 \cdot 1,0741} = 13 \text{ IE}$$

Die Summe dieser Abweichungen ergibt einen maximalen Fehler ΔFarbe von ca. ± 21 IE.

Bei dieser Berechnung wurden nur die systematischen Abweichungen und keine zufälligen Abweichungen berücksichtigt.

5. Kontinuierliche Erfassung der Extraktviskosität

Die Optimierung des Extraktreinigungsprozesses erfordert den Einsatz moderner analytischer Methoden und Messeinrichtungen. Die Online-Viskosimetrie des Extraktes ist eine Möglichkeit, die Verarbeitung von alteriertem sowie frostgeschädigtem Rübenmaterial mit höherem Anteil an Hydrokolloiden wie Dextran, Lävan und Pektin als hochmolekulare Substanzen zu erkennen und an die notwendige veränderte Technologieführung anzupassen.

Die Entwicklung der kontinuierlichen Ermittlung der Extraktviskosität (Inline-Online-Extraktviskosimetrie) wurde in den Kampagnen 2002 bis 2005 in der Zentralabteilung Forschung, Entwicklung und Services (ZAFES) sowie in den Werken A und B der Südzucker AG durchgeführt.

Die feuchten Sommermonate im Jahr 2002 begünstigten in Verbindung mit Rübenschädigungen wie z. B. durch die *Rhizoctonia Solani* den Befall der Rüben mit polyfructan-bildenden Mikroorganismen (Kraus 2003). Abbildung 5-1 zeigt geschädigte Rüben vom Hof des Werks A in der Kampagne 2002.



Abb. 5-1: Rübenhof im Werk A (Kampagne 2002)

Abbildung 5-2 zeigt die geschädigten Rüben mit schleimigen Substanzen (Werk A in der Kampagne 2002)

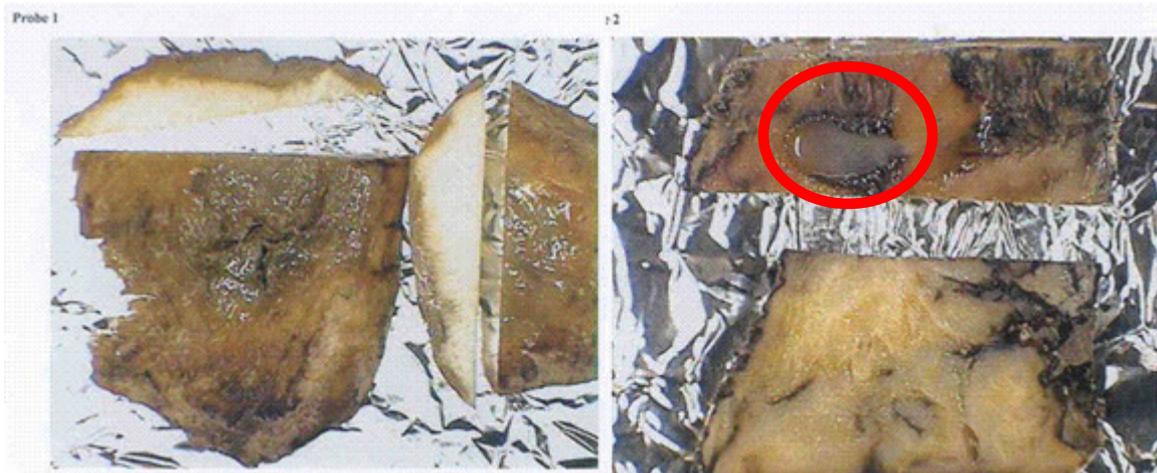


Abb. 5-2: Geschädigtes Rübenmaterial mit schleimigen Substanzen (Kampagne 2002)

Bei der Verarbeitung dieser Rüben traten erhebliche Schwierigkeiten auf, insbesondere Filtrationsprobleme nach der 1. und 2. Carbonatation. Auf Grund dessen musste die Verarbeitungsleistung angepasst werden. Abbildung 5-3 zeigt eine Infrarotaufnahme (rechts) von gesunden bzw. geschädigten Rüben.

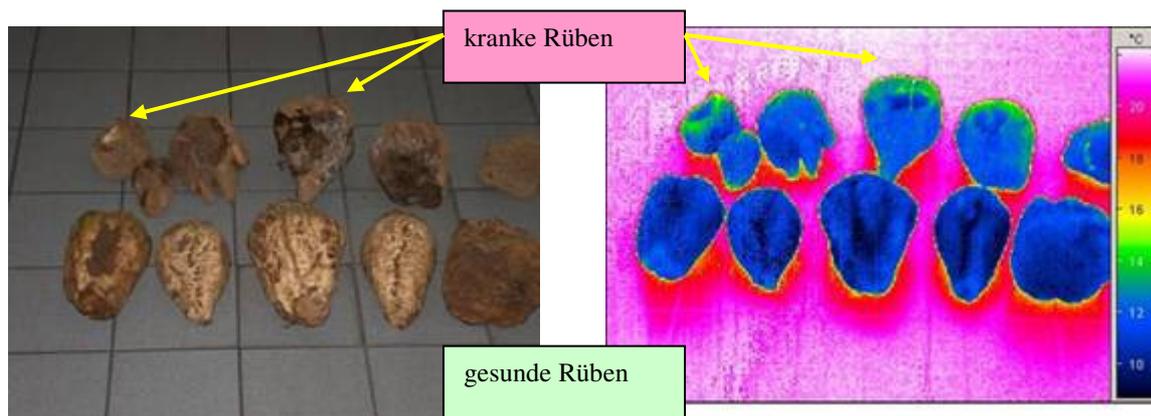


Abb. 5-3: Infrarotaufnahme (rechts) von gesunden bzw. kranken Rüben

Signifikant unterschieden sich die geschädigten Rüben durch intensive mikrobiologische Aktivitäten thermisch von den nicht geschädigten Rüben durch vorliegende Temperaturgradienten mit Maxima am Kopf (nähe Köpfschnitt).

Die Untersuchungen des Extraktes ergaben Lävangehalte von 110 mg/kg für Standardrüben des Werkes und bis 640 mg/kg für geschädigtes Rübenmaterial.

Der Anstieg des FK-Wertes der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation (normalerweise 0,8 - 1,2 s/cm²) bis ca. 3 - 3,5 s/cm² führte (unter vorhandenen Bedingungen im Werk A) zum Anstieg des Filterdruckes nach der 1. Carbonatation (Abbildung 5-4) und zu enormen Filtrationsproblemen.

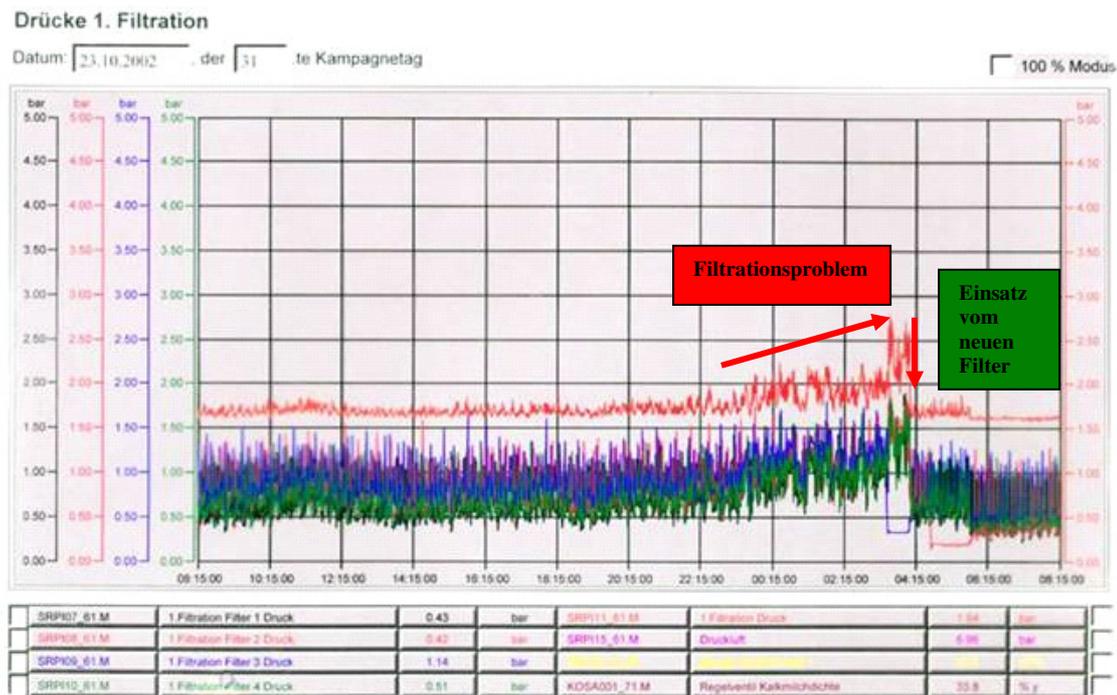


Abb. 5-4: Drücke der 1. Filtration im Werk A

Erst nach der Reduzierung der Extraktions- und Hauptkalkungstemperaturen sowie einer erhöhten Kalkmilchzugabe (Hauptkalkungsalkalität von 1,2 g CaO/100 ml) und einer verringerten Schlammsaftkonzentrat-Rücknahme zur Vorkalkung (Gesamt-CaO von 0,8 g CaO/100 ml) konnte eine akzeptable Filtrierbarkeit erreicht werden (Kraus 2003). Das Verarbeitungsproblem des geschädigten Rübenmaterials mit dem Anstieg vom Läv- und Dextrangehalt im Extrakt sowie die aktuellen Bestrebungen zur Reduzierung des Kalkverbrauches waren der Anlass, um eine schnelle Detektionsmethode zur Erfassung der Änderungen an hochmolekularen Bestandteilen des Extraktes zu entwickeln.

5.1. Methodenentwicklung zum Einsatz eines Inline-Viskosimeters

Folgende Untersuchungsschritte wurden zur Applikation des Messsystems RSD 1-1 für den betrieblichen Einsatz in den Kampagnen 2002 bis 2005 durchgeführt:

- Einsatz zur kontinuierlichen Erfassung der Extraktviskosität für Vorversuche im Labormaßstab in der Zentralabteilung Forschung, Entwicklung und Services (ZAFES) der Südzucker AG in der Kampagne 2002.
- Erstmöglicher Inline-Online-Einsatz zur kontinuierlichen Erfassung der Extraktviskosität im technischen Maßstab in der Zuckerindustrie in der Kampagne 2003 in den Werken A und B der Südzucker AG (Hajinezhad, 2004)
- Untersuchungen zur Zusammensetzung der Messsystemapplikation unter Berücksichtigung der Extrakteigenschaften, Strömungsbedingungen und Nutzung des Messsignals für das LIMOS-Verfahren im Werk B in der Kampagne 2004 und 2005

5.2. Vorversuche in der Kampagne 2002

Es musste auf ein Messsystem zurückgegriffen werden, welches für die raue industrielle Praxis geeignet ist. Ausgewählt wurde das Online-Viskosimeters PHYSICA-RHEOSWING® RSD 1-1 (siehe Kapitel 4.2.3).

In der Kampagne 2002 wurden erste Untersuchungen zur Prüfung des Einsatzes dieser Messmethode zur Bestimmung der Extraktviskosität durchgeführt. Abbildung 5-5 zeigt die Versuchsanlage zur Erfassung der Extraktviskosität.

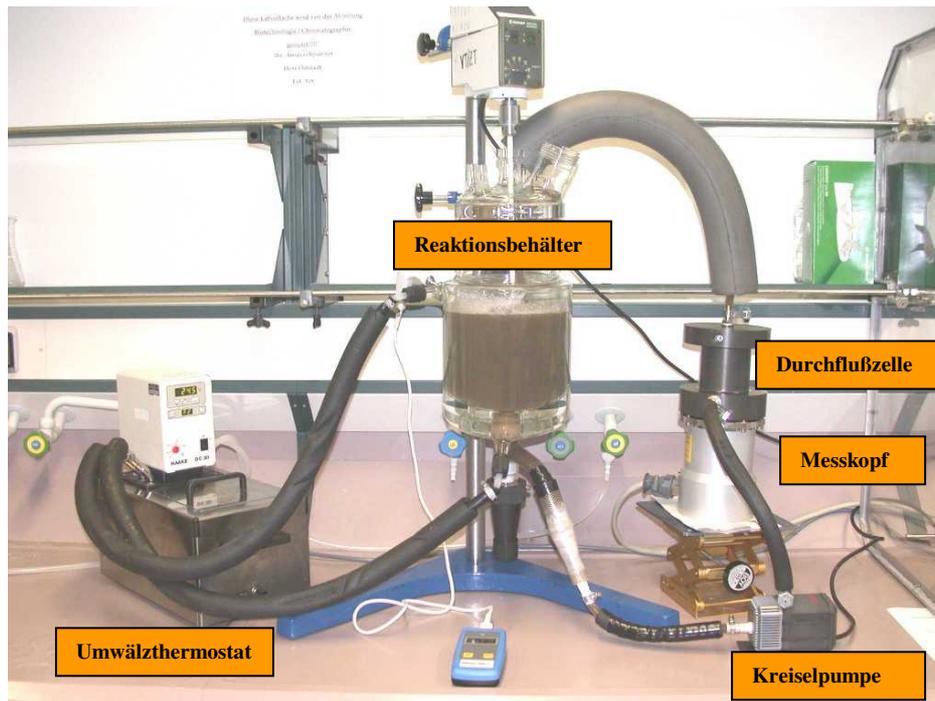


Abb. 5-5: Versuchsanlage zur Erfassung der dynamischen Viskosität mit Hilfe des Online-Viskosimeters RHEOSWING® RSD 1-1

Die Versuchsanlage besteht aus einem temperierbaren Reaktionsbehälter, in dem Extrakt mittels eines drehzahlregulierten Rührers während des gesamten Versuches durchmischt wurde. Die Temperierung des Extraktes erfolgte über eine Thermostatisiereinrichtung. Während der Versuche wurde ein ständiger Extraktvolumenstrom mittels einer Kreiselpumpe (Fa. EHEIM 2400 min^{-1} , Volumenstrom von 10 l/min und Förderhöhe von $1,5 \text{ m}$) entnommen und über eine Durchflusszelle in den Reaktionsbehälter zurückgeführt. Mit Hilfe des in der Durchflusszelle eingebauten Rheoswing RSD 1-1 wurde alle 10 Sekunden die Viskosität der durchfließenden Flüssigkeit gemessen und registriert. Abbildung 5-6 zeigt ein Beispiel der kontinuierlichen Viskositätsbestimmung bei unterschiedlichen Trockensubstanzgehalten von ca. 15 - 17 % über 2,5 h.

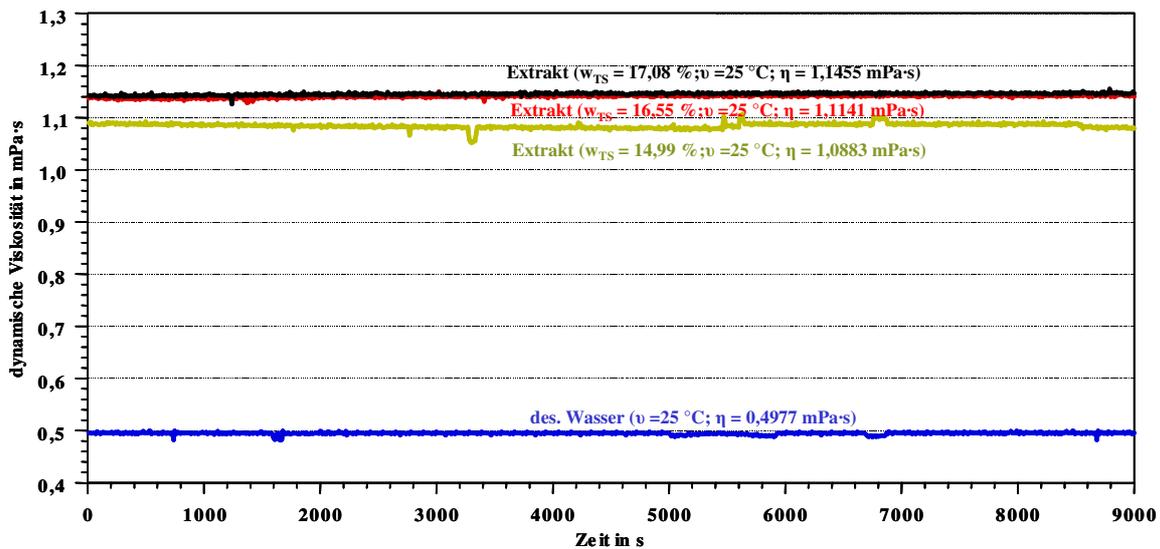


Abb. 5-6: Kontinuierliche Viskositätsbestimmung bei unterschiedlichen Trockensubstanzgehalten mit Hilfe eines Online-Viskosimeters (RHEOSWING® RSD 1-1)

Erste Testläufe mit Extrakt aus einer technischen Anlage zeigten eine sehr gute Reproduzierbarkeit und Messgenauigkeit der Methode (Messabweichungen < 1 %). In einem weiteren Versuch wurden die Viskositätsänderungen eines Extraktes (w_{TS} 17 %) vor und nach dem Dextran- (3 g/l) sowie Dextranasezusatz (20 ppm) untersucht (Abbildung 5-7).

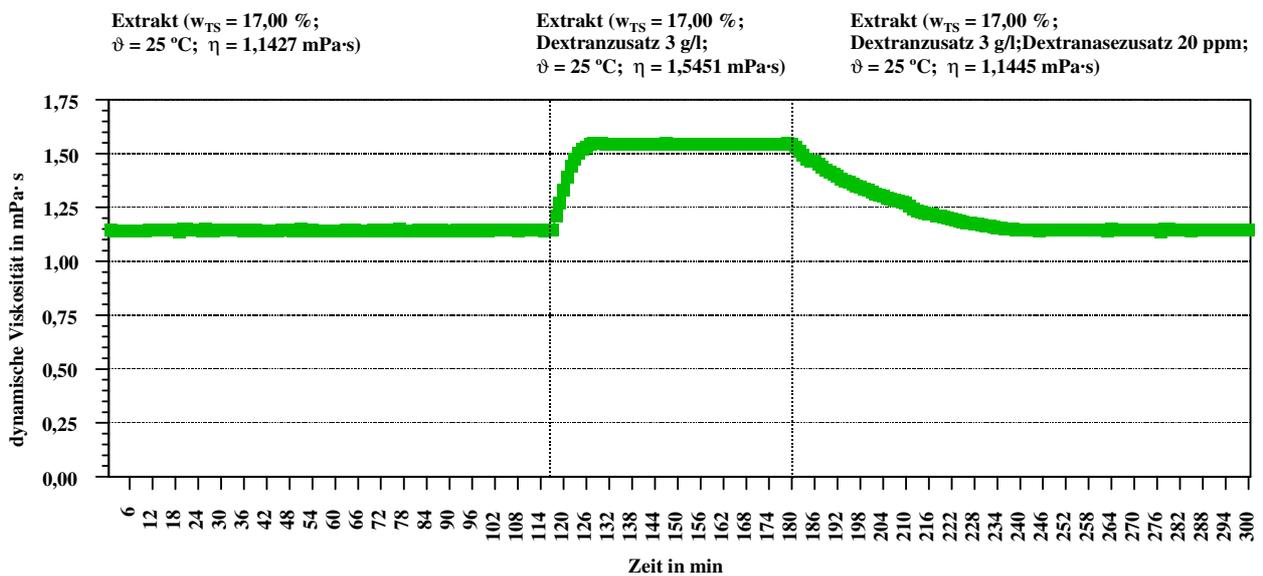


Abb. 5-7: Extraktviskosität vor und nach Dextran- sowie Dextranasezusatz

Aus den Untersuchungsergebnissen ergeben sich folgende Schlussfolgerungen:

1. Mit Hilfe des Online-Rheometers (RHEOSWING® RSD 1-1) kann die Extraktviskosität kontinuierlich erfasst werden.
2. Das Messsystem liefert reproduzierbare Viskositätswerte mit akzeptablen Abweichungen (< 1 %).
3. Das Online-Rheometer (RHEOSWING® RSD 1-1) bietet sich als inline Messverfahren zur Überwachung an, und ermöglicht die Erfassung von Viskositätsänderungen als Folge der Konzentrationsänderung von hochmolekularen Inhaltstoffen des Extraktes sowie

Strukturänderungen bei der Durchführung unterschiedlicher Prozessschritte der Zuckergewinnung, wenn benötigt, im Sekundentakt (z. B. Extraktreinigung *Kraus 1998*, *Ajdari Rad 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2002*).

4. Das Online-Rheometer RHEOSWING[®] RSD 1-1 ist für die Optimierung des Dextranasezusatzes bei der Verarbeitung von alteriertem bzw. frostgeschädigtem Rübenmaterial geeignet (*Ajdari Rad 2002*).
5. Zur Erprobung der Einsatzmöglichkeit des Online-Rheometers (RHEOSWING[®] RSD 1-1) im technischen Maßstab müssen weitere Untersuchungen unter praxisrelevanten Bedingungen durchgeführt werden.

5.3. Untersuchungen in der Kampagne 2003

Während der Kampagne 2003 wurden weitere Untersuchungen zur Inline-Online-Erfassung der kontinuierlichen Extraktviskosität im technischen Maßstab in zwei Werken der Südzucker AG mit dem Ziel durchgeführt, das Auftreten von viskositätserhöhenden Polysacchariden (wie Dextran und Lävan) im Extrakt inline zu erfassen.

5.3.1. Untersuchungen im Werk A

Im Werk A wurde erstmalig die Inline-Online-Erfassung der kontinuierlichen Extraktviskosität im technischen Maßstab in der Zuckerindustrie eingesetzt.

Die Einbindung der Versuchsanlage erfolgte über die Extraktzuleitung für die Laborprobenahme in 1-Zoll-Ausführung. Abbildung 5-8 zeigt den Aufbau der Versuchsanlage zur Erfassung der dynamischen Extraktviskosität (der Messkopf mit Sensor wurde ausgebaut) im Werk A in der Kampagne 2003.

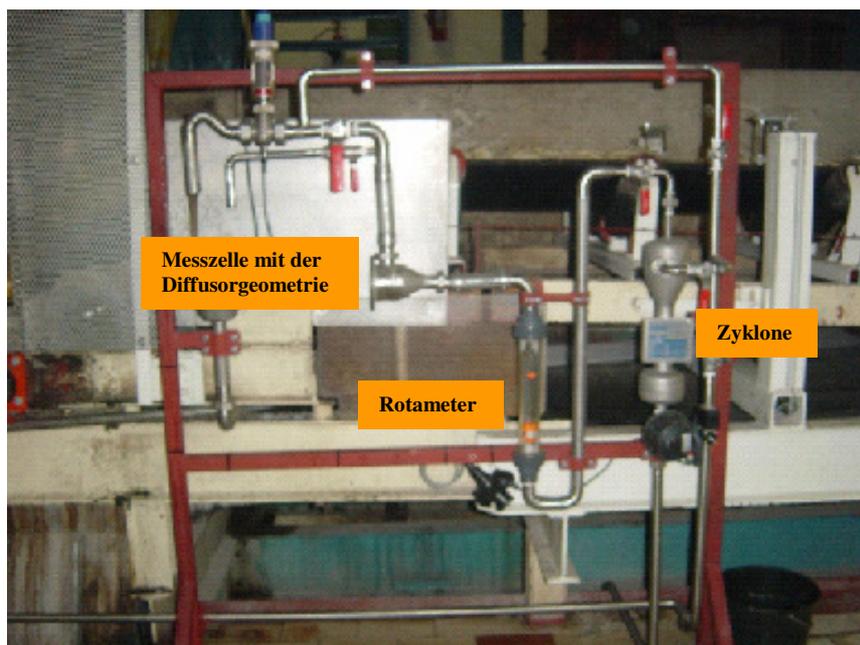


Abb. 5-8: Aufbau der Versuchsanlage zur kontinuierlichen Bestimmung der Extraktviskosität im Werk A in der Kampagne 2003

Die Untersuchungen begannen mit einem Volumenstrom zum Messsystem (RHEOSWING® RSD 1-1) von 1500 l/h. Am 3. Versuchstag wurden erste Ablagerungen auf dem Sensor beobachtet und damit unzureichende Strömungsbedingungen für einen gewünschten Selbstreinigungseffekt. Aus diesem Grund wurde der Volumenstrom auf 2000 l/h und anschließend bis 2500 l/h erhöht. Dadurch wurde eine geringere Ablagerung festgestellt.

Für die Entpölung und Entsandung wurde ein Zyklon (Zyklusdauer von 15 min) vor dem Messsystem eingebaut. Die eingebaute Abscheidevorrichtung (Zyklone) mit einem Fassungsvermögen des Abscheiders von ca. 2 l war nicht in der Lage, den abgetrennten Feststoffanfall von ca. 600 l Extrakt (Extraktmenge in 15 min für einen Volumenstrom von ca. 2500 l/h) aufzunehmen. Deshalb enthält der gereinigte Extrakt nach ersten Versuchsminuten jedes Zyklus etwa die gleiche Beladung wie der Extrakt.

Die großen Schwankungen der Viskositätswerte des Extraktes können auf das Vorhandensein der groben Verunreinigungen (Grobpölp- und Grobsandgehalt) zurückgeführt werden, die nicht aus dem Sensorbereich ausgetragen werden konnten.

Unter den im Werk A gegebenen Bedingungen wurde festgestellt, dass eine erhöhte Strömungsgeschwindigkeit benötigt wird (von > 2 m/s), um die Belagbildung (elektrostatische Interaktionen zu Eiweißablagerungen, die bei geringerer Strömungsgeschwindigkeit erheblich ist) auf dem Sensor zu minimieren und die Standzeit des Messsystems zu erhöhen. Abbildung 5-9 zeigt die ermittelten dynamischen Viskositäten des Extraktes im Werk A.

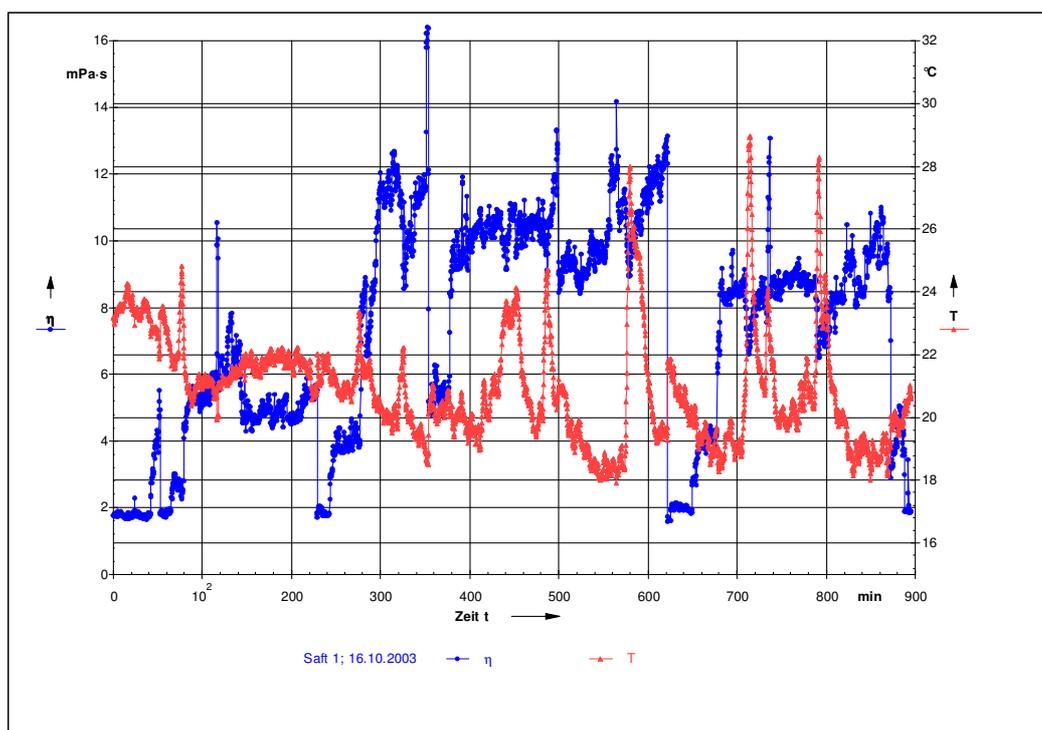


Abb. 5-9: Kontinuierliche Viskositätsmessung des Extraktes im Werk A (Kampagne 2003)

5.3.2. Untersuchungen im Werk B

Die Untersuchungsergebnisse im Werk A zeigten, dass neben kontinuierlicher Belagbildung vorrangig der Kontakt von größeren Feststoffteilchen, wie Pülpe, mit Sensor- infolge Nichtaustrags aus der Durchflusszelle- eine Drift der Kennlinie und damit Messwertverfälschungen verursachen. Diese Erkenntnis wurde bei der Installation im Werk B berücksichtigt und folgende Veränderungen vorgenommen:

- Einstellung einer höheren Strömungsgeschwindigkeit (von ca. 2,5 m/s) bzw. höhere Impulskräfte längs des Sensors durch eine Hüllrohrenbindung des Sensorstabs
- Nutzung des Extraktes als Selbstreinigungsmedium für den Sensor durch Einbau eines Regelventils (mit auf/zu-Charakteristik)
- Einbau eines Manometers in den Zulauf zur Anlage statt Rotameters (Vordruck von der Extraktpumpe von ca. 6 bar erheblich höher als mit ca. 3,5 bar im Werk A).

Abbildung 5-10 zeigt den Aufbau der Versuchsanlage zur Erfassung der dynamischen Extraktviskosität im Werk B in der Kampagne 2003.

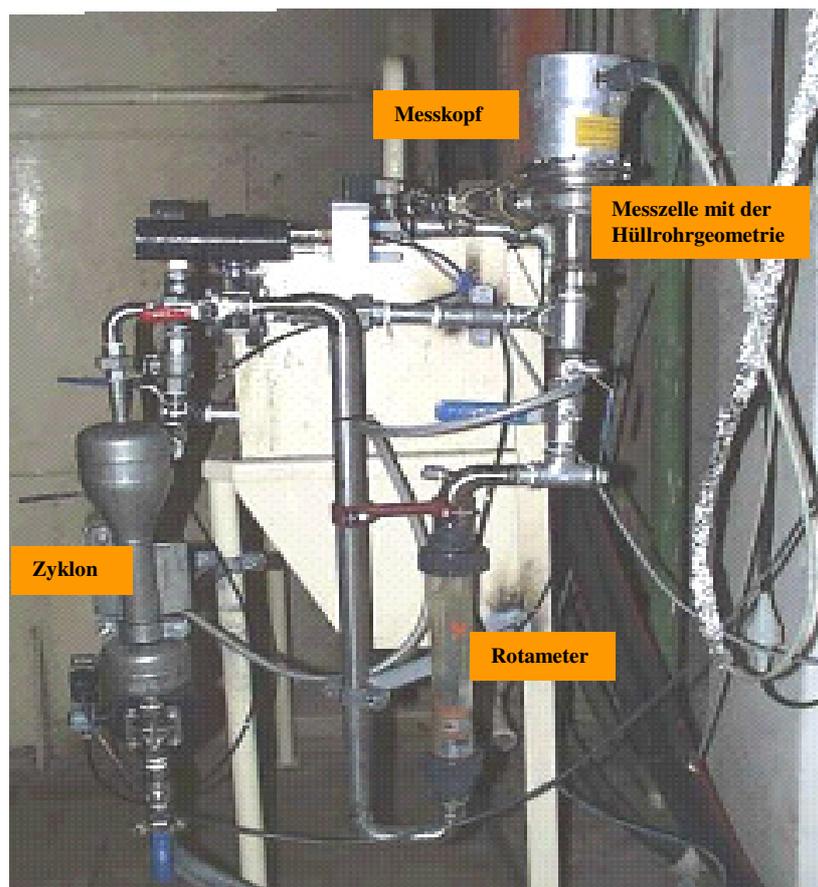


Abb. 5-10: Aufbau der Versuchsanlage zur kontinuierlichen Bestimmung der Extraktviskosität im Werk B in der Kampagne 2003

Versuchsstrategie im Werk B war es, auf eine Entpülung generell zu verzichten und mit Hilfe höherer Strömgeschwindigkeiten und damit höherer Impulskräfte (d. h. ein höheres

Freispülverhalten) längs des Sensors die Standzeit zu sichern. Außerdem wurde ein Regelventil (mit auf/zu-Charakteristik) mit variabler Zeitsteuerung bezüglich Taktzyklus und „Zu-Dauer“ in der Zulaufleitung des Extraktes eingebaut, um die Impulskräfte zur Erzeugung eines temporären Selbstreinigungseffektes zu erhöhen.

Zu Beginn der Untersuchungen betrug die Standzeit 1 min und die Zu-Dauer bzw. die Totzeit 15 s. Aufgrund der 15sekundigen Schließung der Regelklappe traten bei laufendem Sensor Abscheideeffekte des Extraktes aus dem nun stehenden Extrakt auf die Sensoroberfläche auf, was sich in einer Viskositätserrhöhung bemerkbar machte. Erst nach einigen Sekunden Standardbetrieb mit Extrakt durchströmung war der Sensor wieder frei und ohne Beläge und konnte brauchbare Messwerte liefern. Später wurde die Standzeit auf 95 s und die Zu-Dauer 1 s umgestellt, um die Anzahl der für eine Auswertung zur Verfügung stehenden Originalmessdaten in den Gesamtmessdaten zu erhöhen. Abbildung 5-11 zeigt exemplarisch die Viskositätsmessungen im Zeitraum 1h als Ausschnitt aus einer Tagesmessung.

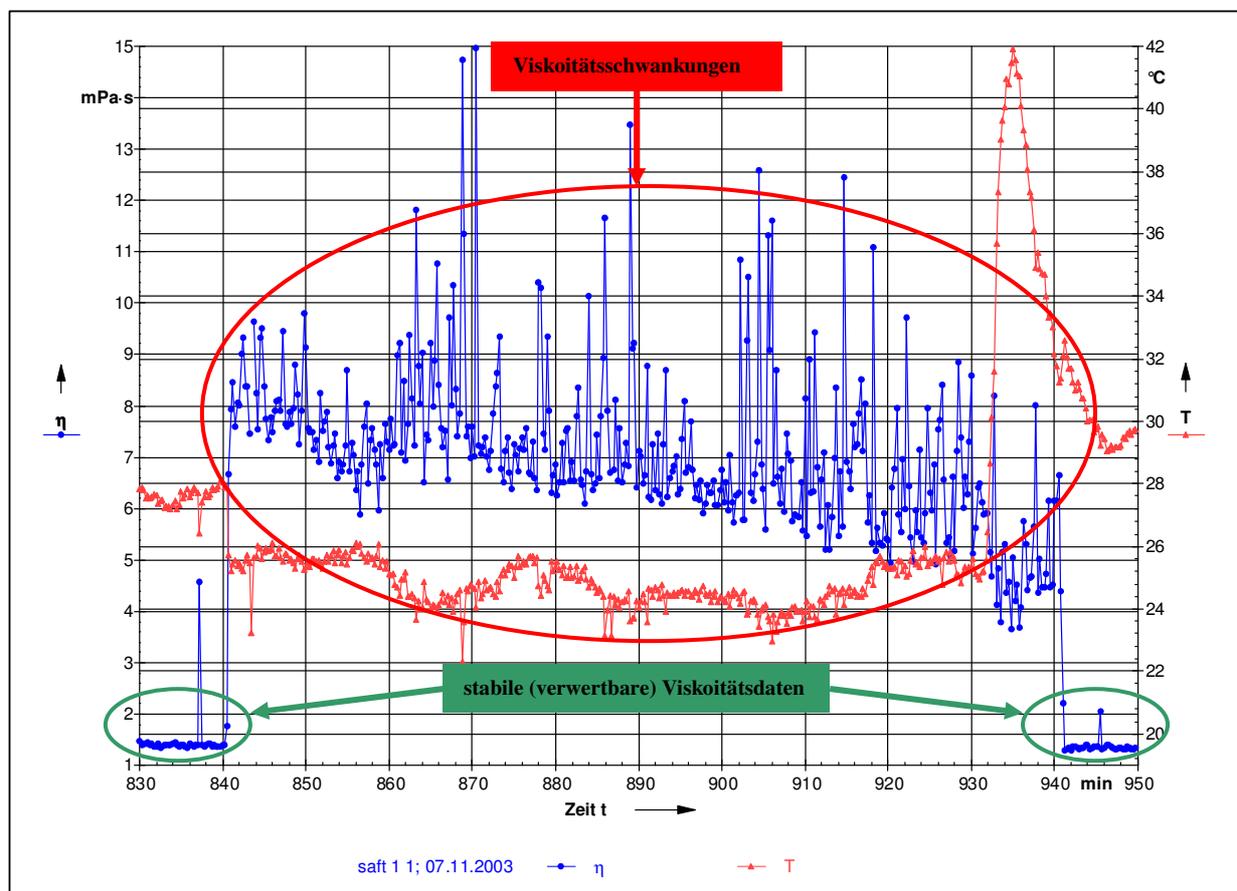


Abb. 5-11: Einfluss von Grobpülpe und Sand auf die Messung der Extraktviskosität (Kampagne 2003)

Wie aus der Abbildung 5-11 zu erkennen ist, konnte ein stabiles Messsignal nur kurzzeitig erfasst werden. Nach Umstellung der Taktzeit konnte die Pülpe stabil aus der Messzelle durch die wirkenden Impulskräfte ausgetragen werden, um eine sichere Aufnahme von Messdaten zu

ermöglichen. Tabelle 5-1 vergleicht die berechneten Strömungsgeschwindigkeiten länges des Sensors (DN 25; Querschnitt des Sensors von 10 mm) bei unterschiedlichen Volumenströmen des Extraktes in der Kampagne 2003.

Tab. 5-1: Vergleich der Strömungsgeschwindigkeiten länges des Sensors (Kampagne 2003)

\dot{V}	\dot{V}	A^*	v_{Eintritt}	v_{Austritt}
m ³ /h	m ³ /s	m ²	m/s	m/s
1,5	0,00042	0,00041	1,01	0,083
2,0	0,00055	0,00041	1,34	0,109
2,5	0,00069	0,00041	1,68	0,137

$$A^* = A_{\text{DN25}} - A_{\text{Sensor}} = 0,00049 - 0,000079 = 0,00041 \text{ m}^2$$

Abbildung 5-12 zeigt die Zeitdauer (60 min), in der ein stabiles Messsignal erreicht wurde.

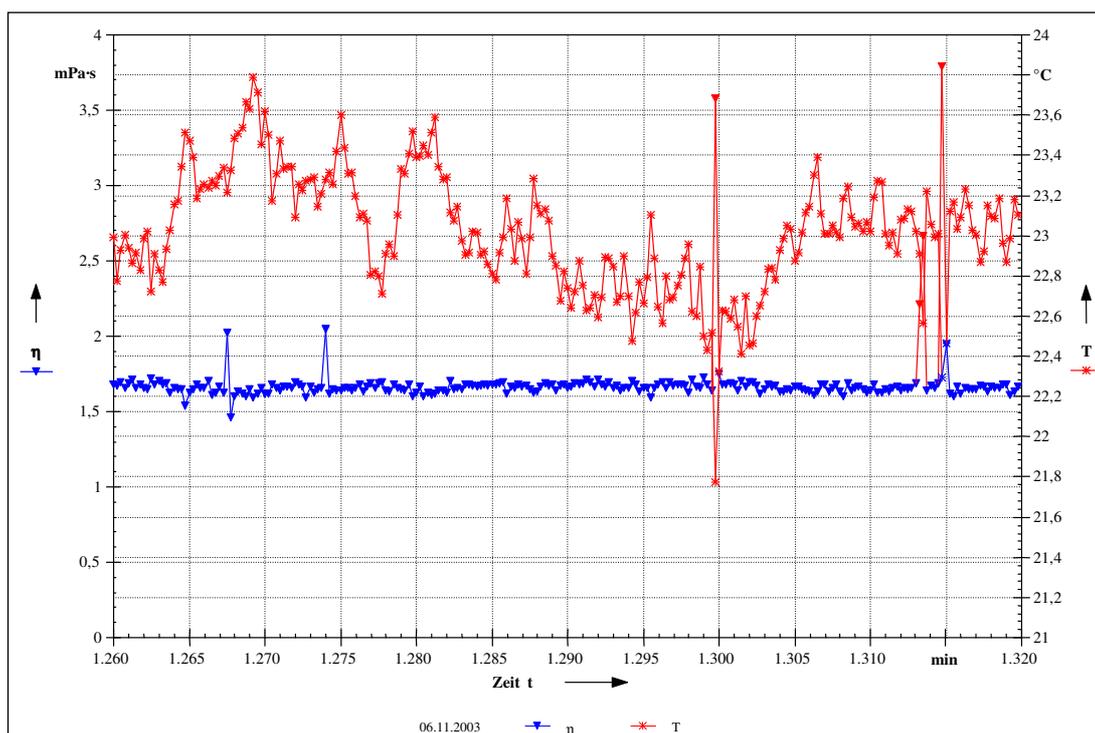


Abb. 5-12: Extraktviskosität innerhalb von 60 min (Kampagne 2003)

Das Inline-Online-System lieferte innerhalb von dieses Zeitraumes stabile Messwerte (Verwendbarkeit > 90 %). Die Extraktviskosität (in diesem Fall von ca. 1,6 - 1,8 mPa·s) muss als Suspensionsviskosität angesehen werden (Pülpe und Sand). Durch einen Vergleich mit filtrierte Extrakt im Labor konnte der Einfluss von Pülpe und Sand auf die Erhöhung der Viskosität (eigentlich Suspensionsviskosität) mit ca. 0,3 - 0,7 mPa·s ermittelt werden.

Ein weiteres erhebliches Problem für die Betriebssicherheit des RSD-Systems stellten die Druckschwankungen in der Extraktversorgung dar. Durch den Einsatz eines Pufferbehälters mit eigener Pumpe konnte die Stabilität der Extraktversorgung gesichert werden.

Die wesentlichen Erkenntnisse aus den Versuchen in der Kampagne 2003 waren:

1. Die Abscheidung von Grobteilchen aus dem Extrakt vor dem Messsystem erhöht wesentlich die Messsicherheit und Aussagefähigkeit des Torsionsschwingers. Dadurch kann mit einem geringeren Extraktvolumenstrom zum Messsystem gearbeitet werden.
2. Eine gleichzeitige Bestimmung des Trockensubstanzgehaltes des Extraktes ist von Vorteil.
3. Das Messsignal des Viskosimeters dient als mögliche Führungsgröße (bzw. als Frühwarnsystem) zur automatischen Verhältnisdosierung von Kalkmilch für die Hauptkalkung. Es kann auch in Verbindung mit anderen Kalkmilch-Dosierungssystemen wie z. B. LIMOS-Verfahren angewandt werden.
4. Die Anwendung des Messsystems ist insbesondere bei der Verarbeitung vom alterierten bzw. frostgeschädigten Rübenmaterial zur Sicherung technologischer Abläufe beim Produktionsprozess von Bedeutung.
5. Die mechanische bzw. chemische Reinigung der Messsonde muss zu Sicherung der kontinuierlichen Messwerterfassung automatisiert werden.

5.4. Untersuchungen in den Kampagnen 2004 und 2005 im Werk B

In der Kampagne 2004 wurden aufbauend auf den Untersuchungen 2003 weitere Verbesserungen der Messsystemeinbindung im Werk B durchgeführt:

1. Optimierung der Entpölung und Entsandung des Extraktes mit Hilfe eines Abscheidebehälters zum Messsystem sowie gleichzeitige Reduzierung der Schaumbildung im Abscheidebehälter.
2. Einbindung des Messsignals in das Leitsystem des Werkes.
3. Weitere Optimierung der Strömungsbedingungen längs des Sensors zur Erhöhung der Standzeit.
4. Einsatz und Bewertung der Reinigungsstation zur Vorbereitung eines automatisch arbeitenden Reinigungssystems.

Die Durchführung der genannten Versuche wurde in der Kampagne 2004 mit Hilfe folgender apparativen Änderungen realisiert:

- a) Installation eines Abscheidebehälters (ca. 1,3 m³; Verweilzeit des Extraktes ca. 10 min) für die Grobentpölung und -entsandung des Extraktes vor dem Messsystem.
- b) Standzeiterhöhung des Sensors durch Einsatz einer Reinigungsstation als Vorstufe eines automatischen Reinigungssystems mit Warmwasser und Natronlauge.

Abbildung 5-13 zeigt das vereinfachte Schema der Versuchsanlage zur kontinuierlichen Erfassung der Extraktviskosität im Werk B in der Kampagne 2004.

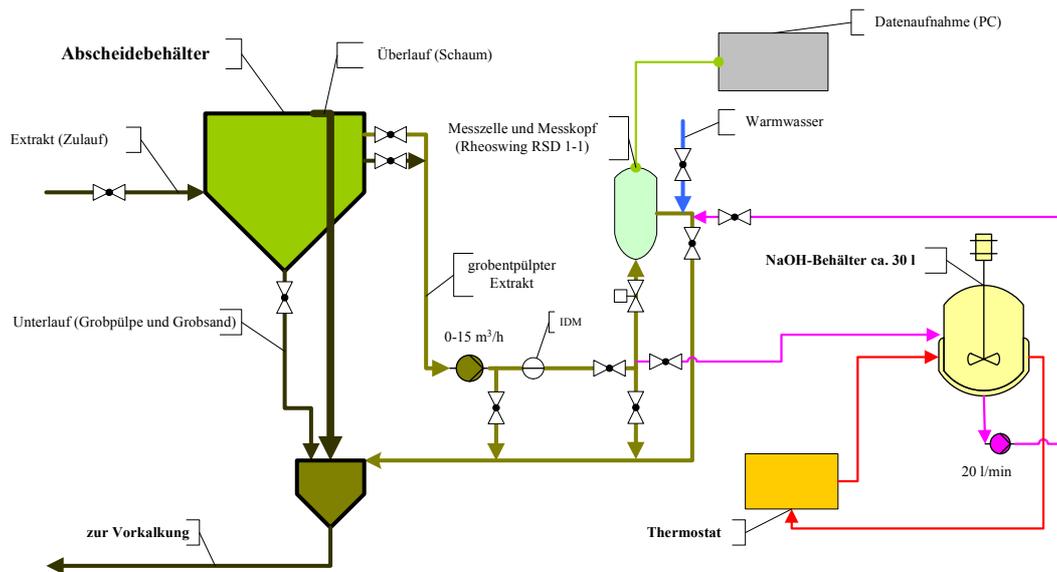


Abb. 5-13: Vereinfachtes Schema der Versuchsanlage

Von der Extraktleitung des Werkes in unmittelbarer Nähe der Anlage wird über eine Absperrklappe und eine Schlauchverbindung der Extrakt zu einem offenen Abscheidebehälter (Durchmesser von 1000 mm) geleitet. Der Abscheidebehälter hat eine Zylinderhöhe von 1,47 m und besitzt einen unteren zylinderkonischen Auslauf (Steitenlängen 600 mm und 140 mm). In den Abscheidebehälter wird der Extrakt zentral bei einer Höhenkoordinate von 700 mm eingeleitet und innen tangential eingeführt. Ein oben eingebautes Siebband mit Öffnungen von 3 mm und einer freien Durchgangsfläche von $0,35 \text{ m}^2/\text{m}^2$ sichert im Überlaufprinzip die Grobpülung des Extraktes. Das Siebmaterial weist eine geometrische Fläche von ca. $0,132 \text{ m}^2$ (Freifläche von ca. $0,0462 \text{ m}^2$) auf. Die Durchströmungsgeschwindigkeit für einen Volumenstrom von ca. $3,0 \text{ m}^3/\text{h}$ beträgt ca. $0,02 \text{ m/s}$. Der grobpülpte Extrakt wird auf der gegenüberliegenden Seite des Einlaufes in Höhen von 280 mm und 580 mm (vorzugsweise benutzt) aus dem Abscheidebehälter abgezogen.

Der von der Grobpülpe gereinigte Extrakt gelangt zunächst zu einer KSB-Pumpe (Volumenstrom maximal $15 \text{ m}^3/\text{h}$). Auf den Druckstutzenanschluss der Pumpe erfolgt eine Durchflussmengenmessung mittels IDM und Anzeige (nachdem zuvor überschüssiger grobpülpter Extrakt zur Vorkalkung entlassen werden kann). Über eine flexible Schlauchverbindung wird der Extrakt zum eigentlichen Messstock gefördert. Der Messstock besteht aus: dem eingebauten Impulskontaktgeber mit der Einstellung 25 s Durchlass, Sperrung 1 s und damit eigentliche Impulsauslösung. Danach ist die Messzelle angeordnet. Die Messzelle hat einen Eintrittsquerschnitt von DN 32 (Querschnitt des Sensors von 10 mm). Die Extraktviskosität wurde je 15 Sekunden abgegriffen und von einem angeschlossenen PC

registriert. Gleichzeitig wurden die ermittelten Messdaten an den Leitstand des Werkes gegeben (Abgriff der 4 - 20 mA-Schnittstelle des Rheoprozessors).

Zur Reinigung des Sensors standen Warmwasser ($50 \leq \vartheta \leq 70 \text{ }^\circ\text{C}$) und 50%tige Natronlauge (Schaltung eines Reinigungskreislaufes) zur Verfügung. Die Natronlauge konnte erwärmt werden und wurde über eine Pumpe (20 l/min) und Schlauchleitungen entlang des Sensors geführt, um vorhandene Beläge (im wesentlichen Eiweißstoffe) zu entfernen. Abbildung 5-14 zeigt die Versuchsanlage im Werk B in den Kampagnen 2004 und 2005.



Abb. 5-14: Versuchsanlage zur kontinuierlichen Bestimmung der Extraktviskosität im Werk B in den Kampagnen 2004 und 2005

Folgende Effekte konnten mit den optimierten Messbedingungen erreicht werden:

1. Optimierung der Entpülung und der Entsandung des Extraktes
2. Reduzierung der Schaumbildung im Abscheidebehälter
3. Optimierung der Strömungsbedingungen
4. Ermittlung der Standzeit des Messensors
5. Optimierung des Reinigungszyklus
6. Erfassung eines stabilen Messsignals über Tape

5.4.1. Optimierung des Abscheidebehälters

Aus verfahrenstechnischer Sicht wird zur Entpülung und Entsandung eine Kombination der Grundoperation Filtration (Siebeinsatz) und Sedimentation (Absetzbehälter) eingesetzt. Nimmt

man die Entschäumung im Überlauf in die Prozessbilanz auf, liegt die Trennung eines ternären Systems vor.

Zur Abtrennung der Grobteilchen wurde zunächst ein Schlitzsieb (Öffnungen von 3 mm) in der Mitte des Abscheidebehälters (Abbildung 5-15) installiert. Aufgrund der Stromführung muss der Extrakt von unten nach oben durch das Sieb fließen.

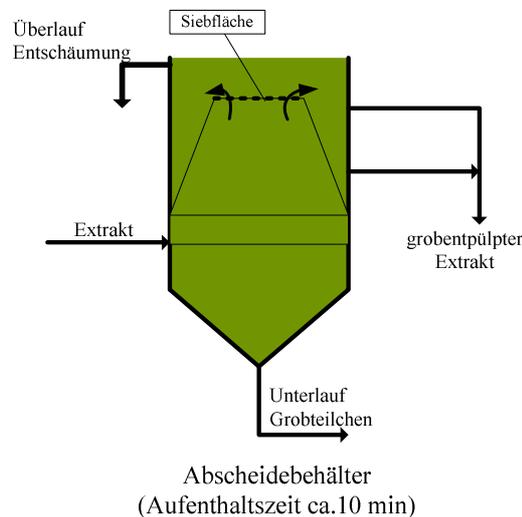


Abb. 5-15: Behälter zur Grobentpülung und Grobentsandung des Extraktes vor dem Viskositätsmessgerät (Siebposition 1)

Die Entpülung in der Fließrichtung (von unten nach oben) blockierte nach kurzer Zeit die Siebfläche und reduzierte dadurch langsam den Extraktvolumenstrom zur Pumpe bzw. zur Messeinrichtung. Hierzu musste der Volumenstrom des Extraktes ständig angepasst werden. Abbildung 5-16 zeigt die Messwerte der Extraktviskosität vor der Optimierung der Versuchsanlage in der Kampagne 2004, die Veränderungen des Abscheideprinzips notwendig machen.

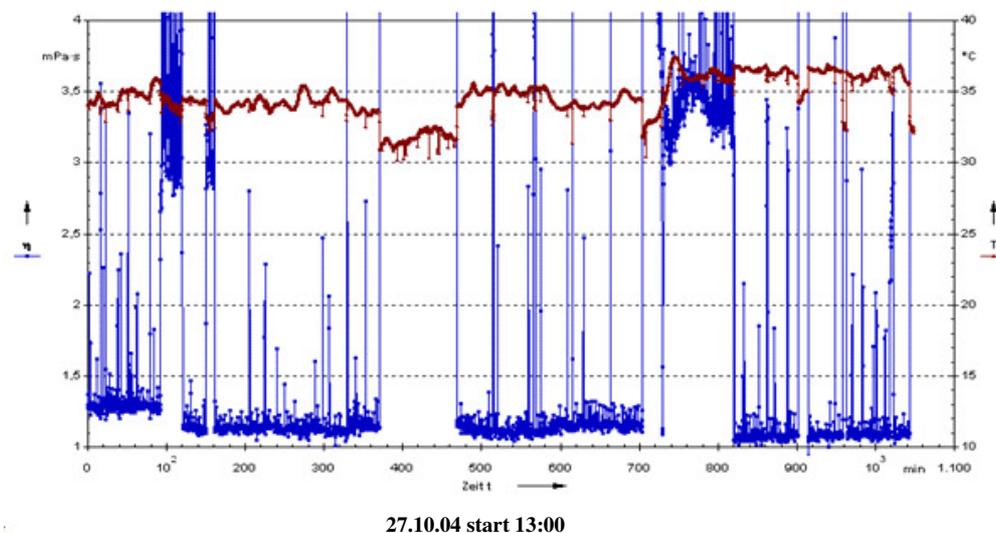


Abb. 5-16: Kontinuierliche Messung der Extraktviskosität am 27. Oktober.04

Nach der Änderung der Siebposition (Abbildung 5-17) im Abscheidebehälter konnte eine optimale Abtrennung von Grobpülpe und Sand aus dem Extrakt erreicht werden.

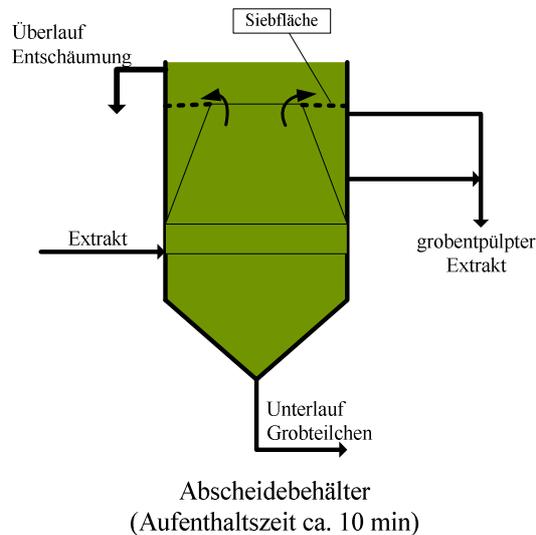


Abb. 5-17: Behälter zur Entpülung und Entsandung des Extraktes vor dem Viskositätsmessgerät (Siebposition 2)

Der Vorrichtung (Behälter in Abbildung 5-17) wird ein Volumenstrom von ca. $8,2 \text{ m}^3/\text{h}$ zugeführt, der sich aufteilt in:

1. Versorgung des Messsystems RHEOSWING[®] RSD 1-1 über eine Pumpe, ca. $3,1 \text{ m}^3/\text{h}$ (IDM-Messung), um längs des Sensors eine Strömungsgeschwindigkeit von ca. $1,20 \text{ m/s}$ zu erzeugen.
2. Überschüssigen grobpülpten Extrakt sowie einen Volumenstrom zum Austrag der Grobteilchen aus dem konischen Zylinderteil infolge Sedimentation, die in das Betriebsnetz zurückgeführt werden; ebenso der Überlauf der Entschäumung (mit dem gleichen aufbereiteten Extrakt könnte ein Prozessrefraktometer beschickt werden, dass u. a. den Trockensubstanzgehalt des Extraktes als wichtigen Prozessparameter zum optimalen Betrieb der Extraktion liefert, abgetrennt nach der Pumpe und vor der IDM-Messung) ca. $0,6 \text{ m}^3/\text{h}$.
3. Austrag der Grobteilchen aus dem zylinderkonischen Teil infolge Sedimentation von ca. $3,3 \text{ m}^3/\text{h}$.
4. Überlauf des überschüssigen Extraktes (Schaumentfernung) von ca. $1,2 \text{ m}^3/\text{h}$.

Abbildung 5-18 zeigt den Gehalt der Grobteilchen im Extrakt sowie im Über- und Unterlauf des Abscheidebehälters.

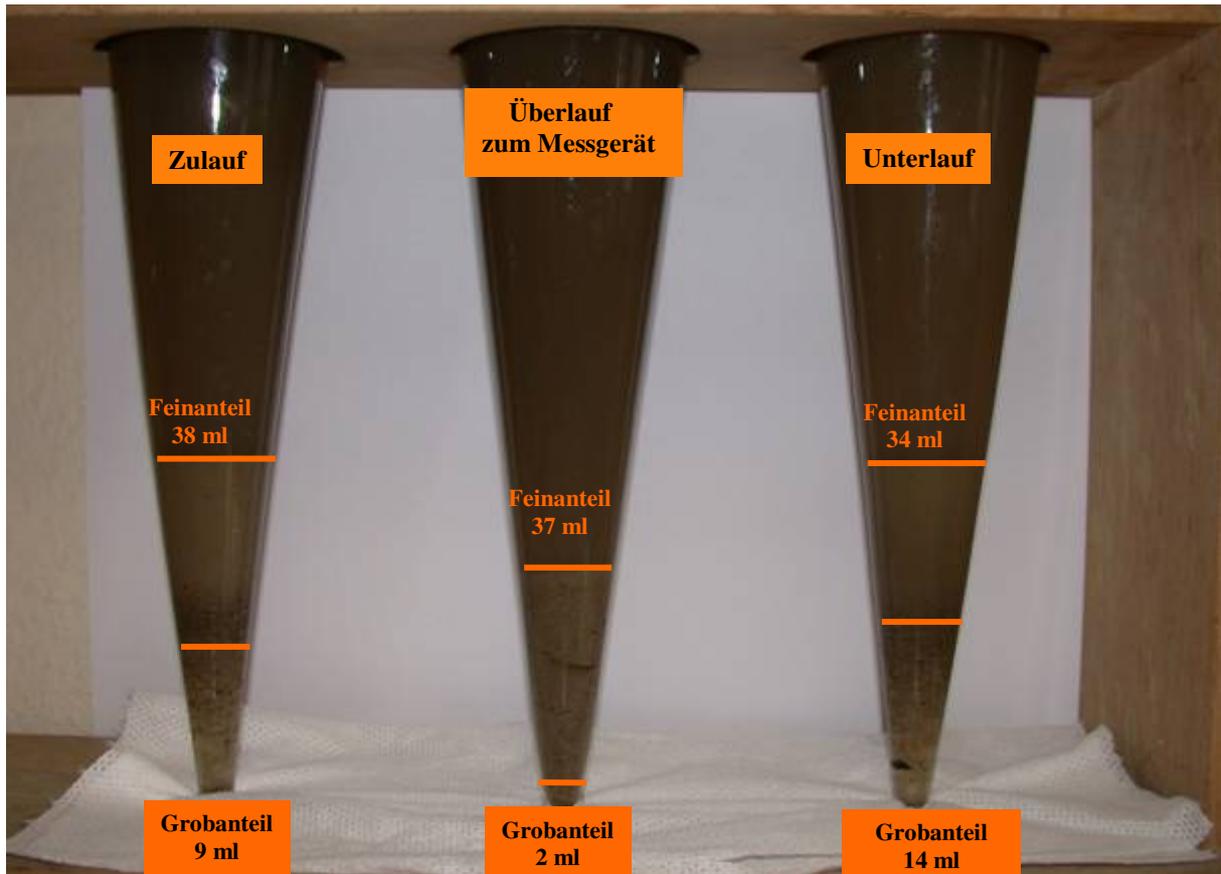


Abb. 5-18: Grobteilchen im Extrakt sowie im Über- und Unterlauf des Abscheidebehälters

Der Abscheidebehälter (Siebposition 2) reduziert den Anteil der Grobteilchen im Extrakt um ca. 70 - 80 % (Die Angaben beziehen sich auf unterschiedliche Durchläufe mit Extrakten). Der so entpülpte Extrakt kann problemfrei zur sicheren Erfassung der Extraktviskosität verwendet werden. Da die Abtrennung der Grobteilchen sehr gut durchgeführt wurde, wurde keine Versetzung der Siebfläche während der Dauerversuche beobachtet.

5.4.2. Schaumbildung im Abscheidebehälter

Die Schaumbildung auf dem Abscheidebehälter stellt ein weiteres Problem dar. Dieses Problem wurde mit der Zugabe von Schaumdämpfungsmittel beseitigt. Die Bilder in der Abbildung 5-19 zeigen die Schaumbildung auf dem Abscheidebehälter vor und nach der Zugabe von Schaumdämpfungsmittel.



Abb. 5-19: Schaumbildung auf dem Abscheidebehälter

5.4.3. Optimierung der Strömungsgeschwindigkeit

Es wurde Untersuchungen mit unterschiedlichem Volumenströmen (unterschiedlichen Strömungsgeschwindigkeiten) durchgeführt, um die optimale Fahrweise für den Dauerbetrieb festzustellen. Tabelle 5-2 zeigt die berechneten Strömungsgeschwindigkeiten (Eintritts längs des Sensors DN 32; Querschnitt des Sensors von 10 mm) des Extraktes in die Messzelle in Abhängigkeit vom Volumenstrom in den Kampagnen 2004 und 2005.

Tab. 5-2: Berechnete Geschwindigkeit des Extraktes in der Messzelle

\dot{V}	\dot{V}	A^*	v_{Eintritt}	v_{Austritt}
m ³ /h	m ³ /s	m ²	m/s	m/s
3,0	0,000830	0,000724	1,15	0,164
5,0	0,001388	0,000724	1,92	0,274
7,0	0,001944	0,000724	2,68	0,384

$$A^* = A_{\text{DN32}} - A_{\text{Sensor}} = 0,00080 - 0,000079 = 0,00072 \text{ m}^2$$

Als günstigste Variante hat sich die Fahrweise mit einem Volumenstrom von 3 m³/h (Mittelwert des Volumenstroms von 01.11 - 23.12.04 von 3,15 m³/h) herausgestellt. Kriterium war die störungsfreie Aufnahme der Messdaten in einer geringen Schwankungsbreite, die einzig durch den Aufprall von Grobteilchen auf den Sensor bedingt ist. Durch diese Fahrweise liegt die geringste Strömungsintensität im Abscheidebehälter vor, so dass infolge der Gravitationskraft größere Teilchen im Extrakt, deren Eintritt in der Messzelle zur Störung des Messablaufes führt, am sichersten verhindert werden.

5.4.4. Die Standzeit des Messsystems und der Reinigungszyklus

Durch ein Piezo-Element im Kopf des Sensors wird die Torsionsschwingung durch Vorgabe einer elektrischen Ladung bewirkt. Sterische Effekte sowie Strukturierungen von Eiweißen werden damit begünstigt. Diese führen u. a. zur allmählichen Belagbildung auf dem Messsensor, die eine Drift der Sensorkennlinie zur Folge hat und damit die Messung verfälscht.

Bei annähernd gleichen äußeren Bedingungen (gleiche technologische Qualität des Rübenmaterials und Extraktes) hängt die Verfügbarkeit der Messergebnisse in erster Linie von der Wirkung des Freispülverhaltens des Sensors ab. Priorität genießt dabei die Wirkung der Impulskräfte (Zeittaktsteuerung der Extraktführung) auf die Oberfläche des Sensors zu dessen Selbstreinigung. Die Impulskräfte berechnen sich bei konstantem statischem Druck nach der Gleichung 19:

$$F = \rho \cdot A_{\text{Eintritt}} \cdot v^3 \text{ in N} \quad (19)$$

$$F = 1070 \cdot 0,0008 \cdot (1,20)^3 = 1,48 \text{ N}$$

Die Gleichung (20) für die Bewegungsgröße

$$I = \frac{m \cdot v}{t} \text{ in } \frac{\text{kg} \cdot \text{m}}{\text{s}^2} \quad (20)$$

verändert sich entsprechend in

$$\Delta I = \frac{m \cdot v}{\Delta t} \text{ in } \frac{\text{kg} \cdot \text{m}}{\text{s}^2} \quad (21)$$

und liefert mit kleiner werdendem Δt als **auf/zu**-Zeit der Ventiltechnik stärker wirkende Impulskräfte zur mechanischen Reinigung des Sensors.

Vergleichsweise berechnet sich die Widerstandskraft der Strömung längs des Sensors bzw. bei Aufströmung auf den Sensor bei vorliegender turbulenter Strömung nach Gleichung 22:

$$F = c_w \cdot A_{\text{Sensor}} \cdot \frac{\rho}{2} \cdot v^2 \text{ in N} \quad (22)$$

$$F = 0,24 \cdot (0,00008 + 0,00282) \cdot (1070/2) \cdot (1,20)^2 = 0,54 \text{ N}$$

Damit ergibt sich eine Relation Impulskraft zu Widerstandskraft von 2,74:1 bei angenommener 1 s Schaltdauer „**zu/auf**“ (25 s Zufluss, 1 s zu, 25 s Zufluss usw.)

Am 02.11.04 wurden Versuche (Volumenstrom 3m³/h) zur Ermittlung der Standzeit des Messensors durchgeführt. Abbildung 5-20 zeigt die ermittelte Viskositätskurve.

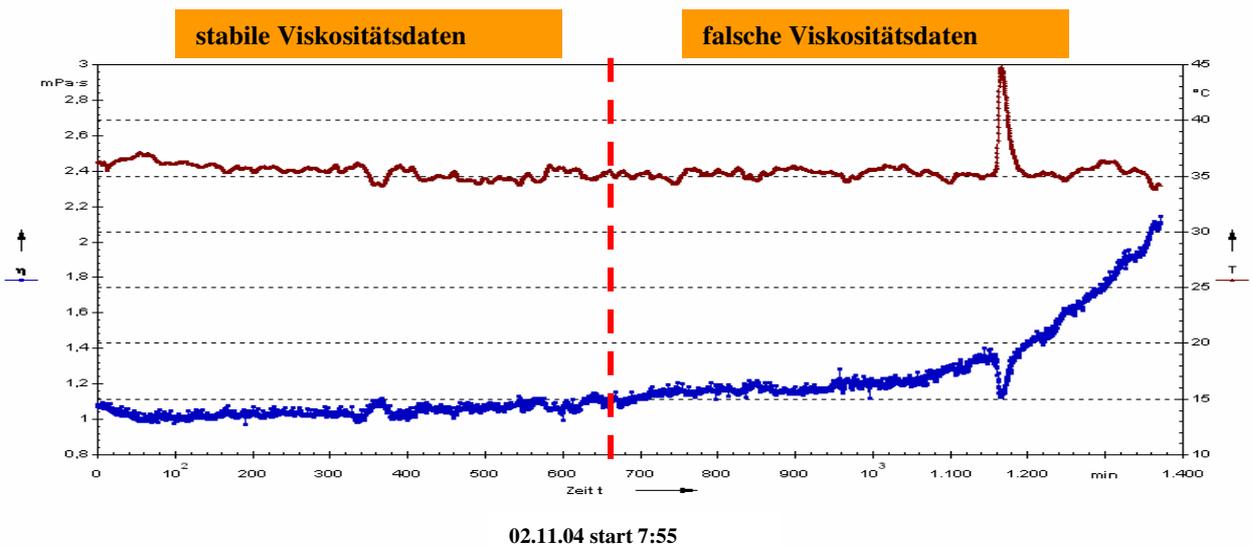


Abb. 5-20: Standzeit des Messsystems/Drift durch Belagbildung

Aus der Abbildung 5-20 kann eine Standzeit des Sensors von ca. 12 h entnommen werden. Danach musste eine mechanische Reinigung des Sensors durchgeführt werden. Hierfür wurde in der Kampagne 2004 eine Reinigung mit Warmwasser ($50 \leq \vartheta \leq 70 \text{ °C}$) durchgeführt, um die „weichen“ Beläge zu entfernen. Eine weitgehende Reinigung erfolgte mit 50%iger Natronlauge (ca. 70 °C und 15 min).

Zur Erhöhung der Standzeit des Messensors wurde in der Kampagne 2004 eine Zwischenabreinigung des Sensors mit Warmwasser ($50 \leq \vartheta \leq 70 \text{ °C}$ und 10 min) durchgeführt. Die chemische Reinigung musste mit 50 %iger Natronlauge bei Raumtemperatur durchgeführt werden. Die Bilder in der Abbildung 5-21 zeigen den Messsensor mit Belagbildung sowie nach der chemischen Reinigung.

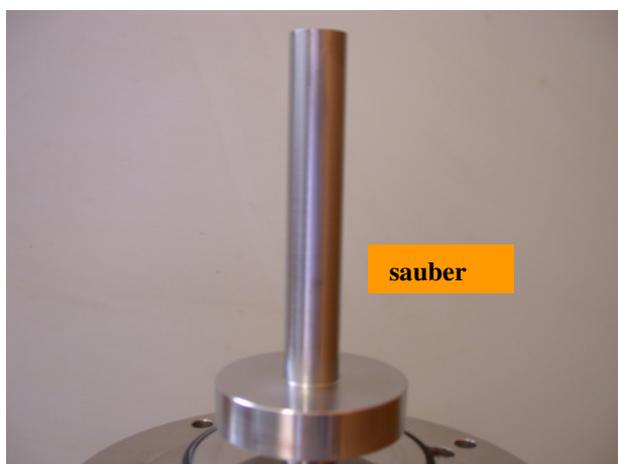


Abb. 5-21: Messsensor vor und nach der Reinigung

Nach der Reinigung mit Warmwasser sowie chemischen Reinigung des Sensors konnten wieder stabile Viskositätssignale über den Zeitraum eines Tages erfasst werden.

5.4.5. Stabile Messwerterfassung der Extraktviskosität

Abbildung 5-22 zeigt die ermittelten Viskositätsdaten und darin das durchgeführte Reinigungsregime nach der Optimierung der Versuchsanlage am 13. bis 14. November 2004.

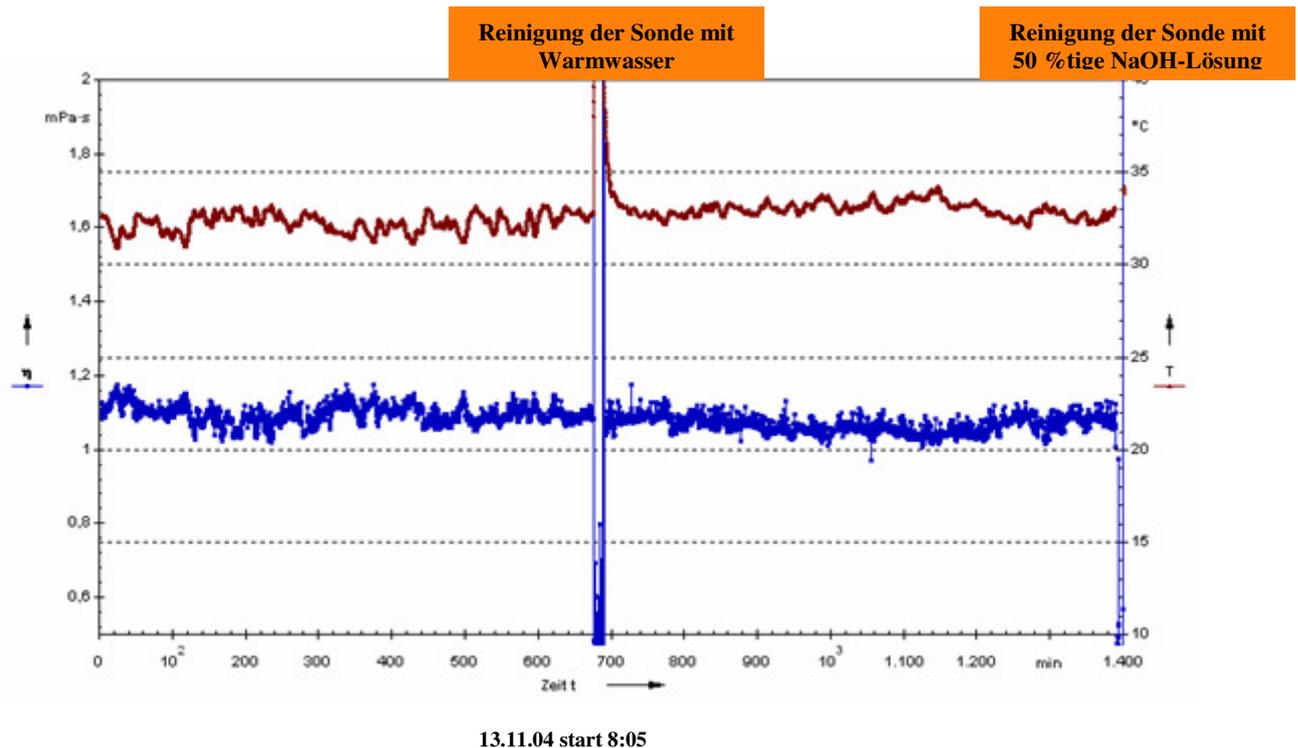


Abb. 5-22: Stabile Messwerterfassung nach Optimierung der Versuchsanlage und der Reinigungsmodalitäten

Nach Optimierung der Messeinrichtung wurden Dauerversuche zur Online-Erfassung der Viskosität von 01. November 2004 bis zum Ende der Kampagne durchgeführt. Während der Dauerversuche wurde je 12 Stunden im Wechselprogramm die Reinigung des Sensors mit Warmwasser (10 min) und mit 50%iger Natronlauge bei Raumtemperatur (10 min) durchgeführt. Abbildung 5-23 zeigt die ermittelten Viskositätsdaten im Dauerbetrieb über den Zeitraum einer Woche. In der Kampagne 2004 wurde bei einer Extrakttemperatur im Bereich von 30 - 36 °C und bei einem mittleren Volumenstrom (IDM-Daten) von 3,15 m³/h (eine Strömungsgeschwindigkeit von 1,20 m/s) Viskositätslevel von ca. 1,00 - 1,24 mPa·s bestimmt.

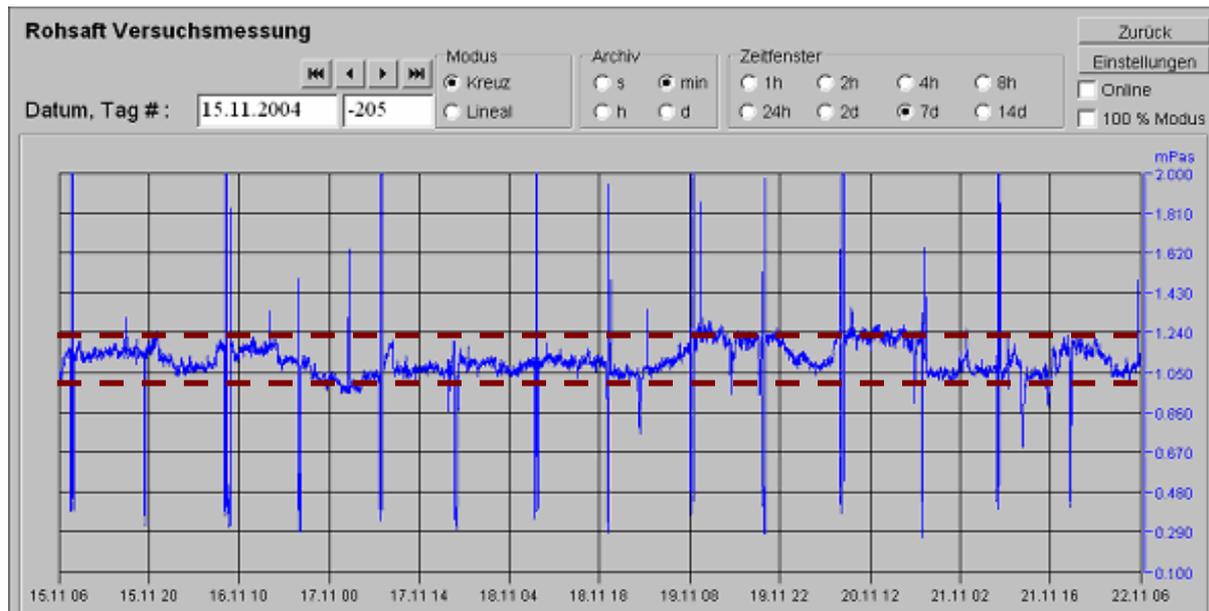


Abb. 5-23: Inline-Online-Viskositätsmessung des Extraktes vom 15. bis 22. November 2004

Nach den Ergebnissen der Laboruntersuchungen im Temperaturbereich von 30 - 36 °C beträgt die Extraktviskosität von gesundem Rübenmaterial ca. 1,15 - 1,30 mPa·s und liegt damit höher als im realen Prozess ermittelte Viskositätsdaten von ca. 1,00 - 1,24 mPa·s (Zeitraum 1. November bis 23. Dezember 2004). Dieser Unterschied kann mit dem Einfluss der am Sensor wirkenden Strömungskräfte und Scherkräfte sowie den Schwankungen von Trockensubstanz- und Zuckergehalt des Extraktes erklärt werden.

5.4.6. Filtrationsprobleme

Bestimmte Extraktinhaltsstoffe können die Filtrierbarkeit der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonation sehr stark beeinflussen, z. B. Art und Menge der enthaltenen Hydrokolloide Pektin, Lävän und Dextran insbesondere bei der Verarbeitung von alterierten und frostgeschädigten Rüben. Diese Kolloidstoffe hemmen die CaCO_3 -Kristallbildung und beeinflussen auf Grund ihres Viskositäts- und Adsorptionsverhaltens sehr stark die Partikelbildung (Neigung zur Feinkornbildung) und Partikelgrößenverteilung in der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonation (Ajdari Rad 2002). Die Resthydrokolloide im Filtrat der 1. bzw. 2. Carbonation erhöhen die Viskosität des Filtrates (mit Neigung zum nicht-Newtonschen Fließverhalten bei geringeren Schergeschwindigkeiten während der Kuchenfiltration) mit laminarer Durchströmung des Filterkuchens und reduzieren dadurch sehr stark die Filterleistung. Diese Kolloide bewirken auch durch die Adsorption auf der Filterfläche eine Reduzierung der freien Filterfläche und damit eine Abnahme der Filterleistung.

Mikrobiologische Tätigkeit während der Extraktgewinnung und Extraktreinigung führt ebenso zur Bildung von Stoffwechselprodukten (Lävän und Dextran), die wie die Mikробenkörper selbst zur Verschlechterung der Filtrierbarkeit der Calciumcarbonatsuspension der

1. Carbonatation beitragen können. Art und Menge der dispersen Phase in der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation sowie der Feinpülpeanteil beeinflussen stark die Filtrationseigenschaften. Weiterhin beeinflussen die Arbeitsweise der Vorkalkung, der Hauptkalkung und der Carbonatation die Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation.

Da sehr geringe Unterschiede in der Zusammensetzung der Inhaltsstoffe (Kolloidstoffe) des Extraktes während der Kampagne 2004 vorlagen und sich die Extraktviskosität hinsichtlich Temperatur und Trockensubstanzgehaltes im erwarteten Toleranzbereich bewegte, müssen andere Einflussfaktoren für den Druckanstieg in der 1. Filtration (z. B. am 30.10.2004, Abbildung 5-24) in Betracht gezogen werden. Abbildung 5-24 zeigt die Druckerhöhung in der 1. Filtration, die durch eine Erhöhung des Anteils der dispersen Phase im Extrakt verursacht wurde und nicht auf die Erhöhung der Extraktviskosität zurückzuführen ist.

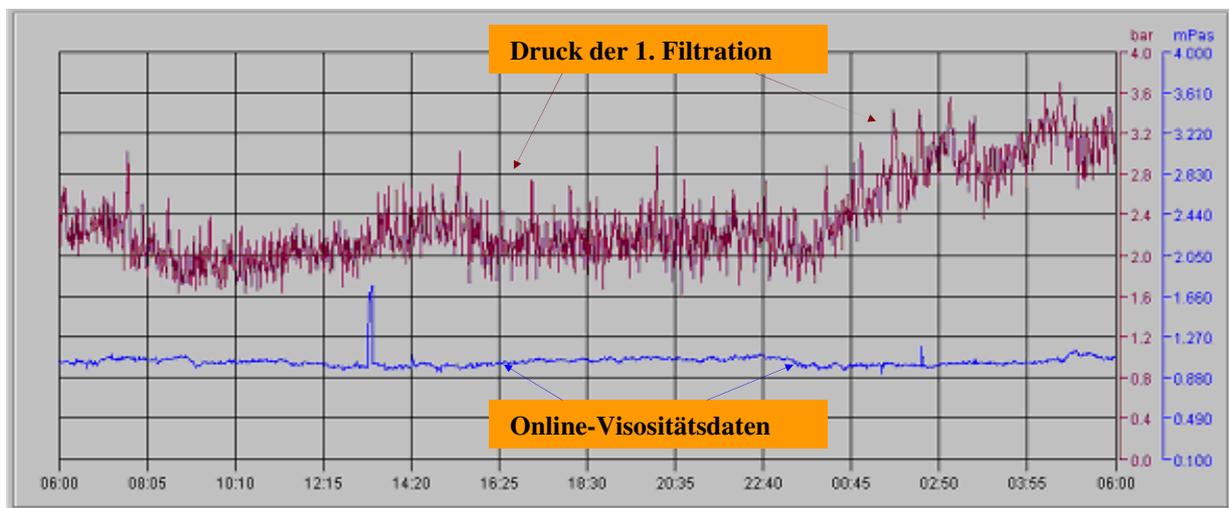


Abb. 5-24: Druckerhöhung in der 1. Filtration bei konstanter Extraktviskosität am 30.10.2004

Da die Extraktviskosität von der Temperatur, dem Trockensubstanzgehalt, dem Zuckergehalt, der Strömungsgeschwindigkeit, dem Kolloidgehalt und Grobteilchen beeinflusst wird, müssen diese Einflussfaktoren durch entsprechende Versuche bewertet und gewichtet werden.

5.5. Einflussfaktoren auf die Extraktviskosität

5.5.1. Strömungs- bzw. Schergeschwindigkeit

Strömungsgeschwindigkeit und Schergeschwindigkeit sind am Beispiel des hydraulischen Transports wie folgt verknüpft. Bei strukturviskosen nicht-Newtonschen Flüssigkeiten wie z. B. Extrakte (*Ajdari Rad 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2003*) ist die Viskosität keine Stoffkonstante sondern von Temperatur, Dichte, Trockensubstanzgehalt und Schergeschwindigkeit am Sensor abhängig. Darüber hinaus üben die hochmolekularen

Bestandteile des Extraktes (Hydrokolloide) über den Destrukturierungsmechanismus einen großen Einfluss auf die Extraktviskosität bei Schergeschwindigkeiten $< 20 \text{ s}^{-1}$ aus.

Es gilt weiter:
$$\eta_{\text{proz}} = \frac{d\tau}{d\dot{\gamma}} = n \cdot K \cdot \dot{\gamma}^{n-1} \text{ in Pa s} \quad (23)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{4 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot r^3} = \frac{4 \cdot v \cdot A}{\pi \cdot r^3} = \frac{4 \cdot v \cdot \pi \cdot r^2}{\pi \cdot r^3} = \frac{4v}{r} = \frac{8v}{d} \text{ in s}^{-1} \quad (24)$$

Zur Überprüfung des Einflusses der Strömungsgeschwindigkeit im Ringquerschnitt (Schergeschwindigkeit am Sensor) auf die Viskositätsmessung wurden Versuche mit unterschiedlichem Volumenstrom durchgeführt. Tabelle 5-3 zeigt die Eintrittsgeschwindigkeit des Extraktes sowie Schergeschwindigkeiten längs des Sensors.

Tab. 5-3: Berechnete Eintritts- und Schergeschwindigkeit des Extraktes in der Messzelle

Volumenstrom	Eintrittsgeschwindigkeit	Schergeschwindigkeit	dynamische Viskosität
m ³ /h	m/s	s ⁻¹	mPa·s
0,2	0,08	18	ca. 1,18
1,0	0,38	89	ca. 1,08
3,0	1,15	267	ca. 1,06

Abbildung 5-25 zeigt die Viskositätswerte unterschiedlicher Volumenströme bzw. unterschiedlicher Schergeschwindigkeiten, die mit Hilfe des Messsystems kontinuierlich ermittelt wurden.

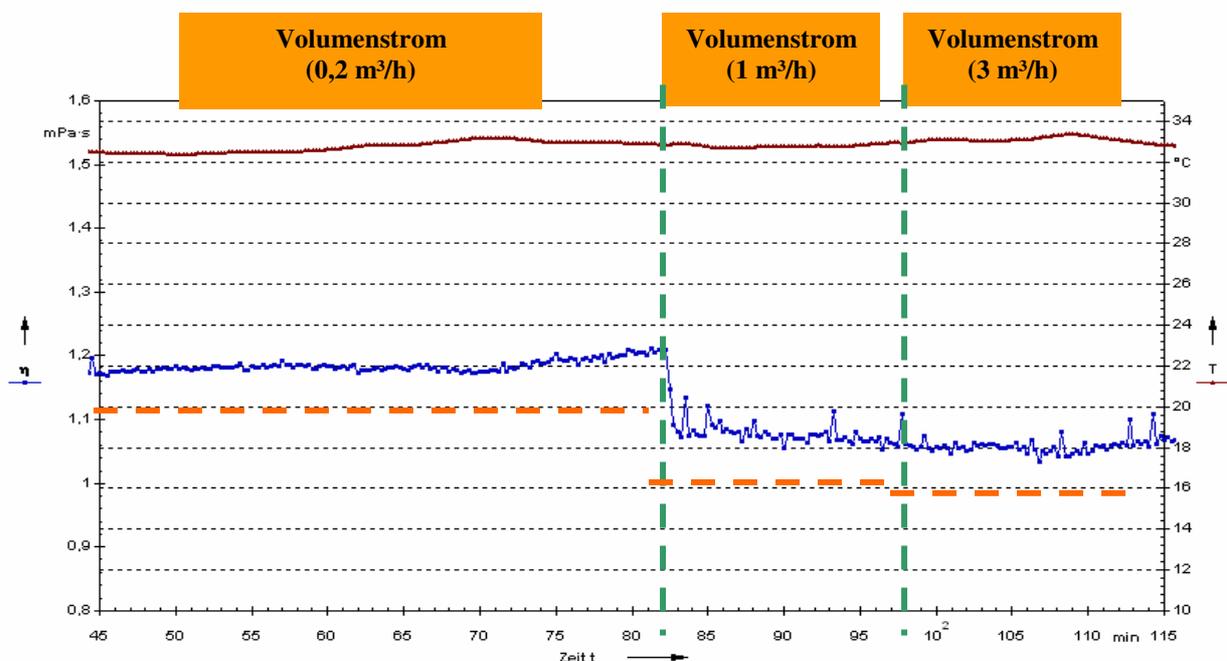


Abb. 5-25: Extraktviskosität in Abhängigkeit vom Volumenstrom

Die höhere Extraktviskosität bei geringer Schergeschwindigkeit bestätigt die Aussage von Ajdari Rad (2002) und Ajdari Rad und Senge (2003), dass Extrakt ein nicht-Newtonsche Verhalten aufweist. Bei höheren Schergeschwindigkeiten findet Strukturabbau statt und die Extraktviskosität nähert sich einem strukturlosen Verhalten (Gleichgewichtsviskosität). Ein kritischer Volumenstrom liegt bei $\dot{V} < 1\text{m}^3/\text{h}$ anlagenabhängig vor.

5.5.2. Einfluss der Extrakttemperatur

Abbildung 5-26 zeigt ein Beispiel für die Temperaturabhängigkeit der Extraktviskosität.

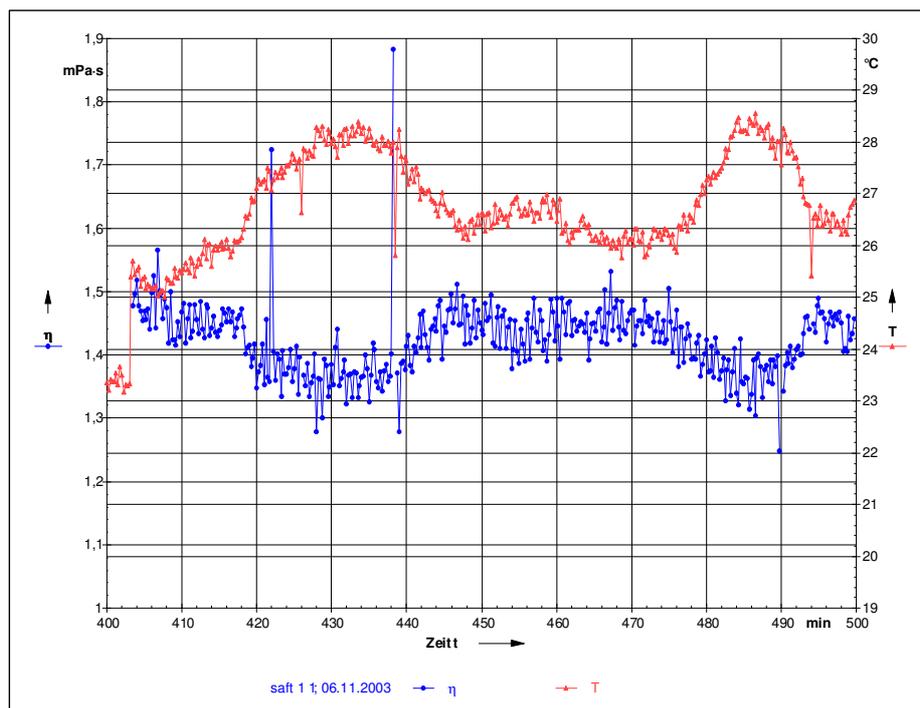


Abb. 5-26: Temperaturinduzierte Viskositätsänderung in der Kampagne 2003

Als Störgröße könnte eine typische Temperatursenkung infolge der Änderung der „Turmfahrweise“ auftreten und einen Viskositätsanstieg bewirken, der von einer durch Hydrokolloide induzierten Viskositätsänderung unterschieden werden muss.

Für den Fall eines allmählichen Viskositätsanstieges liegt bei Ausschluss einer temperaturinduzierten Abhängigkeit eine reale Veränderung der Extraktviskosität vor.

Die erste Fragestellung an die Logik der Messwerte lautet also:

1. Negation einer Temperaturänderung
2. In diesem Falle sollten die Originalmessdaten auf das Vorliegen einer so genannten Sprungfunktion mit der Prüfmodalität nach Gleichung 25 wie nachstehend beschrieben:

$$\text{If } \frac{\Delta\eta}{\Delta t} = \frac{\eta_i - \eta_{i-1}}{t_i - t_{i-1}} \leq 10\% \text{ than date is valid in mPa}\cdot\text{s}/15 \text{ s} \quad (25)$$

abgefragt werden.

Bei Einhaltung dieses Algorithmus über einen Zeitraum von 20 Einzelmesswerten liegen reale Änderungen der Viskosität des Extraktes vor, wenn im gleichen Zeitraum nicht gleichzeitig die Temperatur sinkt und mit einem ähnlichen Abbruchkriterium befragt wird. Liegen die Änderungen $> 10\%$ bezogen auf den Viskosität-Zeit-Koeffizienten, liegt eine Messstörung vor. Um den Einfluss der Extrakttemperatur auf die Extraktviskosität zu bewerten, wurden Laboruntersuchungen mit Hilfe des Messsystem RHEOSWING[®] RSD 1-1 technologierelevant durchgeführt. Abbildung 5-27 zeigt den Einfluss der Temperatur auf die Viskosität eines von Pülpe durch Filtration befreiten Extraktes ($w_{TS} = 17,5\%$; Mittelwert in der Kampagne 2004) in einem Temperaturbereich von 20 - 40 °C ($\Delta T = 2\text{ K}$).

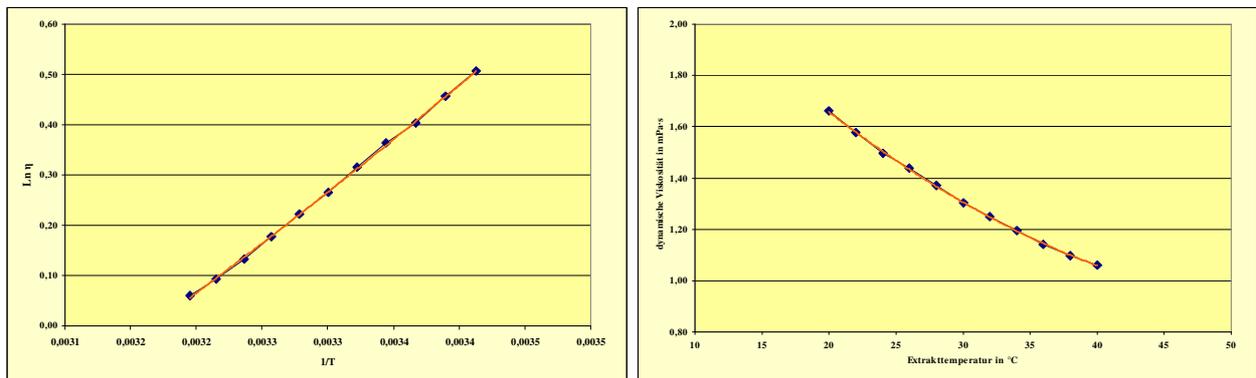


Abb. 5-27: Extraktviskositätsverhalten ($w_{TS} = 17,5\%$ und $20 \leq \vartheta \leq 40\text{ °C}$)

Gleichung 26 beschreibt den Temperatureinfluss auf die Viskosität eines Extraktes im Temperaturbereich von $\vartheta = 20 - 40\text{ °C}$ als Regressionsgleichung 2. Ordnung.

$$\eta_{Ex}(\vartheta) = 0,0005 \cdot \vartheta_{Ex}^2 - 0,0617 \cdot \vartheta_{Ex} + 2,6801 \text{ in mPa} \cdot \text{s} \quad (26)$$

$$R^2 = 0,9996$$

5.5.3. Einfluss der hochmolekularen Bestandteile (Laboruntersuchungen)

Da ein Komponentengemisch von Dextran, Lävan und Pektin (jeweils 100 mg/l Extrakt) als kritische Matrix bewertet wurde (siehe Kapitel 8), wurde ein Extrakt (Probenahme nach dem Abscheidebehälter und vor dem Messsystem während der Kampagne 2004; $w_{TS} = 17,5\%$) mit unterschiedlichen Komponentenzumischungen von Dextran, Lävan und Pektin von 0 mg/l bis 600 mg/l (in 100 mg/l-Schritten) versetzt. Die Viskosität des Extraktes (Nullprobe) und der mit Hydrokolloid angereicherten Extrakte wurden bei unterschiedlichen Temperaturen (von 0 - 80 °C) im Labor mit Hilfe des Rheometers (RHEOSWING[®] RSD 1-1) ermittelt. Abbildung 5-28 zeigt die Viskositätsdaten des Extraktes bei unterschiedlichen Temperaturen.

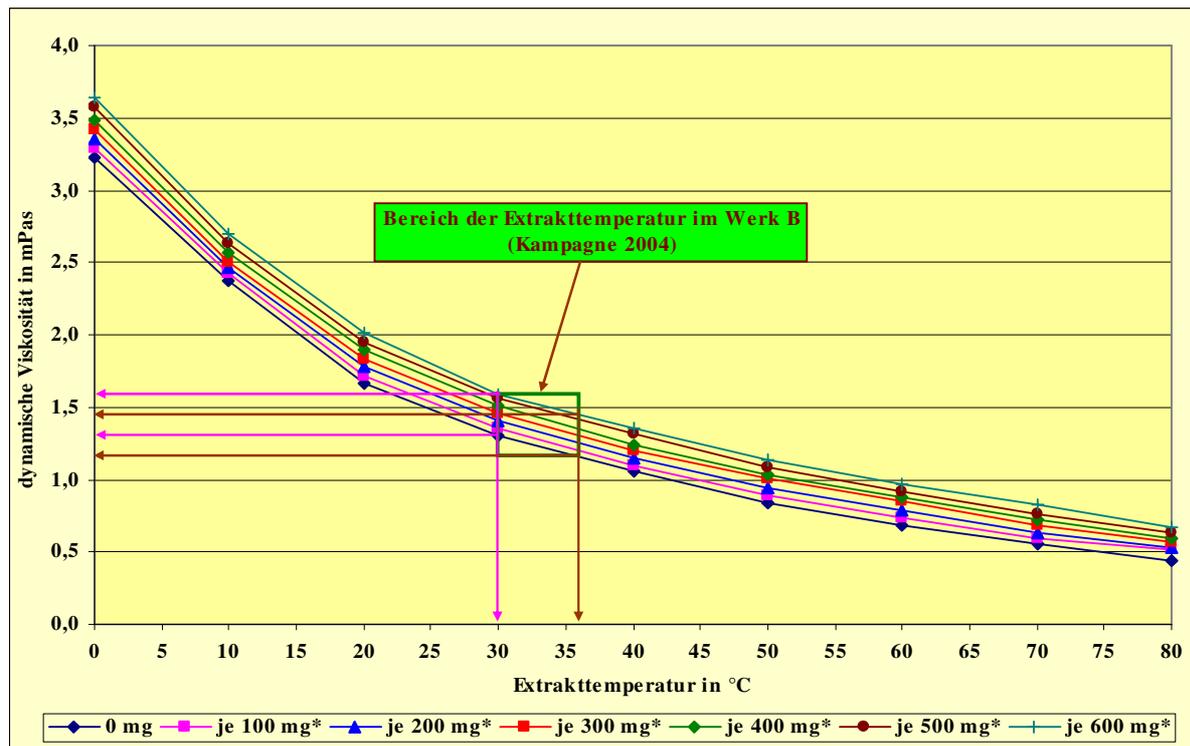


Abb. 5-28: Viskosität eines Extraktes unterschiedlicher Temperaturen und Zusatzmengen von Dextran, Lävän und Pektin (* von 0 mg/l bis jeweils 600 mg/l)

Anhand der ermittelten Extraktviskositäten wurde festgestellt, dass die hochmolekularen Polysaccharide in technologisch relevanter Konzentration (Komponentengemisch von Lävän, Dextran und Pektin, jeweils von 100 mg/l - 600 mg/l) eine temperaturabhängige Viskositätszunahme von ca. 0,05 - 0,45 mPa·s auf die Extraktviskosität auswirken können. Dies bedeutet eine maximale Viskositätszunahme (Komponentengemisch, jeweils 600 mg/l) des Extraktes von ca. 0,30 mPa·s (von ca. 1,15 um ca. 0,30 mPa·s auf 1,45 mPa·s bei 36 °C und von ca. 1,30 um ca. 0,35 mPa·s auf 1,65 mPa·s bei 30 °C). Damit beträgt die maximale Viskositätszunahme bei einer Extrakttemperatur von ca. 30 - 36 °C ca. 26 %. Aus der mathematischen Auswertung der Viskositätsdaten in der Abbildung 5-28 kann der Einfluss der Komponentengemischmenge von Lävän, Dextran und Pektin (je von 0 mg/l - 600 mg/l in 100 mg/l-Schritten) auf die Viskosität des Extraktes im Temperaturbereich von 20 - 80 °C mit einem Korrelationskoeffizienten von $R^2 = 0,995 - 0,998$ quantifiziert werden (Gleichung 27). Tabelle 5-4 enthält die notwendigen Parameter zur Berechnung des Einflusses der Temperatur und des Komponentengemisches (von 0 mg/l bis jeweils 600 mg/l) auf die Extraktviskosität.

$$\eta_{\text{Ex}} = a_1 \cdot \vartheta_{\text{Ex}}^2 - b_1 \cdot \vartheta_{\text{Ex}} + c_1 \text{ in mPa}\cdot\text{s} \quad (27)$$

$$R^2 = 0,998$$

Tab. 5-4: Einfluss der Temperatur und des Komponentengemisches (von 0 mg/l bis jeweils 600 mg/l) auf die Extraktviskosität ($20 \leq \vartheta_{\text{Ex}} \leq 80 \text{ }^\circ\text{C}$)

Komponentengemisch von Lävan, Dextran und Pektin jeweils:	Konstante			
	a_1	b_1	c_1	R^2
mg/l	mPa·s/K ²	mPa·s/K	mPa·s	
100	0,000247	0,0443	2,4841	0,9986
200	0,000234	0,0435	2,5328	0,9980
300	0,000220	0,0424	2,5669	0,9970
400	0,000239	0,0447	2,6678	0,9967
500	0,000220	0,0431	2,6924	0,9974
600	0,000225	0,0438	2,7571	0,9954

5.5.4. Einfluss des Trockensubstanzgehaltes

Der Trockensubstanzgehalt des Extraktes betrug in der Kampagne 2004 ca. $17,5\% \pm 1\%$. Für die Ermittlung der auftretenden Viskositätsänderungen, die auf eine Änderung des Trockensubstanzgehaltes des Extraktes zurückzuführen sind, wurden Laboruntersuchungen mit Extrakten unterschiedlichen Trockensubstanzgehaltes durchgeführt ($w_{\text{TS}} = 16,5 - 18,5\%$ in 1 %-Schritten). Abbildung 5-29 zeigt die ermittelten Viskositätswerte.

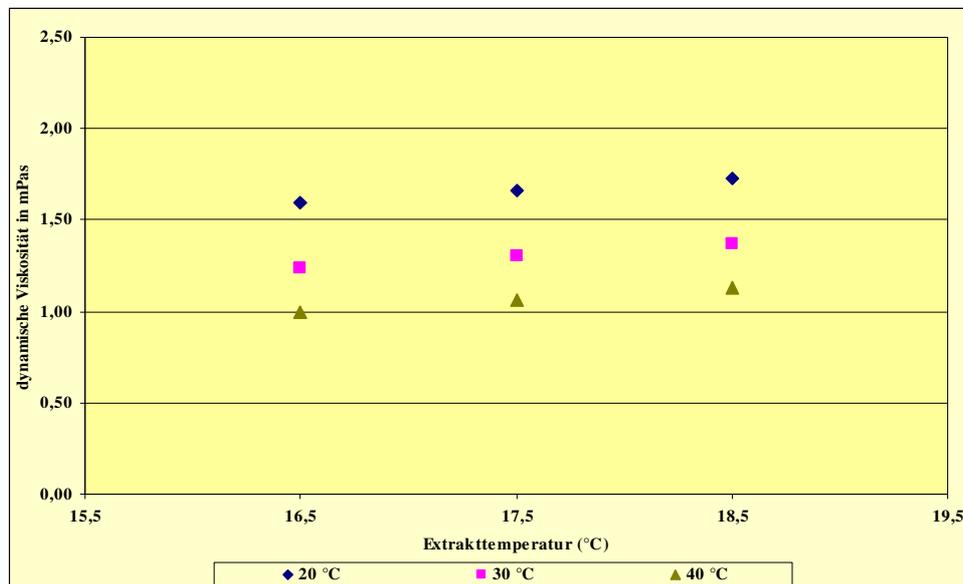


Abb. 5-29: Trockensubstanzgehalt und Extraktviskosität im relevanten Bereich

Gleichung 28 beschreibt des Einflusses des Trockensubstanzgehaltes auf die dynamische Viskosität eines Extraktes im Temperaturbereich von $20 \leq \vartheta \leq 40 \text{ }^\circ\text{C}$. Tabelle 5-5 enthält die notwendige Konstanten zur Berechnung des Einflusses des Trockensubstanzgehaltes

($w_{TS} = 16,5 - 18,5 \%$) auf die Extraktviskosität im Temperaturbereich $20 \leq \vartheta \leq 40 \text{ }^\circ\text{C}$ mit $\Delta T = 10 \text{ K}$.

$$\eta_{Ex} = 0,0667 w_{TS,Ex} + c_2 \text{ in mPa}\cdot\text{s} \quad (28)$$

$$R^2 = 0,9998$$

Tab. 5-5: Temperatureinfluss auf die Extraktviskosität ($20 \leq \vartheta \leq 40 \text{ }^\circ\text{C}$)

ϑ	c_2
$^\circ\text{C}$	$\text{mPa}\cdot\text{s}$
20	+0,4937
30	+0,1379
40	-0,1048

5.5.5. Superpositionsprinzip

Es wurden Laborversuche zur Ermittlung eines Superpositionsprinzipes als Wechselwirkungen von Lävän, Pektin und Dextran in der Saccharoselösung mit viskositätserhöhendem Effekt durchgeführt. Hierzu wurden Lävän, Dextran und Pektin (jeweils 2 g/l) einer Saccharoselösung ($w_{TS} = 17,5 \%$) zugesetzt und die Viskositätsmessungen bei unterschiedlichen Temperaturen von $20 - 40 \text{ }^\circ\text{C}$ (je 10 K -Schritten) durchgeführt. Tabelle 5-6 zeigt die ermittelten Viskositätsdaten.

Tab. 5-6: Einfluss von Lävän, Dextran und Pektin auf eine Saccharoselösung (Superpositionsprinzip)

Probe	Viskosität (mPa·s)		
	20	30	40
Temperatur ($^\circ\text{C}$)			
reine Saccharoselösung	1,4216	1,1261	0,9780
Saccharoselösung mit Lävanzugabe	1,4690	1,1665	1,0532
Saccharoselösung mit Dextranzugabe	1,6281	1,3482	1,2020
Saccharoselösung mit Pektinzugabe	2,3927	1,8345	1,5580
Saccharoselösung mit Lävän-, Dextran- und Pektinzugabe	3,2334	2,3467	2,0134

Abbildung 5-30 zeigt das Superpositionsprinzip von Lävän, Dextran und Pektin in einer Saccharoselösung.

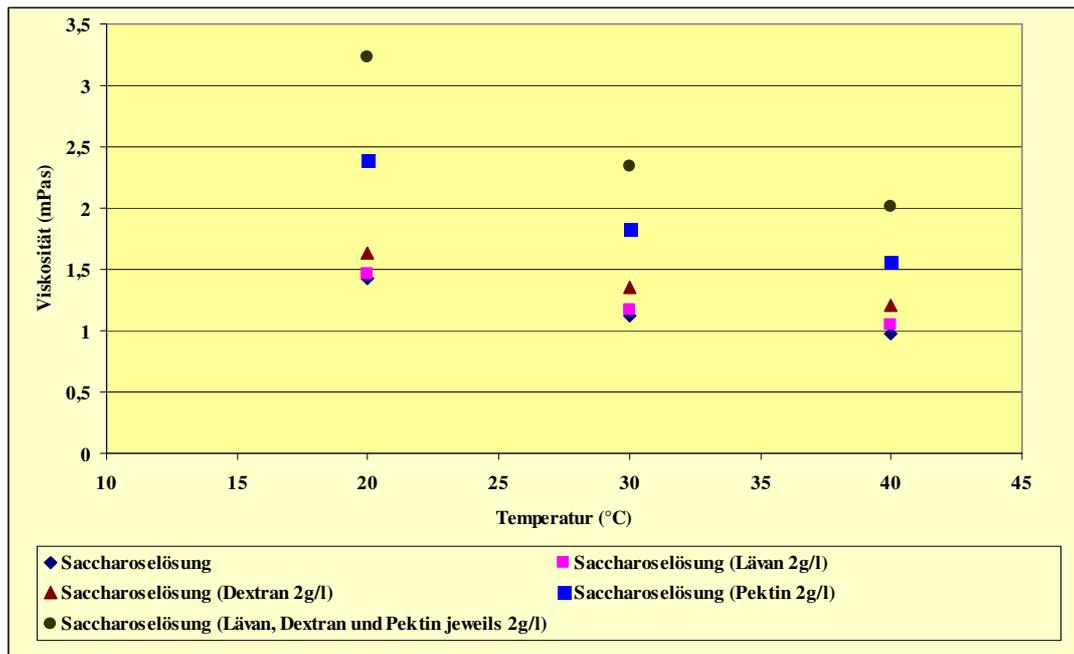


Abb. 5-30: Superpositionsprinzip von Lävans, Dextran und Pektin in einer Saccharoselösung

Aus den Untersuchungen zur Ermittlung eines Superpositionsprinzips können folgende Schlussfolgerungen abgeleitet werden:

- Bei Pektinzugabe wurde im Vergleich zu anderen Komponenten eine höhere dynamische Viskosität festgestellt.
- Die Lävanzugabe bewirkt im Vergleich zur Dextran- sowie Pektinzugabe einen geringeren Viskositätsanstieg. Dies bestätigten die Untersuchungsergebnisse von *Ajdari Rad 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2003*.
- Eine deutliche Abweichung entsteht zwischen der Zugabe von nur einer Hydrokolloidkomponente zur Zugabe von Mischkomponenten (Lävans- und Dextranzugabe in einer Saccharose-Pektin-Matrix). Diese bestätigt die Untersuchungsergebnisse von *Hajinezhad 2003* und ist auf verstärkte hydrophile Interaktionen der eingesetzten Hydrokolloide zurückzuführen. *Senge 2008* berichtet über so genannte oszillierende hydrophile Interaktionen um die Zuordnungen von Wasserstoffbrückenbindungen in der Matrix.
- Die Viskositätserhöhung bei einer Lävans- und Dextranzugabe in eine Wasser-Pektin-Matrix fällt erheblich geringer aus.

Aus diesen Untersuchungsergebnissen kann nachgewiesen werden, dass eine viskositätssteigernde Interaktion der Hydrokolloide (hier Lävans, Dextran und Pektin) in der Saccharoselösung vorliegt.

5.5.6. Auswertungsdiagramm für das Viskositätssignal im Werk B

Aus den Daten nach der Optimierung des Messsystems in der Kampagne 2004 konnte ein Diagramm für die Auswertung und Interpretation der ermittelten Viskositätswerte für das Werk B entwickelt werden. Das Diagramm wurde für Extrakt in einem Temperaturbereich von $28 \leq \vartheta \leq 38 \text{ °C}$ und einem Trockensubstanzgehalt von $16,5 \leq w_{TS} \leq 18,5 \%$ entwickelt. Abbildung 5-31 zeigt das Auswertungsdiagramm für die Bewertung des Viskositätssignals im Werk B.

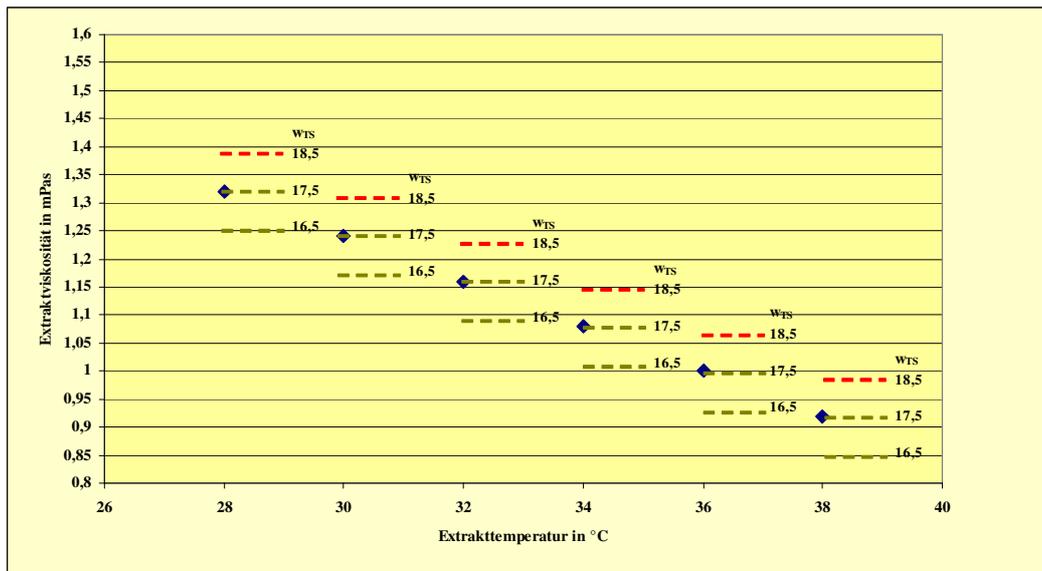


Abb. 5-31: Diagramm zur Auswertung von Viskositätsdaten im Werk B

Eine höhere Extraktviskosität bedeutet einen Anstieg der viskositätsbeeinflussenden Komponenten und dient als Warnsignal für die Fahrweise der Filterstation.

Drei wichtige Aussagen können aus der Verknüpfung von Viskosität, Temperatur und Trockensubstanzgehalt abgeleitet werden:

1. Bei einem Extrakt (z. B. $w_{TS} = 17,5\%$; $28 \leq \vartheta \leq 38\text{ °C}$) mit einer gemessenen Viskosität im Bereich von $0,92 \leq \eta_{Ex} \leq 1,32\text{ mPa}\cdot\text{s}$ sind keine problematischen Konzentrationen hochmolekularer Polysaccharide zu erwarten.
2. Geringere Viskositäten als $0,92\text{ mPa}\cdot\text{s}$ sind technologisch nicht relevant.
3. Liegt eine höhere Extraktviskosität (abhängig von Temperaturen und Trockensubstanzgehalten wie in Abb.5-31 angegeben) vor, so ist mit dem Vorliegen einer erhöhten Konzentration an viskositätsbeeinflussenden Komponenten im Extrakt zu rechnen. Prozessviskositäten in dieser Größenordnung signalisieren in jedem Fall das Vorliegen ungünstiger technologischer Eigenschaften des Extraktes sowie eine problematische Fahrweise der Extraktgewinnung und verursachen im Regelfall Filtrationsprobleme in der nachfolgenden Extraktreinigung die nach 60 - 90 min eintreten werden.

6. Optimierung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens

Ein bedeutender technologischer Schritt für die Einführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt ist die Optimierung des Absetzverhaltens des vorgekalkten Extraktes. Hierzu wurden zahlreiche Untersuchungen im Labor und technischen Maßstab hinsichtlich des Eindickungsgrades, der Trübung im Überlauf (Klarsaft) sowie des Trockensubstanzgehaltes im Unterlauf (Dünnschlamm) durchgeführt. Außerdem wurden Flockungshilfsmittel (Art und Menge) ausgewählt sowie die Sedimentationsbedingungen im Dekanteur (Alkalität und Temperatur des vorgekalkten Extraktes und Dekantationszeit) durch umfangreiche Laboruntersuchungen ermittelt. Diese Untersuchungen wurden mit Hilfe einer Laborversuchsanlage (Fa. Dorr-Oliver) im Labor und eines Versuchsdekanteurs

(Versuchseindickers) mit einem Volumen von 20 m^3 mit einem besonderen Krählwerk in einer großtechnischen Versuchsanlage (sog. Picket fence von Fa. Dorr-Oliver[®]) durchgeführt. Abbildung 6-1 zeigt die schematische Darstellung des Dorr-Oliver-Dekanteurs[®] mit dem Picket fence Krählwerk.

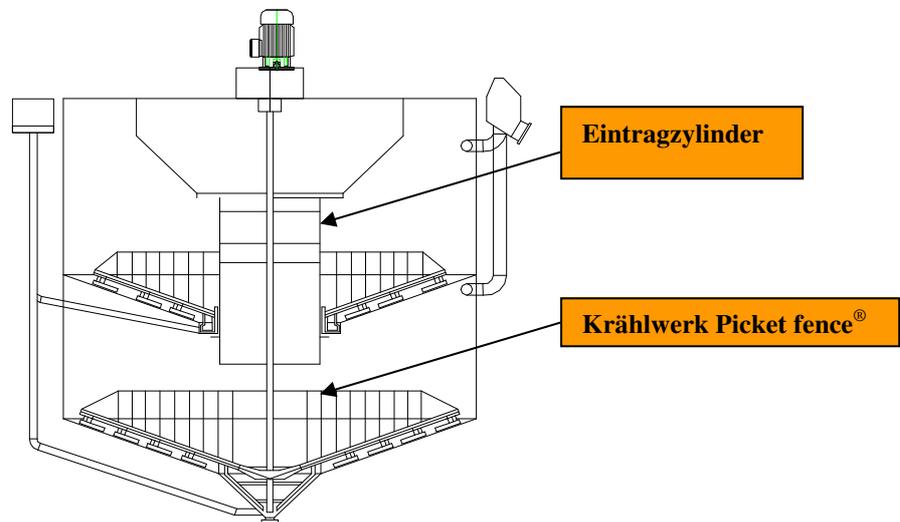


Abb. 6-1: Dorr-Oliver[®] Dekanteur mit Picket fence Krählwerk (zwei Kammern)

Das Krählwerk befindet sich im Schlammbett und verbessert die Eindickung und die Entsaftung des Schlammes in der Kompressionszone. Die schematische Darstellung der Versuchsanlage im Werk B (in den Kampagnen 2005 bis 2007) wird in Abbildung 6-2 gezeigt.

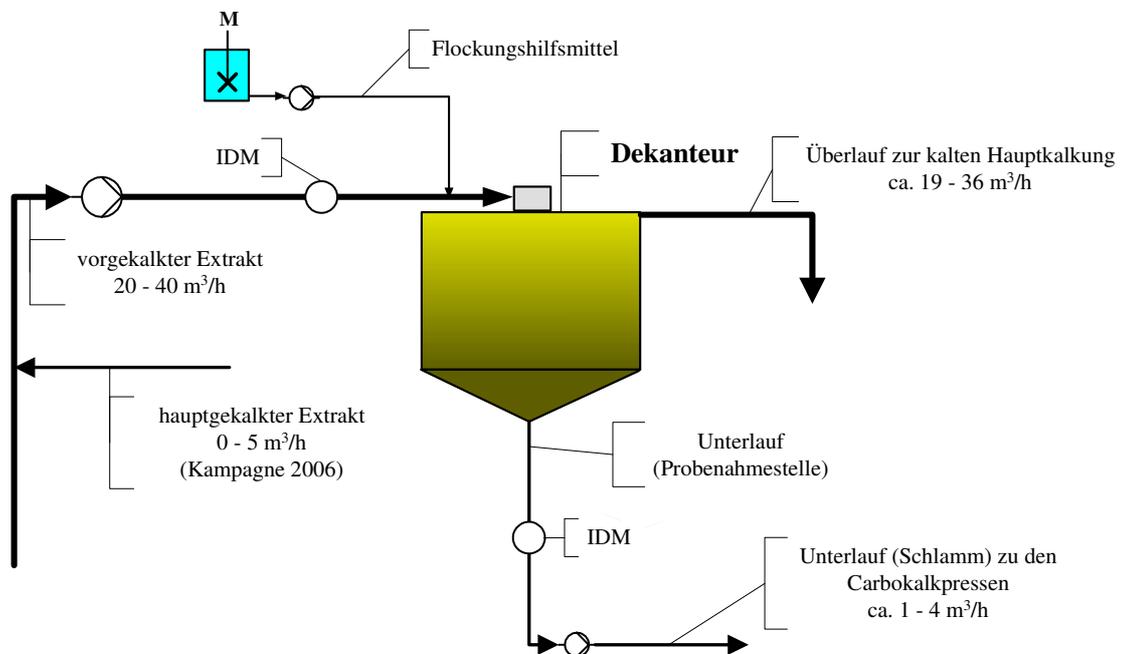


Abb. 6-2: Versuchsanlage im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Es wurde kontinuierlich $20 \text{ m}^3/\text{h}$ vorgekalkter Extrakt nach der Zugabe vom Flockungshilfsmittel (2 ppm) dem Versuchsdekanteur zugeführt. Der Unterlauf aus dem

Versuchsdekanteur wurde kontinuierlich entnommen und zu den Carbokalkpressen geleitet. Der Überlauf (Klarsaft) aus dem Versuchsdekanteur wurde in die kalte Hauptkalkung zurückgefördert. Abbildung 6-3 zeigt den Versuchsdekanteur (Volumen von 20 m³) in der Außenansicht sowie das eingesetzte Rührwerk mit Strombrechern in Bodennähe im Werk B.



Abb. 6-3: Versuchsdekanteur (Fa. Dorr-Oliver®) und innerer Aufbau (eine Kammer)

Tabelle 6-1 zeigt die technischen Daten des Versuchsdekanteurs von Fa. Dorr-Oliver®.

Tab. 6-1: Technische Daten des Versuchsdekanteurs Fa. Dorr-Oliver®

Parameter	Einheit	
Durchmesser	m	2,5
Zylinderhöhe	m	4,5
Gesamthöhe	m	6,5
Gefälle des Bodens	°	20
Leistungsaufnahme des Motors	KW	0,25
Drehzahl des Motors	1/min	1450
Umdrehung des Krählwerkes	1/min	0,4
Baumaterial		Hartstahl
Leergewicht	kg	4950
V	m ³	20
\bar{t}	min	60
pH-Wert des Zulaufes		7 - 12
Feststoffzufuhr	t/h	maximal 1,2
\dot{V}	m ³ /h	20
$\dot{V}_{\text{Unterlauf}}$	m ³ /h	1 - 12
$\dot{V}_{\text{Überlauf}}$	m ³ /h	8 - 19

Die Anlage für die Dosierung des Flockungshilfsmittels (im Werk B) ist in Abbildung 6-4 dargestellt.



Abb. 6-4: Herstellungs- und Dosierungsstation der Flockungshilfsmittellösung

Die erforderliche Flockungshilfsmittelmenge (2 ppm) wurde diskontinuierlich hergestellt (in Wasser gelöst) und mit Hilfe einer regelbaren Dosierpumpe zum vorgekalkten Extrakt unmittelbar vor dem Einlauf des Versuchsdekanteurs gegeben.

6.1. Optimierung der Vorkalkung

Die wichtigste Voraussetzung für die effektive Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens ist die optimale Arbeitsweise der Vorkalkung. Hierzu wurden folgende Untersuchungen zur Optimierung der Vorkalkung in den Kampagnen 2005 bis 2007 im Werk B durchgeführt.

6.1.1. Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Vorkalkung

Die Funktionsweise der in Betrieb befindlichen Vorkalkungsapparate beruht auf dem Vorschlag von *Brieghel-Müller (1952)*, d. h. der progressiven Alkalisierung des Extraktes im Gegenstrom durch bereits alkalisierten Extrakt. Dieser Apparat besteht aus einem Trog mit halbkreisförmigem Boden. Dieser ist durch Querwände in 7 Kammern unterteilt. Die oberen Teile der Querwände (Klappen) sind einstellbar. Sie können jeweils um die senkrechten Achsen gedreht werden. Im kreisförmigen Unterteil der Kammern befindet sich ein Rührwerk. Bei Verstellung der Klappen bildet sich eine Rückströmung von gekalktem Extrakt aus, die sich bis zum Einlauf des Extraktes auswirkt. Die Menge von zurückgeführtem Extrakt ist von der Klappeneinstellung und der Drehzahl des Rührwerkes abhängig. Die Temperatur des vorgekalkten Extraktes betrug 61 - 62 °C. Nach *Ajdari Rad, 2002* und *Ajdari Rad und Senge 2002* (siehe Gleichungen 1 und 2 im Kapitel 3.5.2) ist eine Verweilzeit in der Vorkalkung von ca. 22,0 min für die optimale Flockenbildung erforderlich. Tabelle 6-2 gibt die Daten des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes aus den Kampagnen 2005 bis 2007 im Werk B an.

Tab. 6-2: Kampagnedaten des Werkes B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Parameter	Einheit	Kampagne 2005	Kampagne 2006	Kampagne 2007
Rübenverarbeitung	t/d	16480	16122	16148
Abzug	%	105	105	109
Extraktvolumen	m ³ /h	680	666	682
w _{TS, Ex}	%	17,6	16,9	18,3
w _{Z, Ex}	%	16,4	15,6	17,1
q _{Ex}	%	93,18	92,31	93,44
pH-Wert des Extraktes		6,0	6,1	6,1
Kalkmilch zur Vorkalkung	m ³ /h	10,1	8,7	10,0
Schlammsaftkonzentrat-Rücknahme in die Vorkalkung	m ³ /h	95	89	83
Rücknahme des hauptgekalkten Extraktes in die Vorkalkung	m ³ /h	5	5	7
Dividenden-Grube	m ³ /h	42,9	26,3	14,5
vorgekalkter Extrakt	m ³ /h	833	795	797
̑ _{VK}	°C	61,5	64,8	68,6
t _{VK}	min	13,3	14,0	13,9

Anhand der Kampagnedaten (Tabelle 6-2) kamen 833 m³/h vorgekalkter Extrakt in der Kampagne 2005, 795 m³/h in der Kampagne 2006 und 797 m³/h in der Kampagne 2007 im Werk B zur weiteren Verarbeitung. Der Vorkalkungsapparat des Werkes B besitzt ein nutzbares Volumen von 185 m³. Nach Gleichung 29 wurden die mittleren Verweilzeiten berechnet.

$$\bar{t} = \left(\frac{V}{\dot{V}} \right) \text{ in s} \quad (29)$$

Somit sind die Verweilzeiten in der Vorkalkung des Werkes B in den Kampagnen 2005 und 2006 ca. 28 - 40 % geringer als die erforderliche Verweilzeit der Vorkalkung (nach *Ajdari Rad* und *Senge 2002*) von ca. 22,0 min (Vorkalkungstemperatur in der Kampagne 2005 ca. 61,5 °C und in der Kampagne 2006 ca. 64,8 °C).

Aus den ermittelten Daten wurde ein Vorschlag zur Erhöhung der Vorkalkungstemperatur für die Einhaltung der Temperatur-Verweilzeit-Korrelation (*Ajdari Rad* und *Senge 2002*) in der Vorkalkung des Werkes B ausgearbeitet. Die Temperaturerhöhung spielt insbesondere bei der Einführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens im Werk B in der Kampagne 2008 eine bedeutende Rolle. Deshalb wurde in der Kampagne 2007 eine zusätzliche Extraktanwärmung (ehemalige Wärmetauscher des hauptgekalkten Extraktes) für die Anhebung der Extrakttemperatur zugeschaltet. Dadurch betrug die Temperatur des vorgekalkten Extraktes in der Kampagne 2007 ca. 68 °C. Durch diese Maßnahme soll nach *Ajdari Rad* und *Senge (2002)*

die berechnete mittlere Verweilzeit der Vorkalkung (siehe Gleichung 1) von 13,9 min (in der Kampagne 2007) ausreichen.

6.1.2. Die pH-Führung in der Vorkalkung

Die pH-Führung und der pH-Wert des optimalen Flockungspunktes sind wesentliche Steuergrößen in der Vorkalkung. Ein grobkörniger Niederschlag mit guten Sedimentations- und Filtrationseigenschaften kann durch die optimale Fällung der Kolloidstoffe erreicht werden. Bei einer überlasteten Vorkalkung mit rascher Alkalisierung, insbesondere bei einer Überalkalisierung entsteht ein feinkörniger Niederschlag mit schlechten Sedimentations- und Filtrationseigenschaften. Der optimale Flockungspunkt der Vorkalkung von 11,40 - 11,50 wurde nach der photometrischen Methode (*Kraus et al. 1997*) ermittelt. Die pH-Kurve in der Vorkalkung des Werkes B (in den Kampagnen 2005 bis 2007) ist in der folgenden Abbildung 6-5 ersichtlich.

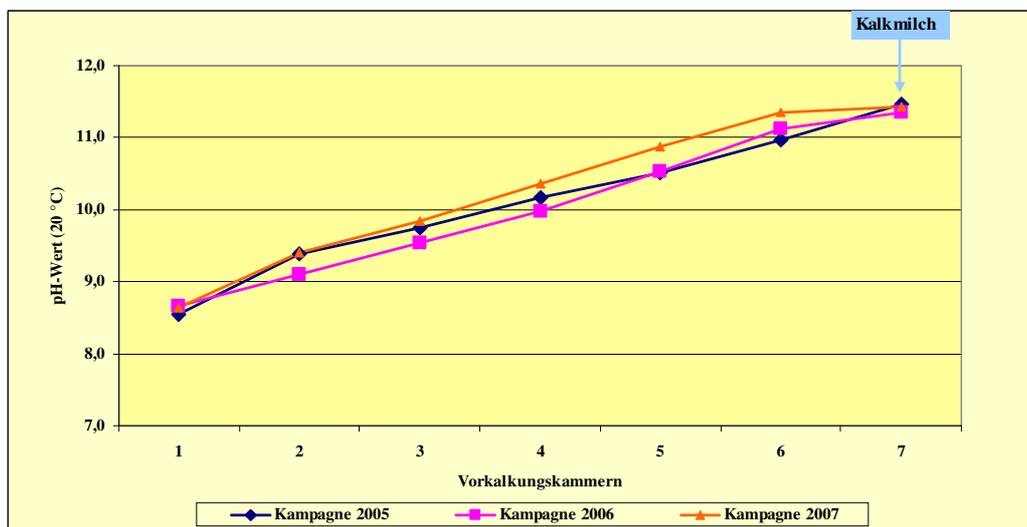


Abb. 6-5: pH-Verlauf in der Vorkalkung des Werkes B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Nach der Rückführung von ca. 6 m³/h hauptgekalkten Extrakt, ca. 86 m³/h konzentrierter Calciumcarbonatsuspension und einer Extraktvoralkalisierung mit Natronlauge von ca. 100 l/h konnte eine optimale pH-Führung nach *Ajdari Rad* und *Senge 2003* in der Vorkalkung des Werkes B in der Kampagne 2007 erreicht werden.

6.1.3. Schlammsaftkonzentrat-Rücknahme in der Vorkalkung

Für die Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens ist die Rückführung eines Teilstroms des Schlammsaftkonzentrates zur Alkalisierung des Extraktes in den ersten Kammern der Vorkalkung, welche in den deutschen Zuckerfabriken üblich ist, nicht erforderlich. Beim SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren soll ein Teilstrom des hauptgekalkten Extraktes bei Bedarf zur Alkalisierung des Extraktes in den ersten Kammern der Vorkalkung verwendet werden. Im Werk B war wegen einer stark überlasteten Vorkalkung in den Kampagnen 2005 bis 2007 dies nicht möglich. Deshalb mussten in den Kampagnen 2005 bis

2007 jeweils ca. 83 - 95 m³/h Schlammsaftkonzentrat zur Alkalisierung der ersten Kammern der Vorkalkung zurückgeführt werden. Das Vorhandensein von Calciumcarbonatsuspension im vorgekalkten Extrakt ist für die Absetzbarkeit des vorgekalkten Extraktes im nachgeschalteten Dekanteur vorteilhaft. Für den angestrebten Verwendungszweck zur Erzeugung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt ist es unerwünscht.

6.2. Optimierung des Absetzverhaltens von vorgekalktem Extrakt

Der erste Schritt zur Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt erfolgt in einem Dekanteur mit einer besonderen Krählwerksgestaltung (Dorr-Oliver®). Umfangreiche Untersuchungen wurden zur Optimierung des Absetzverhaltens des vorgekalkten Extraktes im Labor durchgeführt. Hierbei wurden mehrere Flockungshilfsmittel (Art und Menge) getestet. Darüber hinaus wurden die Einflüsse der Temperatur und Alkalität auf das Absetzverhalten des vorgekalkten Extraktes geprüft.

6.2.1. Flockungsmittelart und -dosierungsmenge

Unter Flockungshilfsmitteln oder Dekantationsbeschleunigern versteht man Produkte, die das Zusammenballen von Feststoffpartikeln zu großen Einheiten mit verbessertem Dekantationsvermögen bewirken (siehe Kapitel 3.9). Es wurden unterschiedliche Flockungshilfsmittel (Eigenschaften der Flockungshilfsmittelsorten siehe im Anhang in der Tabelle 12-6) hinsichtlich ihres Einflusses auf das Sedimentationsverhalten des vorgekalkten Extraktes getestet (Abbildung 6-6).

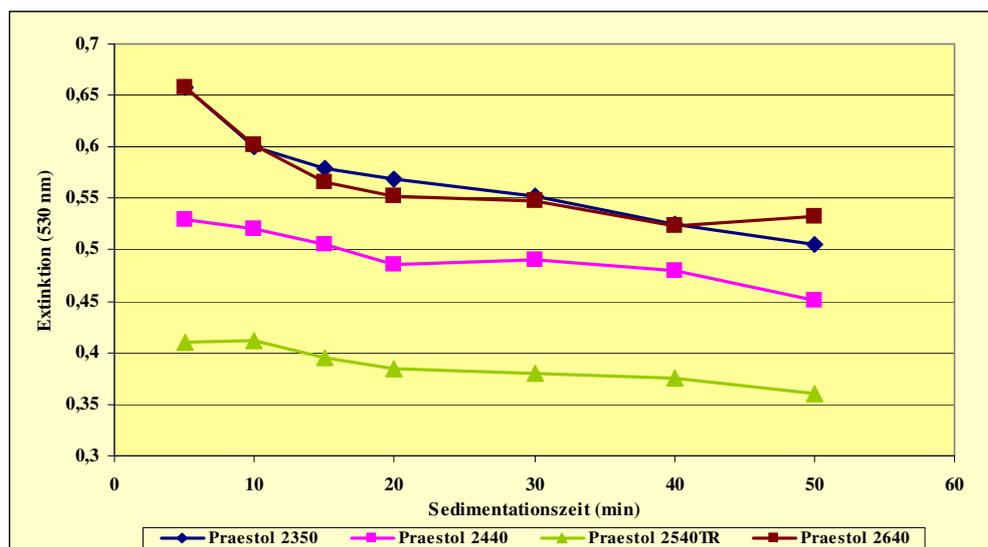


Abb. 6-6: Sedimentationsversuche mit 2 ppm bei 60 °C

Aus den ermittelten Ergebnissen (Extinktion im Überstand bei 530 nm) in Abbildung 6-6 kann festgestellt werden, dass Praestol 2540 TR den besten Wirkungsgrad aufweist. Weiterhin wurden zahlreiche Versuche (fünffache Bestimmung) zum Vergleich zwischen

Praestol 2540 TR und anderen Flockungshilfsmitteln (Magnafloc LT 27 und Clarflok AN 945) mit unterschiedlichen Dosierungsmengen durchgeführt (Abbildungen 6-7 und 6-8).

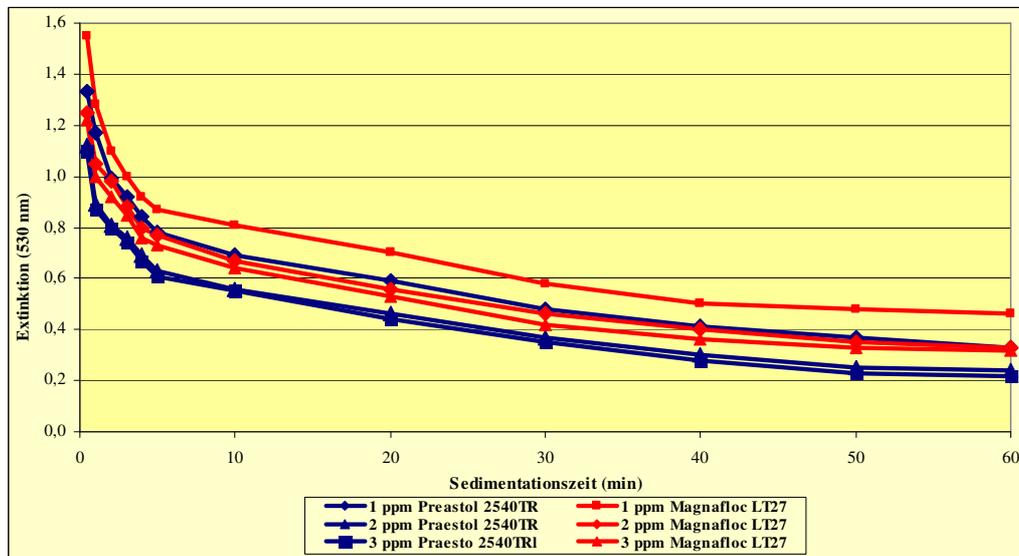


Abb. 6-7: Versuche mit 1 – 3 ppm Praestol 2540 TR und 1 – 3 ppm Magnafloc LT 27 bei 60 °C (Kampagne 2004)

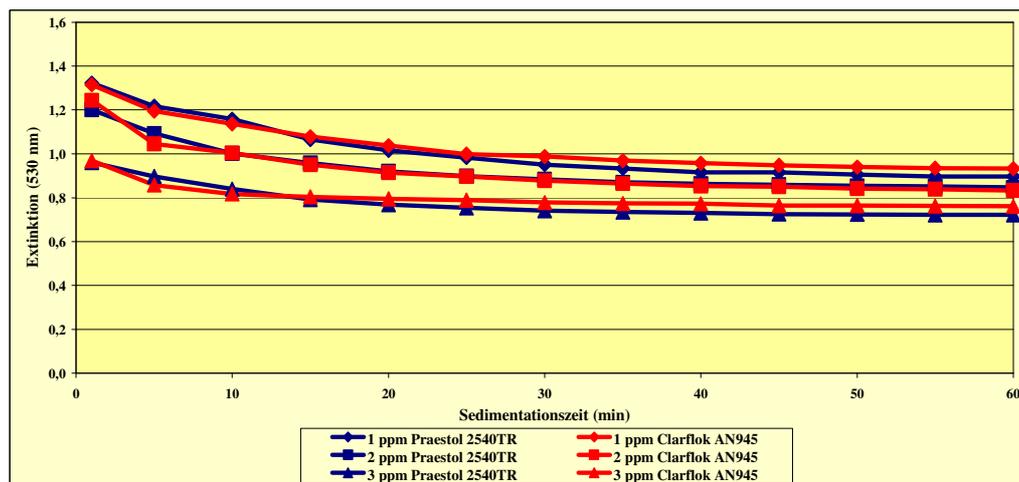


Abb. 6-8: Versuche mit 1 – 3 ppm Praestol 2540 TR und 1 – 3 ppm Clarflok AN 945 bei 60 °C (Kampagne 2005)

Aus den Abbildungen 6-7 und 6-8 ist ersichtlich, dass bei Praestol 2540 TR-Applikation im vorgekalkten Extrakt das beste Sedimentationsverhalten (Extinktion im Überstand bei 530 nm gemessen) vorliegt. Es wurden ähnliche Sedimentationsgeschwindigkeiten von 10-11 cm/min beim Einsatz von den genannten Flockungshilfsmitteln (Praestol 2540 TR, Magnafloc LT 27 und Clarflok AN 945) festgestellt.

6.2.2. Einfluss der Vorkalkungstemperatur

Ein wichtiger Parameter zur Bewertung des Wirkungsgrades eines Flockungshilfsmittels ist die Medientemperatur. Für die Ermittlung des Einflusses der Temperatur auf den Wirkungsgrad des Flockungshilfsmittels (Praestol 2540 TR; 2ppm) wurden Untersuchungen mit dem vorgekalkten Extrakt bei unterschiedlichen Temperaturen (60, 70 und 80 °C) durchgeführt (Abbildung 6-9).

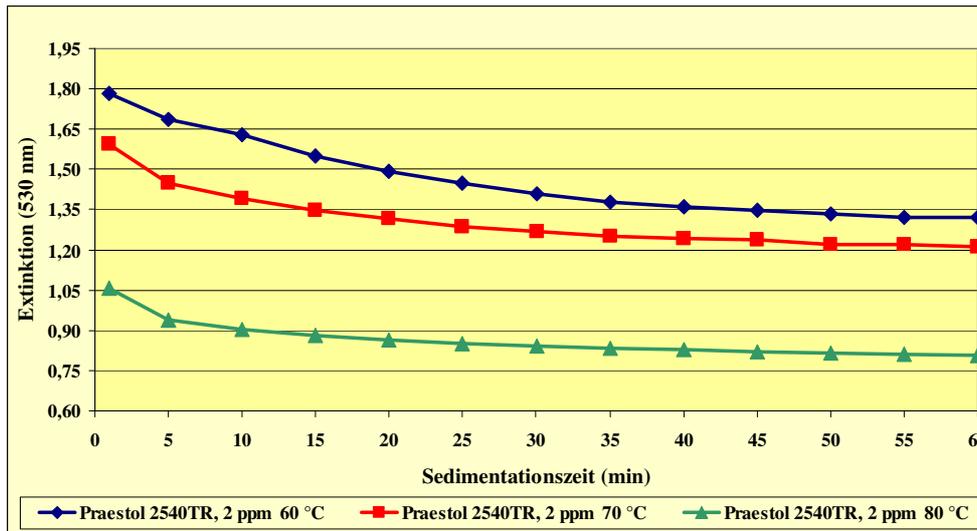


Abb. 6-9: Sedimentationsversuche mit unterschiedlichen Temperaturen

Es ist eine deutliche Abhängigkeit der Extinktionsabnahme im Überstand der Probe von der Temperatur in Abbildung 6-9 erkennbar. Das verbesserte Sedimentationsverhalten bzw. die Extinktionsabnahme wird im Wesentlichen durch die reduzierte Viskosität bei höheren Temperaturen erreicht. Da die Vorkalkungstemperatur von anderen Faktoren (z. B. Vorkalkungsdauer) beeinflusst wird, kann man nicht die Vorkalkungstemperatur unbeschränkt erhöhen. Erst nach der Durchführung einer kalten Hauptkalkung (siehe Kapitel 7.10) ist eine Temperaturerhöhung des hauptgekalkten Extraktes sinnvoll. Hierbei soll der Einfluss einer weiteren Alkalisierung des vorgekalkten Extraktes vor dem Dekanteur untersucht werden.

6.2.3. Einfluss der Alkalität auf den vorgekalkten Extrakt

In einer weiteren Versuchsreihe konnte der Einfluss einer Hochalkalisierung des vorgekalkten Extraktes (von 0,2 g CaO/100 ml auf 0,4 g CaO/100 ml) vor der Dekantation festgestellt werden (Abbildung 6-10).

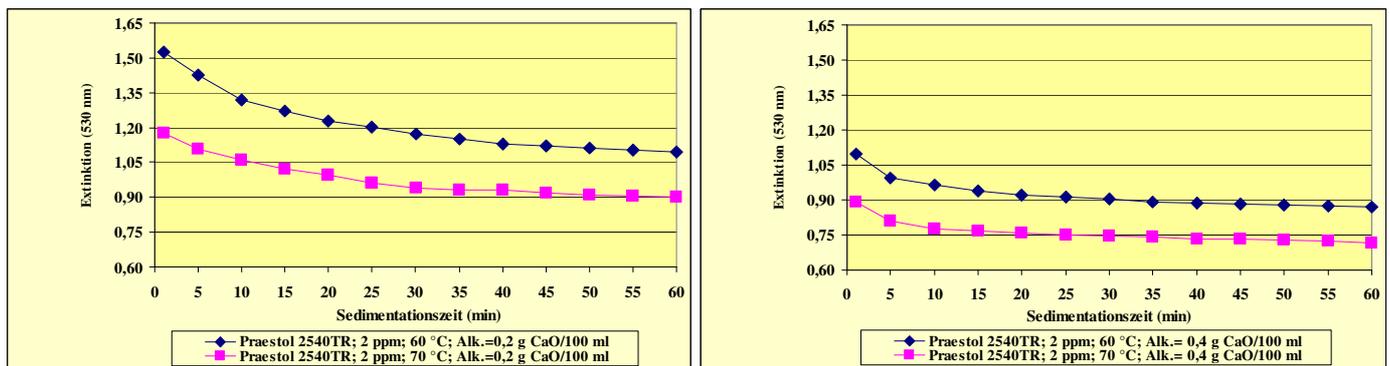


Abb. 6-10: Sedimentationsversuche bei unterschiedlichen Temperaturen und Alkalitäten des vorgekalkten Extraktes

In der Abbildung 6-10 ist eine Reduzierung der Extinktion (Trübung im Überstand) nach der Hochalkalisierung des vorgekalkten Extraktes zu erkennen. Diese Tatsache kann folgende Verbesserungspotenziale im SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren ermöglichen:

1. Die Hochalkalisierung des vorgekalkten Extraktes reduziert eine evtl. Kontaminationsgefahr im Dekanteur.
2. Die Hochalkalisierung des vorgekalkten Extraktes begünstigt sehr stark die Amidverseifung im Dekanteur
3. Durch Verbesserung der Amidverseifung kann die bisherige Grenze der Hauptkalkungsalkalität ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,6 \text{ g CaO}/100 \text{ ml}$; *Ajdari Rad et al. 2008*) hinsichtlich der Thermostabilität des gereinigten Extraktes gezielt reduziert werden.
4. Nach der Hochalkalisierung kann eine Erhitzung des vorgekalkten Extraktes ohne Qualitätsreduzierung des gereinigten Extraktes und eingedickter Lösung stattfinden.

6.2.4. Flockungsmittel natürlicher Herkunft

Nach der Verordnung über das Inverkehrbringen von Düngemitteln, Bodenhilfsstoffen, Kultursubstraten und Pflanzenhilfsmitteln (Düngemittelverordnung-DüMV) vom 26. November 2003 dürfen ab 2013 keine Polyacrylamide oder Mineralöle als Aufbereitungshilfsmittel verwendet werden und durch die Verwendung anderer Aufbereitungshilfsmittel darf keine Erhöhung von Schadstoffgehalten erfolgen (DüMV 26.11.2003). Aus diesem Grund wurden zahlreiche Labor- und technische Untersuchungen mit vorgekalktem Extrakt sowie mit der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation durchgeführt (jeweils dreifache Bestimmungen). Es wurde ein optimales natürliches Flockungshilfsmittel (Art und Menge) gesucht, welches die Anforderungen im SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren erfüllen kann. Hierbei wurden drei Flockungshilfsmittel Defofloc 24 CG und 26 CG (Cellulosederivate, Firma Defotec) und ZFT 1220 (Stärkederivate, Zuckerforschung Tulln) im Vergleich mit Praestol 2540 TR getestet (Eigenschaften der Flockungshilfsmittelsorten siehe im Anhang in der Tabelle 12-7). Abbildung 6-11 zeigt die Extinktion im Überstand des vorgekalkten Extraktes (Alkalität von $0,18 \text{ g CaO}/100 \text{ ml}$) nach einer Dekantationszeit von 60 min bei $60 \text{ }^\circ\text{C}$.

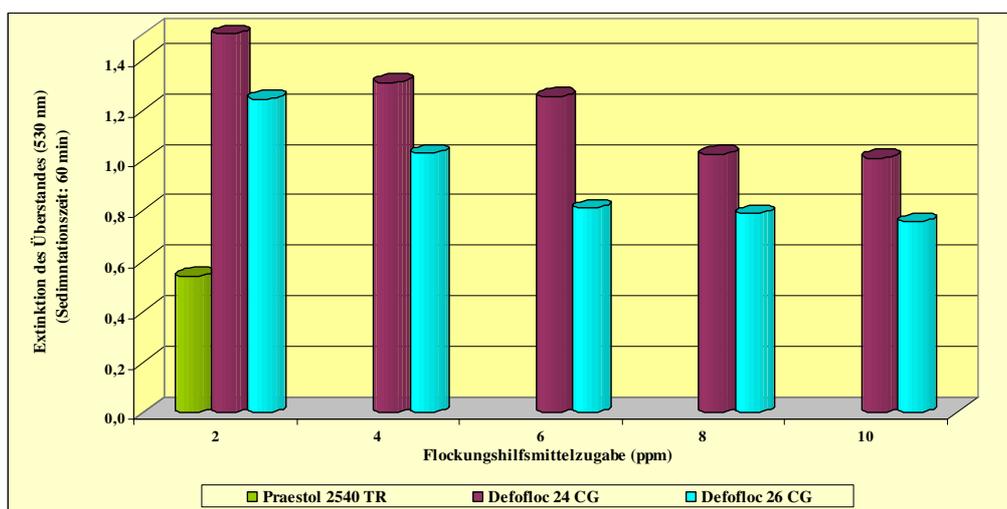


Abb. 6-11: Sedimentationsversuche mit 2 ppm Praestol 2540 TR und 2 – 10 ppm Defofloc 24 CG und 26 CG (Temperatur von $60 \text{ }^\circ\text{C}$; Alkalität von $0,18 \text{ g CaO}/100 \text{ ml}$)

Das Flockungshilfsmittel Defofloc 26 CG ist für den vorgekalkten Extrakt effektiver als Defofloc 24 CG (Abbildung 6-11). Für die Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens ist im Überlauf eine geringere Extinktion als 1,0 erforderlich.

Daher muss bei Verwendung des Flockungshilfsmittels Defofloc 26 CG mit dem ca. 3 -4fachen Verbrauch (wie bei Praestol 2540 TR) gerechnet werden. In der folgenden Abbildung 6-12 ist die Extinktion im Überstand eines vorgekalkten hochalkalisierten Extraktes (Alkalität von 0,4 g CaO/100 ml) nach einer Dekantationszeit von 60 min bei 60 °C dargestellt.

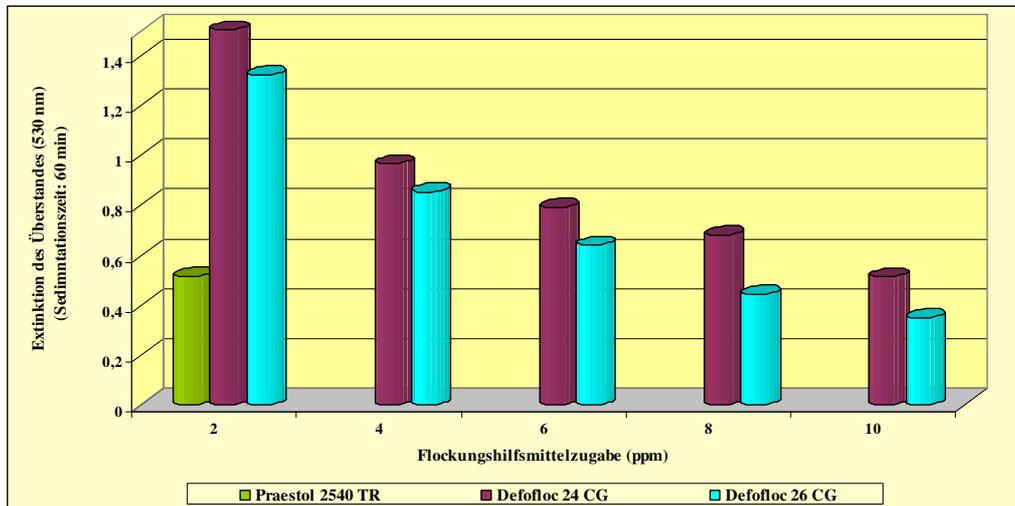


Abb. 6-12: Sedimentationsversuche mit 2 ppm Praestol 2540 TR und 2 – 10 ppm Defofloc 24 CG und 26 CG (Temperatur von 60 °C; Alkalität von 0,4 g CaO/100 ml)

Vergleicht man Abbildung 6-12 mit Abbildung 6-11, verbessert sich die Trübung im Überstand der Probe mit dem Anstieg der Alkalität. In diesem Fall muss bei der Verwendung des Flockungshilfsmittels Defofloc 26 CG um das ca. 2-3fache (wie bei Praestol 2540 TR) mit einem erhöhten Verbrauch gerechnet werden. Die technischen Versuche mit dem Flockungshilfsmittel Defofloc 26 CG wurden mit Hilfe des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2006 durchgeführt (siehe Kapitel 6.4). Abbildung 6-13 zeigt die Extinktion im Überstand eines vorgekalkten Extraktes (Alkalität von 0,18 g CaO/100 ml) nach einer Dekantationszeit von 60 min bei 60 °C (Vergleich zwischen Praestol 2540 TR und ZFT 1220).

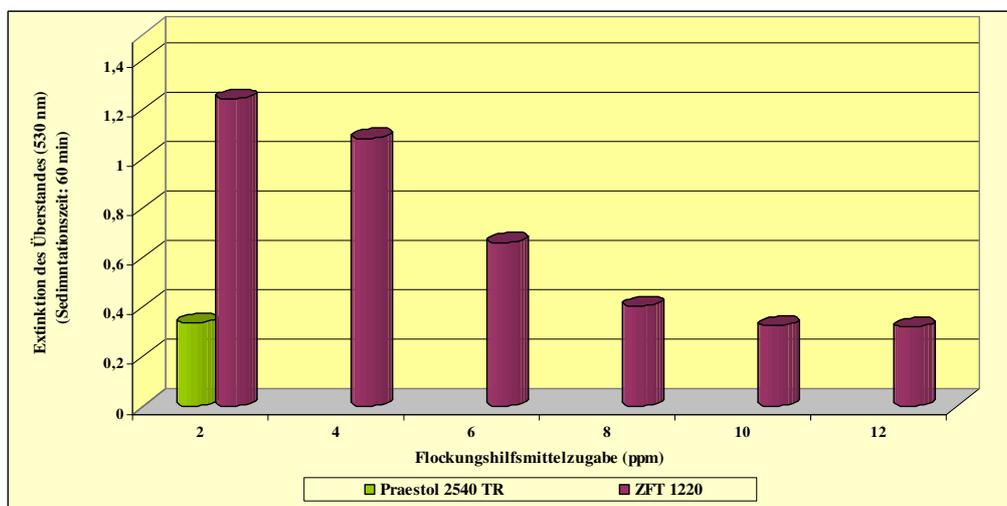


Abb. 6-13: Sedimentationsversuche mit 2 ppm Praestol 2540 TR und 2 – 12 ppm ZFT 1220 (Temperatur von 60 °C; Alkalität von 0,18 g CaO/100 ml)

Bei der Verwendung des Flockungshilfsmittels ZFT 1220 ist mit dem 3-4fachen Verbrauch (wie bei Praestol 2540 TR) zu kalkulieren. Die technischen Versuche mit dem Flockungshilfsmittel ZFT 1220 wurden in der Kampagne 2007 mit Hilfe des Versuchsdekanteurs im Werk B erfolgreich durchgeführt (siehe Kapitel 6.4). Die Extinktion im Überstand eines vorgekalkten hochalkalisierten Extraktes (Alkalität von 0,4 g CaO/100 ml) nach einer Dekantationszeit von 60 min bei 60 °C zum Vergleich zwischen Praestol 2540 TR und ZFT 1220 wird in Abbildung 6-14 dargestellt.

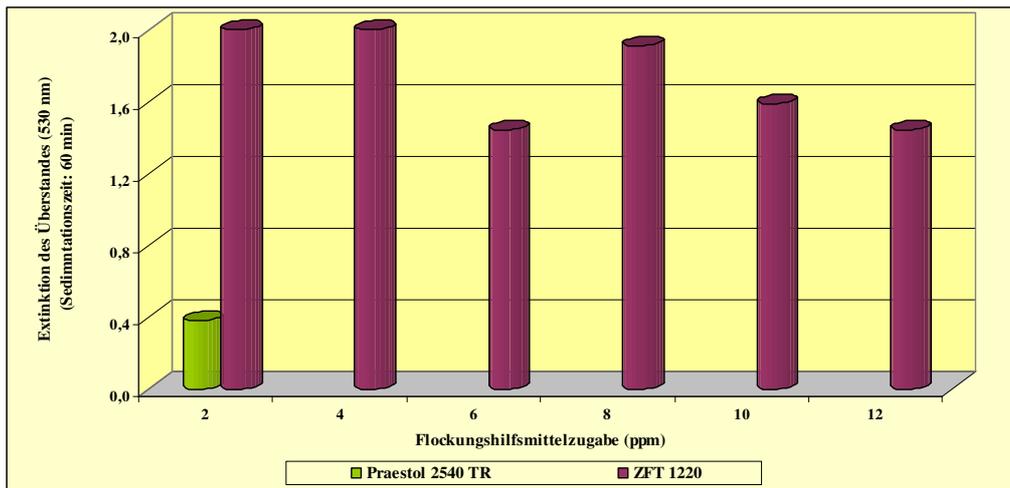


Abb. 6-14: Sedimentationsversuche mit 2 ppm Praestol 2540 TR und 2 – 12 ppm ZFT 1220 (Temperatur von 60 °C; Alkalität von 0,4 g CaO/100 ml)

Das Flockungshilfsmittel ZFT 1220 (Abbildung 6-14) ist keine Alternative zum Einsatz in diesem Fall (Alkalität von 0,4 g CaO/100 ml).

Abbildung 6-15 zeigt den FK-Wert einer Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation nach der Zugabe von Praestol 2540 TR, Defofloc 24 CG und 26 CG.

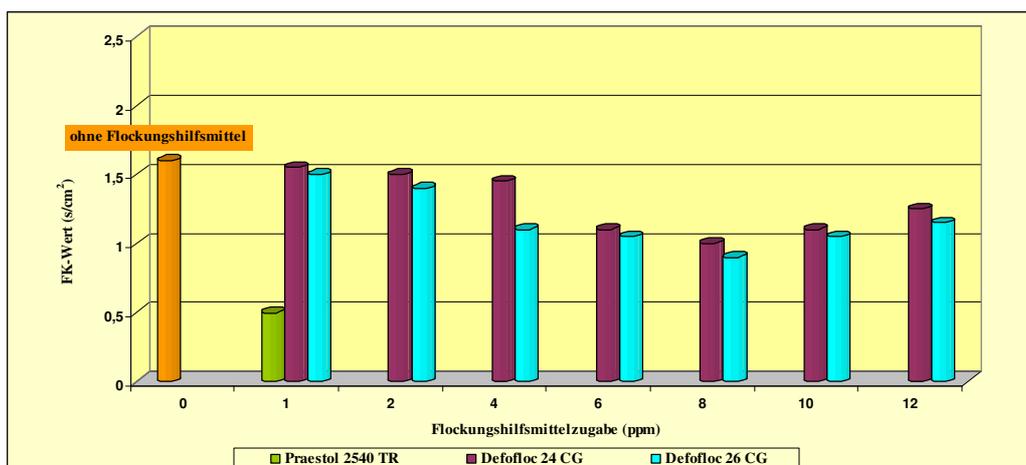


Abb. 6-15: FK-Werte der Calciumcarbonatsuspensionen der 1. Carbonatation nach der Zugabe von unterschiedlichen Flockungshilfsmitteln

Mit dem ca. achtfachen Verbrauch an Flockungshilfsmittel Defofloc 24 CG und 26 CG kann eine Verbesserung des FK-Wertes bei der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation verwirklicht werden (Abbildung 6-15). Eine weitere Erhöhung der Dosiermenge führte zum Anstieg des FK-Wertes infolge des Anstieges der Viskosität in der Lösung.

Abbildung 6-16 zeigt den FK-Wert einer Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation nach der Zugabe von Praestol 2540 TR und ZFT 1220.

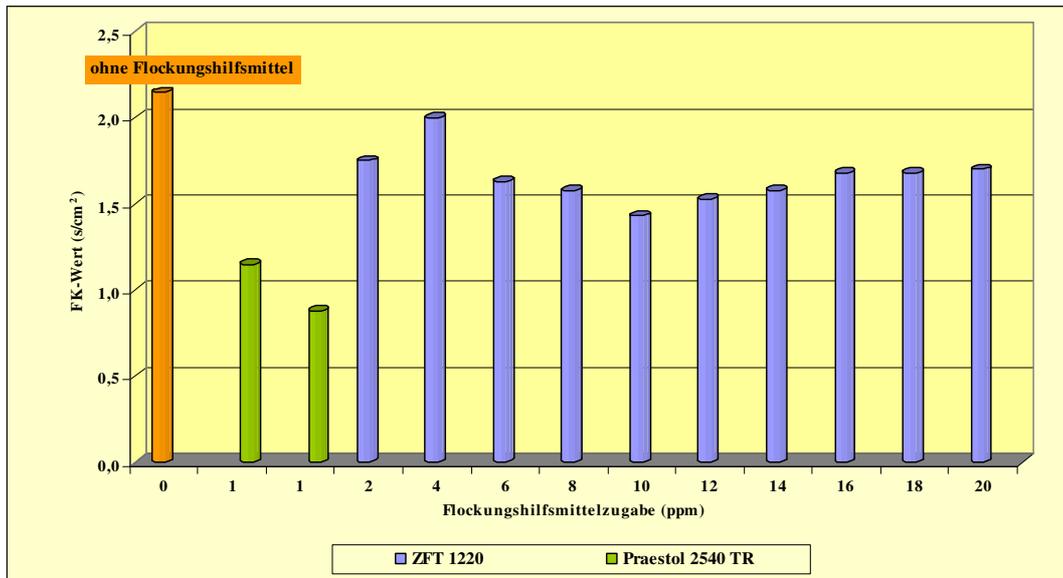


Abb. 6-16: FK-Werte der Calciumcarbonatsuspensionen der 1. Carbonatation nach der Zugabe von unterschiedlichen Flockungshilfsmitteln

Mit dem ca. zehnfachen Verbrauch an Flockungshilfsmittel ZFT 1220 wurde eine Verbesserung des FK-Wertes bei der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation ermittelt (Laboruntersuchungen). Das Flockungshilfsmittel ZFT 1220 wurde in der Kampagne 2007 mit Erfolg im Werk A eingesetzt. Abbildung 6-17 zeigt die Versuchsergebnisse mit dem Flockungshilfsmittel Praestol 2540 TR und ZFT 1220 im Werk A in der Kampagne 2007.

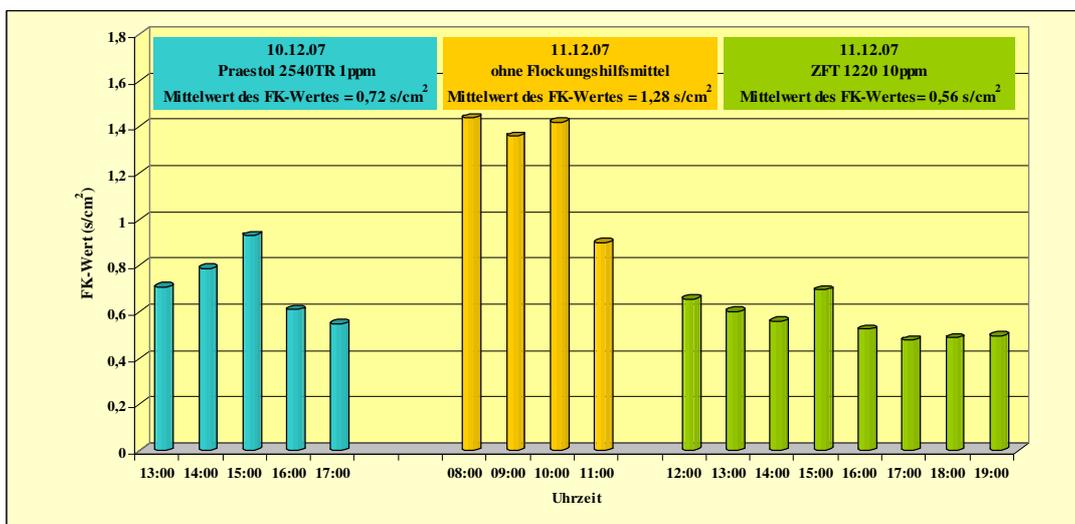


Abb. 6-17: FK-Werte der Calciumcarbonatsuspensionen der 1. Carbonatation nach der Zugabe von unterschiedlichen Flockungshilfsmitteln im Werk A in der Kampagne 2007

6.2.5. Dextranhaltiger vorgekalkter Extrakt

In dem SZ/RT-Extrakteinigerungsverfahren spielt die Dekantation des vorgekalkten Extraktes eine zentrale Rolle. Dieser Prozessschritt muss insbesondere bei der Verarbeitung von alterierten bzw. frostgeschädigten Rüben berücksichtigt werden. Zur Überprüfung dieser Effekte wurden Laborversuche mit Dextranzusatz zum Extrakt von 0,1 - 0,3 g/l durchgeführt. Nach der Durchführung der Vorkalkung ($\vartheta_{VK} = 60 \text{ }^{\circ}\text{C}$) wurde das Absetzverhalten des vorgekalkten Extraktes untersucht. Die Versuchsergebnisse sind in der Abbildung 6-18 dargestellt.

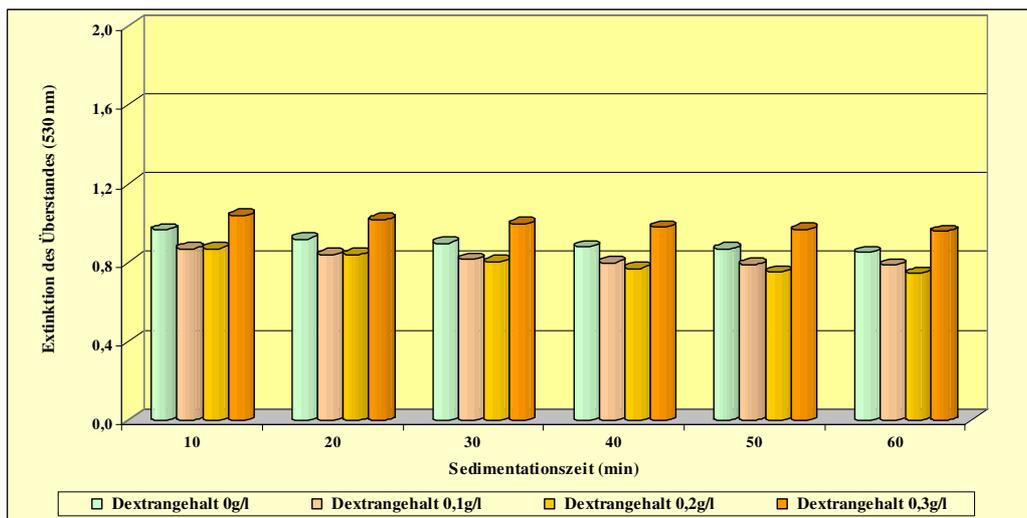


Abb. 6-18: Sedimentationsversuche mit dextranhaltigen vorgekalkten Extrakten bei $60 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Bei einer Dextranskonzentration bis zu 0,2 g/l kann keine Zunahme sondern eine Abnahme der Extinktion (Trübung im Überstand) beobachtet werden (Abbildung 6-18). Über diesen Effekt mit der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation wurde bereits vom mehreren Autoren wie z. B. *Schneider (1959)*, *Schneider (1971)*, *Baumgarten (1970)* und *Ajdari Rad (2002)* berichtet. Eine Zunahme der Extinktion im Überstand des vorgekalkten Extraktes kommt erst bei einem höheren Anteil von Dextran (über 0,2 g/l) vor.

6.3. Erforderliche Dekantationszeit

Die Ermittlung der erforderlichen Dekantationszeit wurde mit Hilfe eines Versuchsdekanteurs in den Werken B und C in den Kampagnen 2004 und 2005 durchgeführt. Es wurden vorgekalkte Extraktmengen von 20, 25, 30 und 35 m^3/h (Dekantationszeiten von 60, 48, 40 und 34 min) dem Versuchsdekanteur zugeführt (Werk C mit optimalen Vorkalkungsbedingungen in der Kampagne 2004). Dabei wurde die Extinktion im Überlauf (Klarlauf) und Feststoffgehalt im Unterlauf (Dünnschlamm) des Versuchsdekanteurs ermittelt und mit einander verglichen. In der Abbildung 6-19 kann man die Extinktion (Trübung) in unterschiedlichen Dekanteurebenen und

Überlauf (Klarlauf) bei unterschiedlichen Volumenströmen des vorgekalkten Extraktes und Dekantationszeiten sehen.

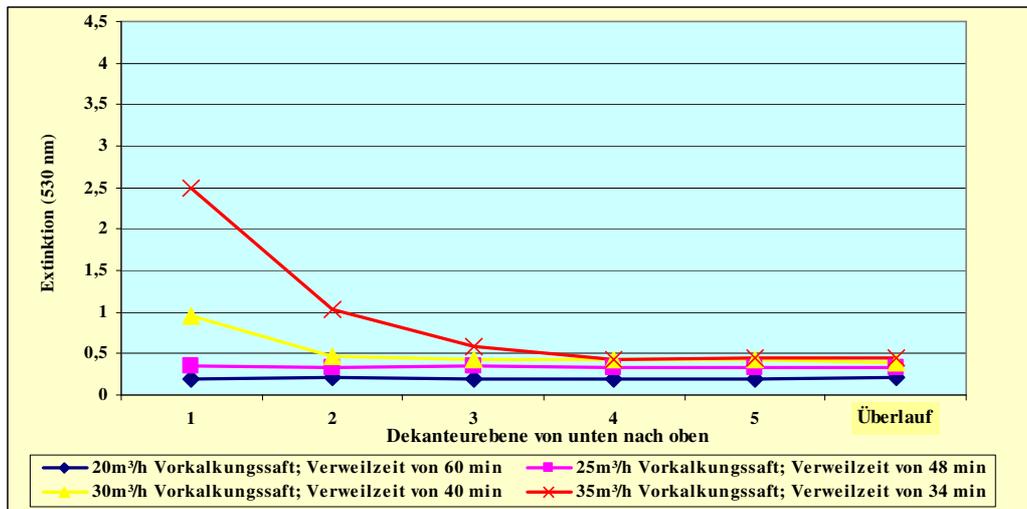


Abb. 6-19: Extinktion im vorgekalkten Extrakt aus unterschiedlichen Dekanteurebenen bei unterschiedlichen Dekantationszeiten (Werk C, Kampagne 2004)

Es wurde ein Eindickungsfaktor des vorgekalkten Extraktes (volumenbezogen) von ca. 19 (bei allen Volumenströmen des vorgekalkten Extraktes) ermittelt. Mit der Zunahme der vorgekalkten Extraktmenge wurden eine Reduzierung des Trockensubstanzgehaltes im Unterlauf sowie eine Erhöhung der Extinktion im Überlauf des Dekanteurs festgestellt. Bis zu einem Volumenstrom von ca. 30 m³/h konnten die erforderlichen Anforderungen für die Extinktion im Überlauf von < 1 eingehalten werden. Abbildung 6-20 zeigt die Trübstoffe im Überlauf des Versuchsdekanteur bei unterschiedlichen Volumenströmen des vorgekalkten Extraktes bzw. unterschiedlichen Verweilzeiten.



Abb. 6-20: Trübstoffe im Überlauf des Versuchsdekanteurs bei unterschiedlichen Volumenströmen (Werk C, Kampagne 2004)

Unter Berücksichtigung einer Zeitreserve von ca. 20 % beträgt die erforderliche Sedimentationszeit im Werk C mit einer optimalen Vorkalkung ca. 48 min. Diese erforderliche Verweilzeit wird als Grundlage für die Berechnung eines großtechnischen Dekanteurs im Werk C vorgegeben.

Die Untersuchungen zur Ermittlung der erforderlichen Aufenthaltszeit eines Dekanteurs nach der Vorkalkung wurden in der Kampagne 2005 im Werk B (mit einer überlasteten Vorkalkung) durchgeführt. Es wurden vorgekalkte Extraktmengen von 20, 25 und 30 m³/h (entspricht Dekantationszeiten von 60, 48 und 40 min) dem Versuchsdekanteur zugeführt. Dabei wurde die Extinktion im Überlauf (Klarsaft) sowie der Feststoffgehalt im Unterlauf „Dünnschlamm“ des Versuchsdekanteurs ermittelt und verglichen. Tabelle 6-3 zeigt die ermittelten Untersuchungsergebnisse (Partikelgröße und Sedimentationsgeschwindigkeit).

Tab. 6-3: Untersuchungsergebnisse bei unterschiedlichen Aufenthaltszeiten (Werk B, Kampagne 2005)

Volumenstrom des Zulaufes	Verweilzeit im Dekanteur	Partikelgröße im Zulauf (d50)	Partikelgröße im Überlauf (d50)	Sedimentationsgeschwindigkeit
m ³ /h	min	Vol % in µm	Vol % in µm	cm/min
20	60	100	5	10 – 13
25	48	100	8	10 – 13
30	40	100	20	10 - 13

Abbildung 6-21 zeigt die Extinktion in unterschiedlichen Dekanteurebenen und Überlauf (Klarsaft) bei unterschiedlichen Volumenströmen des vorgekalkten Extraktes und Dekantationszeiten.

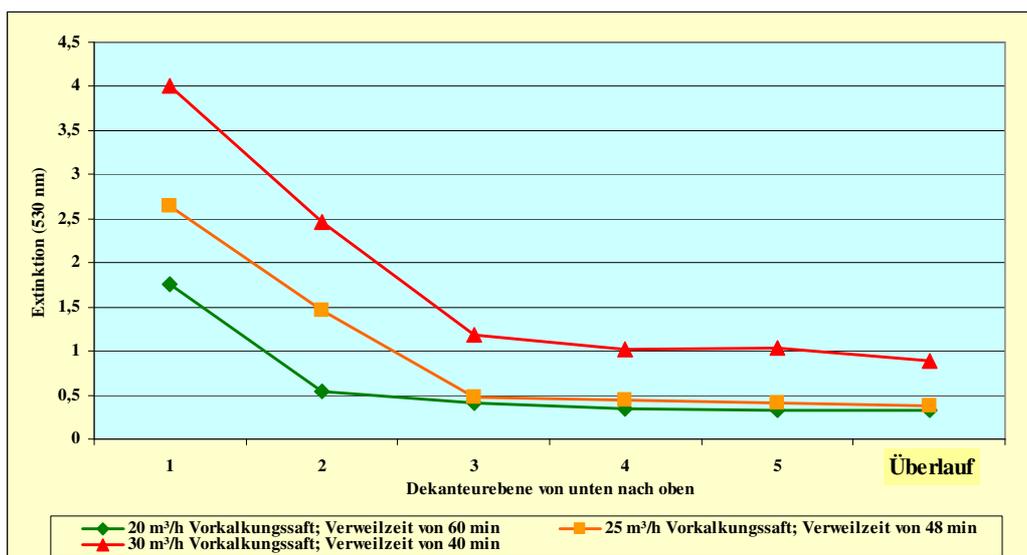


Abb. 6-21: Extinktion im vorgekalkten Extrakt aus unterschiedlichen Dekanteurebenen bei unterschiedlichen Dekantationszeiten (Werk B, Kampagne 2005)

Mit steigenden Volumenströmen an vorgekalktem Extrakt bzw. mit der Reduzierung der Dekantationszeiten wurde ein Anstieg der Trübung im Überlauf des Dekanteurs infolge des Anstieges des Schlammбетtes gefunden. Abbildung 6-22 zeigt die Proben aus unterschiedlichen Dekanteurebenen bei unterschiedlichen Zulaufmengen.

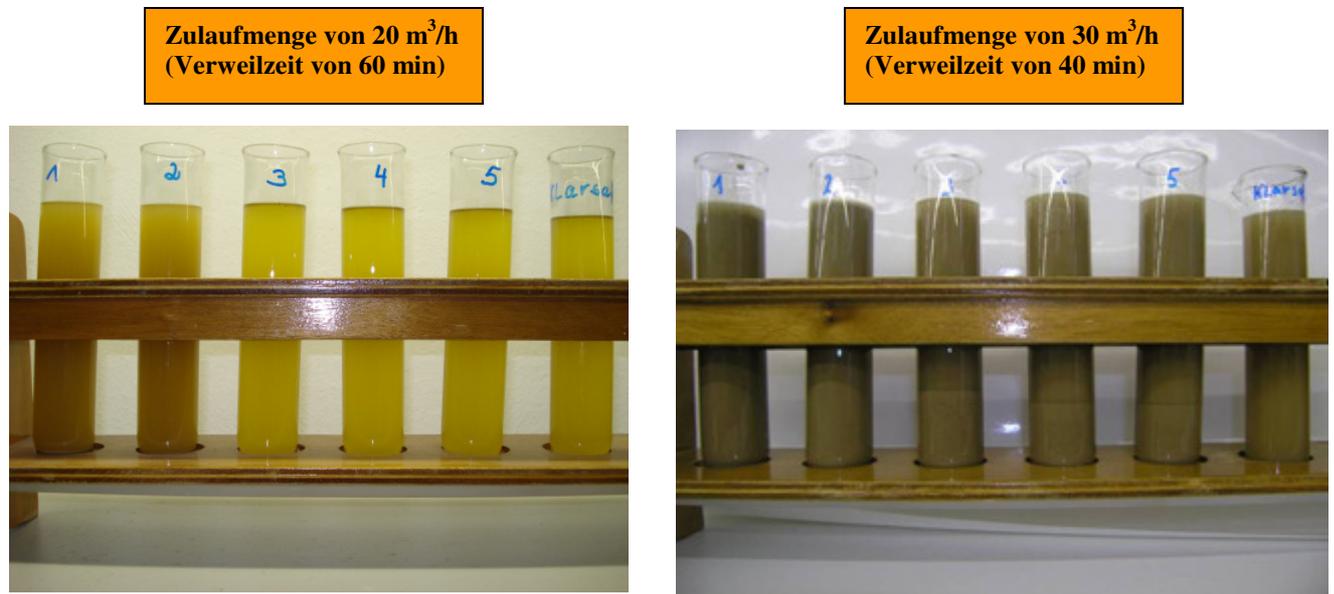


Abb. 6-22: Proben der unterschiedlichen Dekanteurebenen von unten (Probe 1) nach oben (Probe 5) und Überlauf (Klarsaft) bei unterschiedlichen Zulaufmengen

Unter Berücksichtigung einer Zeitreserve von ca. 20 % beträgt die erforderliche Sedimentationszeit im Werk B mit einer nicht optimalen Vorkalkung ca. 58 min. Diese erforderliche Verweilzeit soll für die Auslegung eines großtechnischen Dekanteurs im Werk B berücksichtigt werden.

6.4. Dauerversuche in den Kampagnen 2005 bis 2007

In den Kampagnen 2005 bis 2007 wurden Dauerversuche mit dem Versuchsdekanteur im Werk B durchgeführt. Dabei wurden folgende Parameter ständig während der Kampagne überwacht:

1. Massen- und Volumstrombilanz, statistische Verweilzeit
2. Trübung im Überlauf (als Extinktion bei 530 nm),
3. Feststoffgehalt im Unterlauf,
4. pH-Wert des Unterlaufes,
5. Temperatur des Unterlaufes
6. Energiebilanz

Tabelle 6-4 zeigt die Eigenschaften und analytische Daten des vorgekalkten Extraktes (ohne und mit Flockungshilfsmittelzugabe), des Unterlaufes und des Überlaufes vom Versuchsdekanteur zur Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt im Werk B in der Kampagne 2007 (dreifache Bestimmung).

Tab. 6-4: Angaben zum vorgekalkten Extrakt (ohne und mit Flockungshilfsmittelzugabe), Unterlauf und Überlauf eines Dekanteurs nach der Vorkalkung in der Kampagne 2007

Parameter	Einheiten	vorgekalkter Extrakt	Überlauf	Unterlauf
$w_{TS\text{gravimetrisch}}$	%	19,16	-	25,98
$w_{TS\text{refraktometrisch}}$	%	18,46	18,03	18,42
w_Z	%	16,62	16,40	16,16
w_Q	%	90,03	90,96	87,73
ρ	kg/m ³	1075	1072	1111
\dot{V}	m ³ /h	20	18,25	1,75
Feststoffgehalt	%	1,42	0,02	7,56
$\dot{m}_{\text{Feststoff}}$	kg/h	151	4	147
Partikelgröße (d50)	Vol % in μm	ohne Flockungshilfsmittel 10 - 20 mit Flockungshilfsmittel > 100	< 5	> 100

Aus der Tabelle 6-4 kann entnommen werden, dass ca. 97 % des Feststoffgehaltes des vorgekalkten Extraktes mit Hilfe eines optimierten Dekanteurs (Dorr-Oliver®) abgetrennt werden können.

Die Sedimentationsgeschwindigkeit des vorgekalkten Extraktes ohne Flockungshilfsmittelzugabe betrug ca. 0,6 - 1,0 cm/min. Nach einer Flockungshilfsmittelzugabe von 2 ppm betrug die Sedimentationsgeschwindigkeit des vorgekalkten Extraktes ca. 10 - 13 cm/min. Abbildungen 6-23 und 6-24 zeigen die mikroskopischen Aufnahmen der Aggregatteilchen im vorgekalkten Extrakt (ohne Flockungshilfsmittelzugabe) sowie im Unterlauf und Überlauf des Versuchsdekanteurs (Flockungshilfsmittelmenge = 2 ppm, $t = 60$ min und $\vartheta = 65$ °C) im Werk B in der Kampagne 2007.

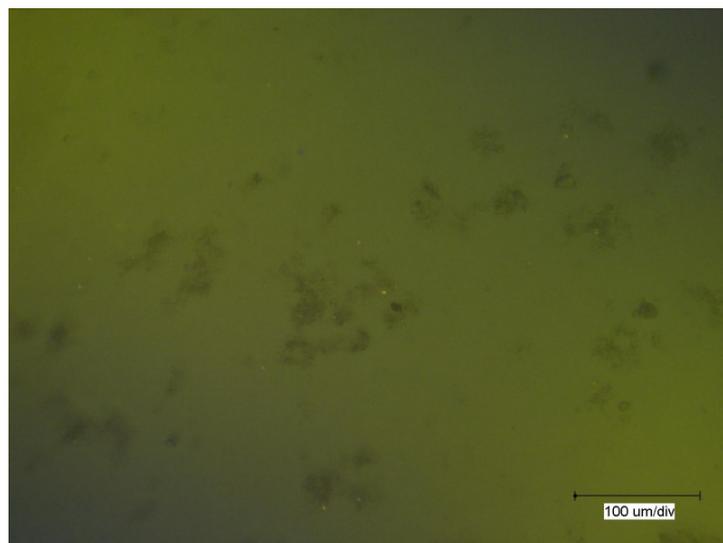


Abb. 6-23: Mikroskopische Aufnahme von Aggregatteilchen im vorgekalkten Extrakt ohne Flockungshilfsmittelzugabe

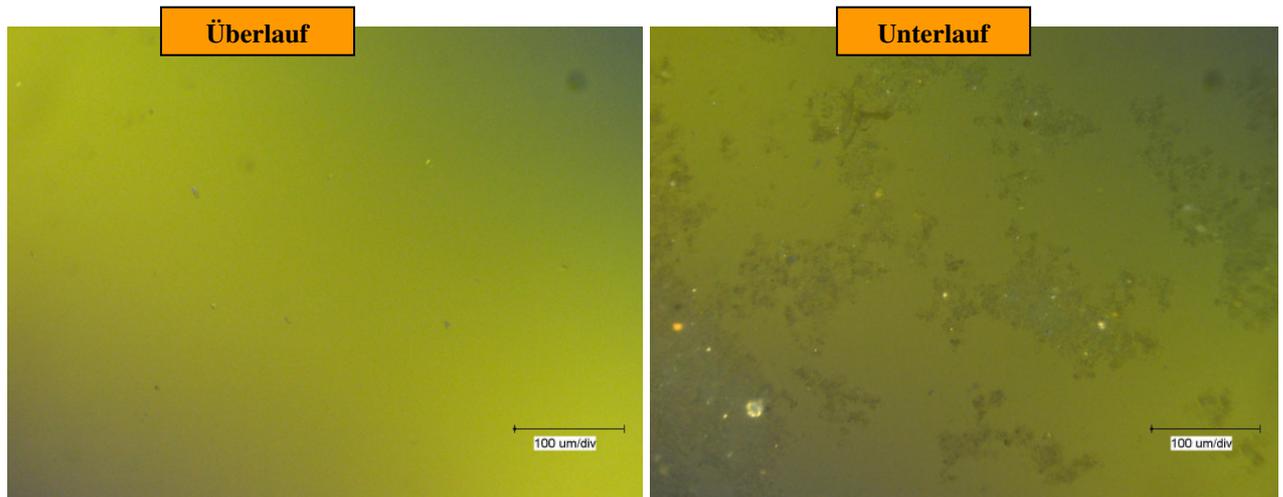


Abb. 6-24: Mikroskopische Aufnahmen von Aggregatteilchen im Unterlauf und Überlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2007

Die Trübung (Extinktion bei 530 nm) im Überlauf sowie der Feststoffgehalt, der pH-Wert und die Temperatur im Unterlauf des Versuchsdekanteurs wurden in den Kampagnen 2005 bis 2007 täglich dreimal ermittelt (Die Tagesdurchschnittswerte bestehen aus drei Einzelwerten). Abbildungen 6-25, 6-26 und 6-27 zeigen die Trübung (Extinktion bei 530 nm) im Überlauf des Versuchsdekanteurs während den Kampagnen 2005 bis 2007 im Werk B.

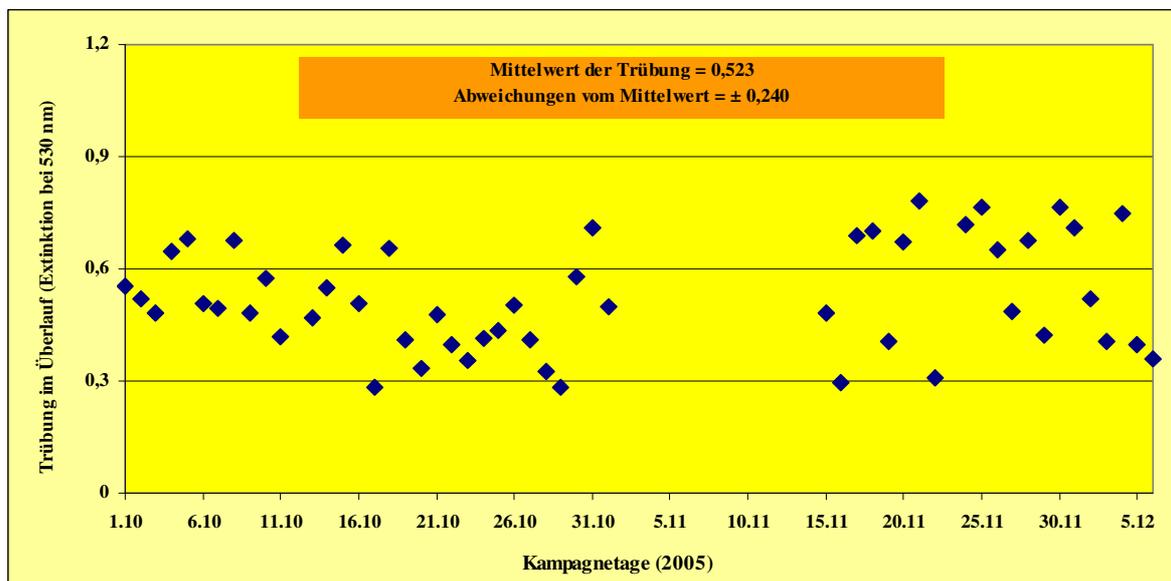


Abb. 6-25: Extinktion im Überlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2005

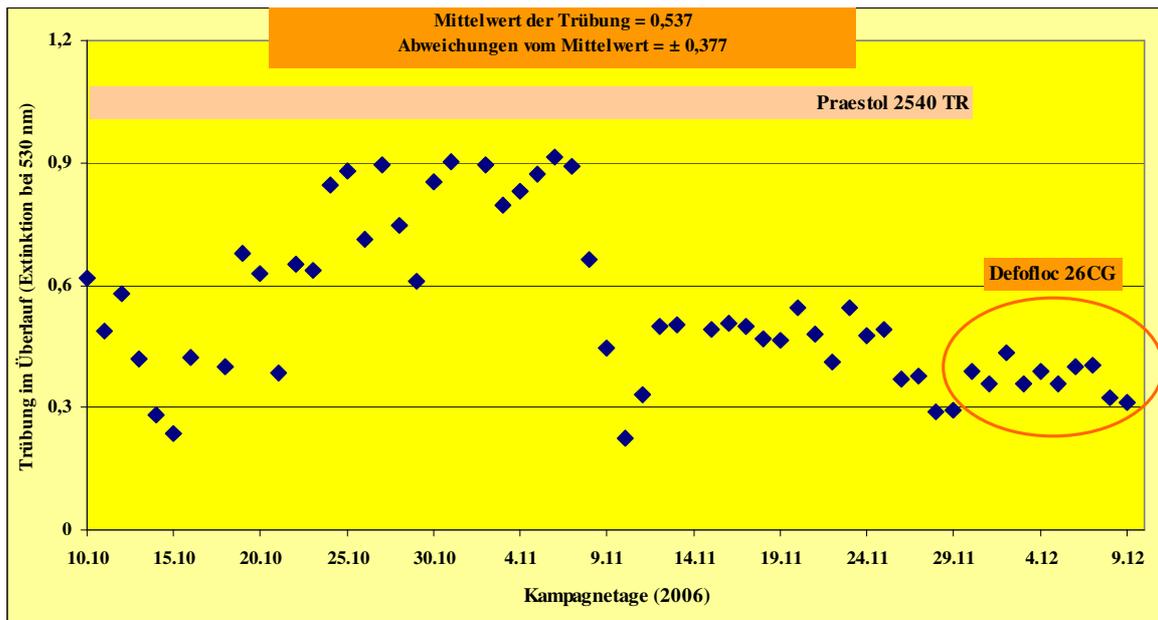


Abb. 6-26: Extinktion im Überlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2006

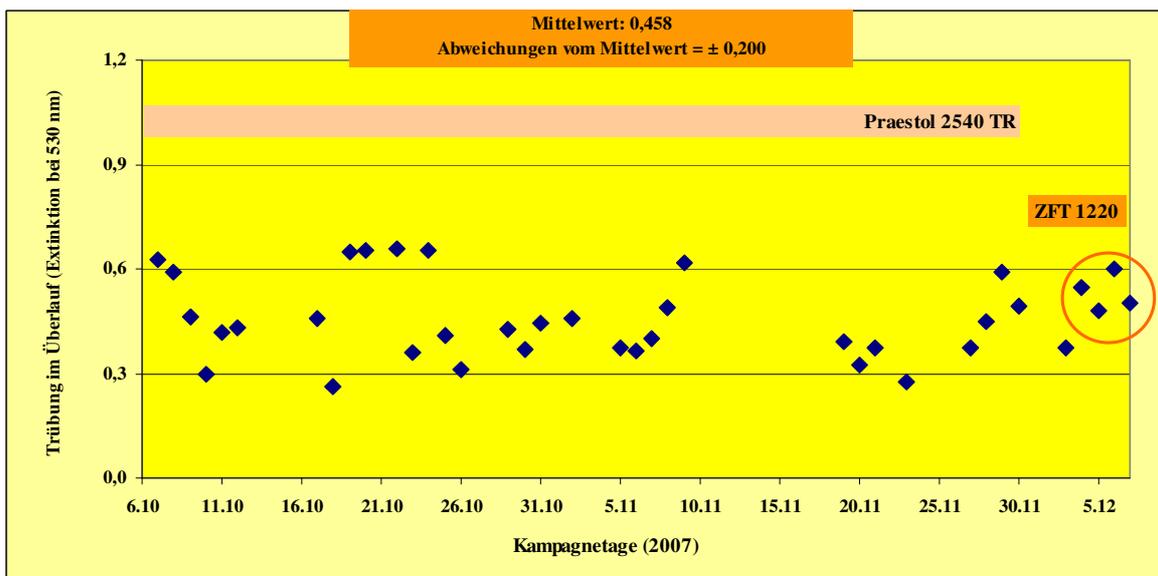


Abb. 6-27: Extinktion im Überlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2007

Aus der ermittelten Daten in den Kampagnen 2005 bis 2007 im Werk B (mit einer nicht optimalen Verweilzeit in der Vorkalkung) können folgende Schlussfolgerungen abgeleitet werden:

1. Die Extinktion im Überlauf des Versuchsdekanteurs (Extinktion $< 1,0$) entspricht der geforderten Extinktion für die Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens.
2. Für die Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens ist der Einsatz eines Sensibilisierungsbehälters nicht erforderlich.
3. Es zeigte sich, dass das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren auch bei nicht ausreichender Verweilzeit in der Vorkalkung angewendet werden kann.

4. Eine akzeptable Extinktion im Überlauf des Versuchsdekanteurs wird mit dem Einsatz von Defofloc 26 CG (Ende Kampagne 2006) und ZFT 1220 (Ende Kampagne 2007) allerdings erst bei einer 3-4fachen Dosierungsmenge wie bei Praestol 2540 TR erreicht.

Die Trockensubstanzgehalte im Unterlauf des Versuchsdekanteurs wurden im Laufe der Kampagnen 2005 bis 2007 im Werk B ermittelt (Abbildung 6-28).

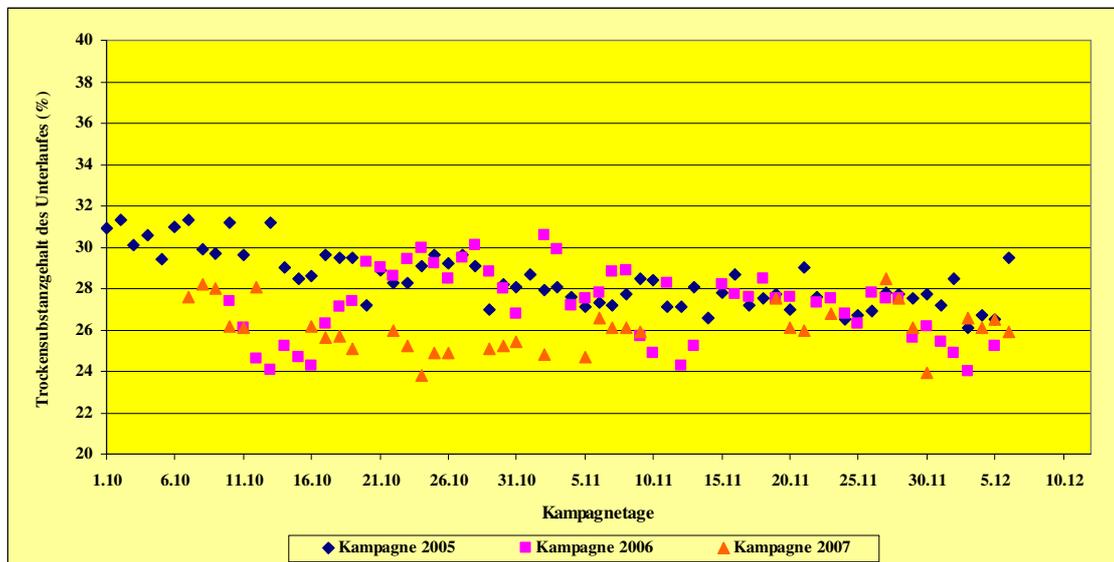


Abb. 6-28: Trockensubstanzgehalte im Unterlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Tabelle 6-5 zeigt die Mittelwerte der Trockensubstanzgehalte im Unterlauf des Dekanteurs und die Abweichungen von den Mittelwerten in den Kampagnen 2005 bis 2007.

Tab. 6-5: Die Mittelwerte der Trockensubstanzgehalte im Unterlauf des Dekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Kampagne	Mittelwerte der Trockensubstanzgehalte	Abweichungen von den Mittelwerten
	%	%
2005	28,44	± 2,8
2006	27,22	± 3,2
2007	26,14	± 2,3

Aus den Berechnungen der ermittelten Ergebnisse in den Kampagnen 2005 bis 2007 wird ein mittlerer Trockensubstanzgehalt von ca. 27,3 % ± 4,0 % festgestellt. Die ermittelten Schwankungen von ca. 15 % können als natürliche Schwankungen betrachtet werden, die durch den Trockensubstanzgehalt, die Reinheit und den Anteil der hochmolekularen Bestandteile des Extraktes sowie die Schlammsaftkonzentrat-Rücknahmemenge verursacht werden können. Abbildung 6-29 zeigt die Temperaturen im Unterlauf des Versuchsdekanteurs während der Kampagnen 2005 bis 2007 im Werk B.

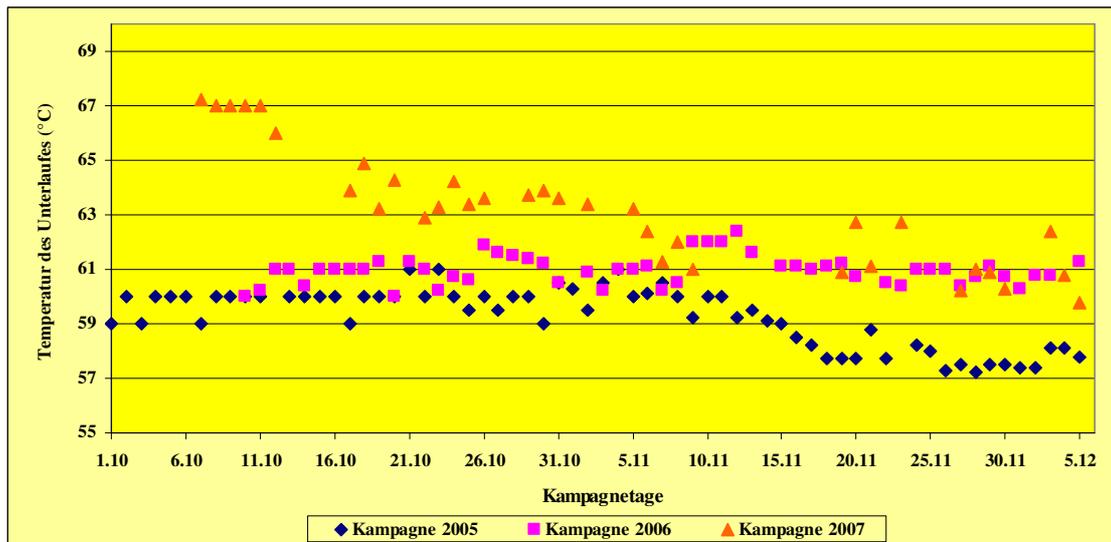


Abb. 6-29: Die Temperaturen im Unterlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Eine geringere Temperatur im Schlammbett des Dekanteurs, z. B. durch eine schlechte Isolierung des Dekanteurs führte zu mikrobiologischen Aktivitäten im Schlammbett und zur Abnahme des pH-Wertes im Unterlauf des Dekanteurs. Aus diesem Grund sollen im technischen Maßstab der pH-Wert und die Temperatur im Unterlauf kontinuierlich registriert werden. Tabelle 6-6 zeigt die Mittelwerte der Temperaturen im Unterlauf des Dekanteurs und die Abweichungen von den Mittelwerten in den Kampagnen 2005 bis 2007.

Tab. 6-6: Die Mittelwerte der Temperaturen im Unterlauf des Dekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Kampagne	Mittelwerte der Temperaturen °C	Abweichungen von den Mittelwerten °C
2005	59,2	± 1,8
2006	61,0	± 1,0
2007	63,2	± 4,0

Die Temperaturen des Unterlaufes während den Kampagnen 2005 und 2006 waren zum großen Teil stabil. Nur am Ende der Kampagne 2005 wurde eine Temperaturabnahme von ca. 2 - 3 °C beobachtet. In der Kampagne 2007 wurde eine Temperaturerhöhung des Extraktes vor der Vorkalkung mit Hilfe der Einschaltung eines Hauptkalkungsanwärmers als Extraktanwärmer praktiziert. Deshalb wurde in der Kampagne 2007 eine höhere Temperatur im Unterlauf des Versuchsdekanteurs registriert.

Trotz einer Temperaturreduzierung im Unterlauf des Versuchsdekanteurs auf ca. 57 °C (in der Kampagne 2005) wurden keine mikrobiologischen Aktivitäten, in Form einer pH-Abnahme beobachtet. In der Abbildung 6-30 werden die pH-Werte im Unterlauf des Versuchsdekanteurs im Laufe der Kampagnen 2005 bis 2007 im Werk B dargestellt.

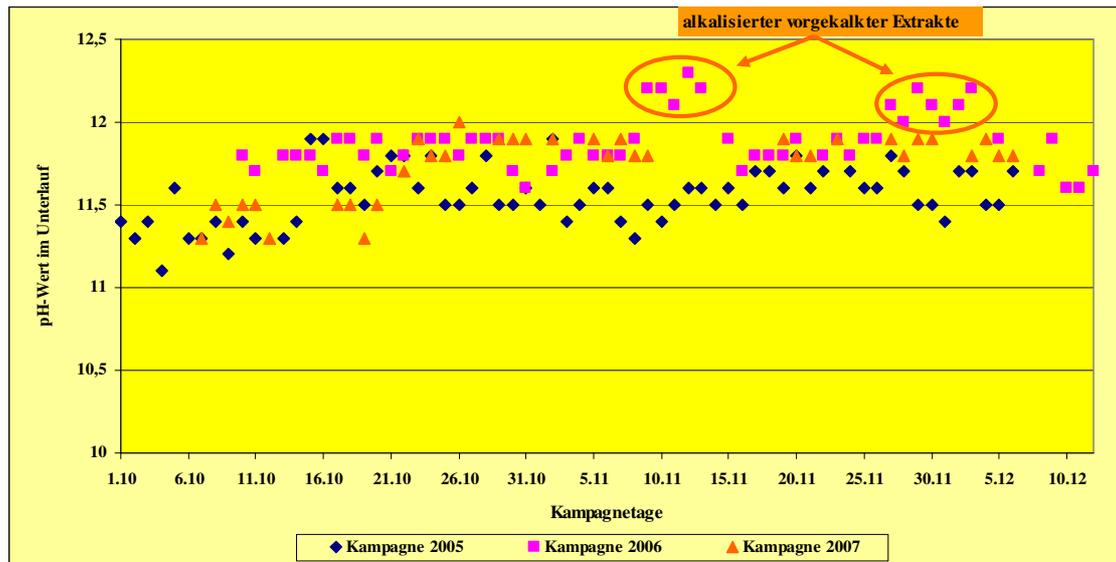


Abb. 6-30: pH-Werte im Unterlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Der pH-Wert des Unterlaufes ist ein wichtiges Kriterium zur Bewertung einer vorliegenden mikrobiologischen Aktivität im Dekanteur. Die pH-Werte im Unterlauf des Versuchsdekanteurs waren in den Kampagnen 2005 bis 2007 stabil. Tabelle 6-7 enthält die Mittelwerte der pH-Werte im Unterlauf des Dekanteurs und die Abweichungen von den Mittelwerten in den Kampagnen 2005 bis 2007.

Tab. 6-7: Mittelwerte der pH-Werte im Unterlauf des Dekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007

Kampagne	Mittelwerte der pH-Werte	Abweichung von den Mittelwerten
2005	11,55	± 0,25
2006	11,80	± 0,20
2007	11,70	± 0,30

In der Kampagne 2006 wurde eine pH-Zunahme auf Grund der Alkalisierung des vorgekalkten Extraktes vor dem Dekanteur ermittelt. Die stabilen pH-Werte im Unterlauf schließen das Vorhandensein einer mikrobiologischen Aktivität im Schlammbed des Dekanteurs aus.

7. Optimierung des Kalkverbrauches bei der Hauptkalkung

Nachstehend sind Labor- und technische Versuche zur Optimierung der Extraktreinigung mit geringerem Kalkverbrauch beschrieben. Hierbei wurden die erforderlichen Abbaureaktionen zur Erhaltung eines thermostabilen gereinigten Extraktes während der Hauptkalkung mit unterschiedlichen Alkalitäten (0,4 - 0,8 g CaO/100 ml) untersucht und verglichen.

7.1. Abbaureaktion des Invertzuckers

Die chemischen Reaktionen in der Hauptkalkung laufen unter drastischen Bedingungen ab. Diese sind hohe Alkalität, hoher pH-Wert und hohe Temperatur. Der erforderliche Invertzucker-Abbau (d. h. ein Abbau von mehr als 90 %) kann unter klassischen Hauptkalkungsbedingungen (85 °C, 20 min und 0,8 g CaO/100 ml) für die Herstellung eines thermostabilen gereinigten Extraktes durchgeführt werden.

Abbildung 7-1 zeigt den Invertzucker-gehalt im gereinigten Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen, -dauer und -alkalitäten.

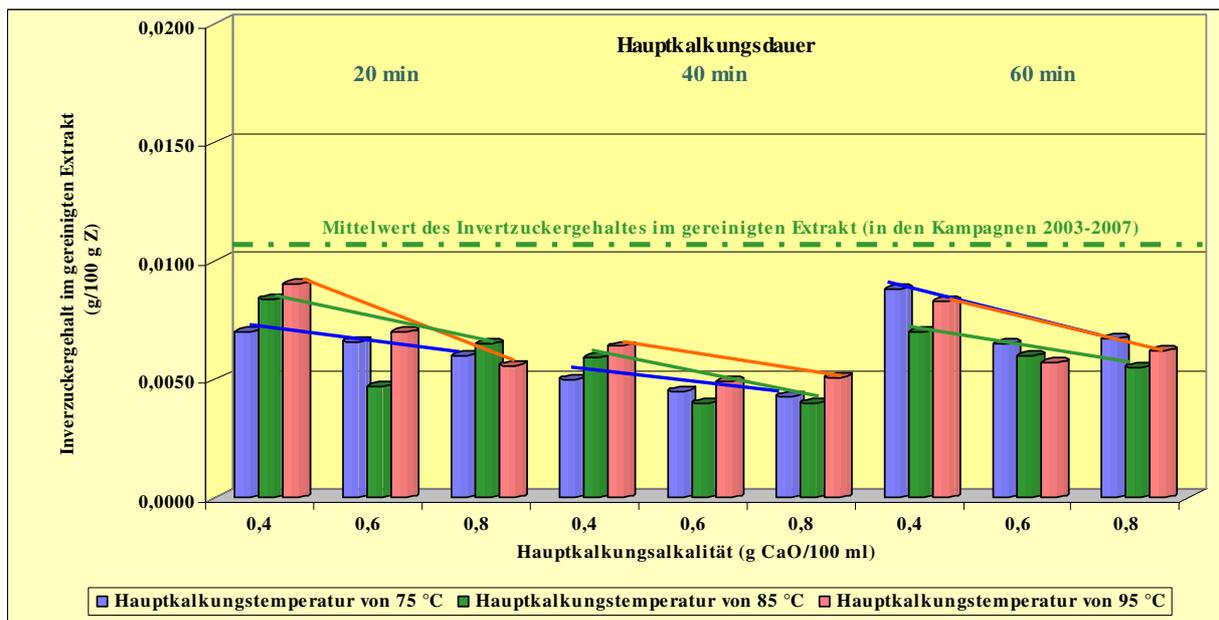


Abb. 7-1: Invertzucker-gehalt im gereinigten Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen

Abbildung 7-1 zeigt, dass ein akzeptabler Invertzucker-gehalt im gereinigten Extrakt bei den vorgegebenen Bedingungen in der Hauptkalkung zu erwarten ist. Die optimalen Abbaureaktionen des Invertzuckers liegen unter den durchgeführten Bedingungen bei einer Hauptkalkungsdauer von ca. 40 min. Eine Abnahme der Hauptkalkungsalkalität kann durch eine Zunahme der Hauptkalkungsdauer oder -temperatur kompensiert werden. Das bedeutet, dass die Abbaureaktionen von Invertzucker keine Limitierung für die Durchführung einer Extraktreinigung mit geringerem Kalkverbrauch darstellen.

7.2. Amidverseifung

Über den Einfluss der Hauptkalkungstemperatur und -dauer auf die Qualitätsmerkmale des gereinigten Extraktes, insbesondere die Höhe der Amidverseifung, wurde von unterschiedlichen Autoren berichtet (*Dedek 1962, Rathje 1966, Weidenhagen und Baumgarten 1968, Bohn et al. 1990, Strube 1970 und Madsen 2000*). Diese Arbeiten wurden bei Hauptkalkungsalkalitäten von 0,9 – 1,1 g CaO/100 ml und mehr durchgeführt.

Im Vorfeld wurden umfangreiche Extraktreinigungsversuche (alle Versuche als Doppelbestimmung) mit einer Modelllösung (Ajdari Rad 2002; siehe Anhang Tabelle 12-1) und mit einem Extrakt aus einer technischen Anlage zur Feststellung der erforderlichen Temperatur-Verweilzeit-Korrelation bei geringeren Hauptkalkungsalkalitäten von 0,4 - 0,8 g CaO/100 ml (in 0,2 g CaO/100 ml-Schritten) durchgeführt. Dabei wurden die Einflüsse der Hauptkalkungsalkalität auf die erforderlichen Reaktionen (Amidverseifung und Invertzuckerabbau) bei unterschiedlichen Hauptkalkungsdauern von 20 - 60 min (in 20 min-Schritten) und Hauptkalkungstemperaturen von 75 - 95 °C ($\Delta T = 10$ K) ermittelt (siehe Tabelle 12-4 und 12-5 im Anhang). In den nächsten Kapiteln wurden die Ergebnisse der durchgeführten Laborextraktreinigungen unter standardisierten Bedingungen ausgewertet.

7.2.1. Einfluss der Hauptkalkungsalkalität auf die Amidverseifung

7.2.1.1. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (Alk._{HK} = 0,8 g CaO/100 ml)

Abbildungen 7-2 und 7-3 zeigen die Glutaminverseifung bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,8 g CaO/100 ml mit unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen und -dauer mit einer Modelllösung und einem Extrakt aus einer technischen Anlage (alle Versuche als Doppelbestimmung).

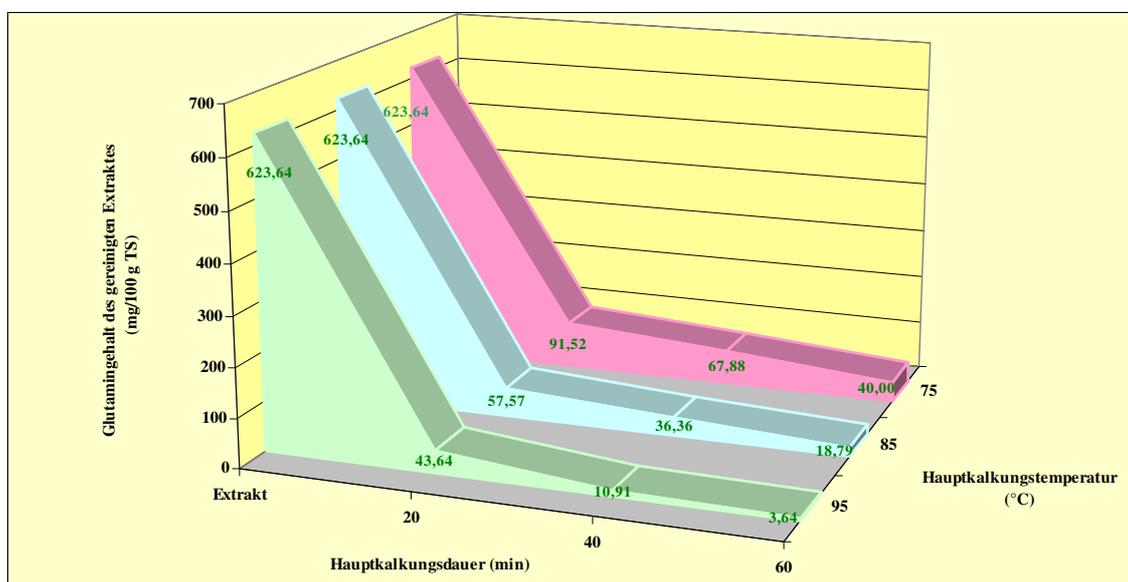


Abb. 7-2: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Alk._{HK} = 0,8 g CaO/100 ml)

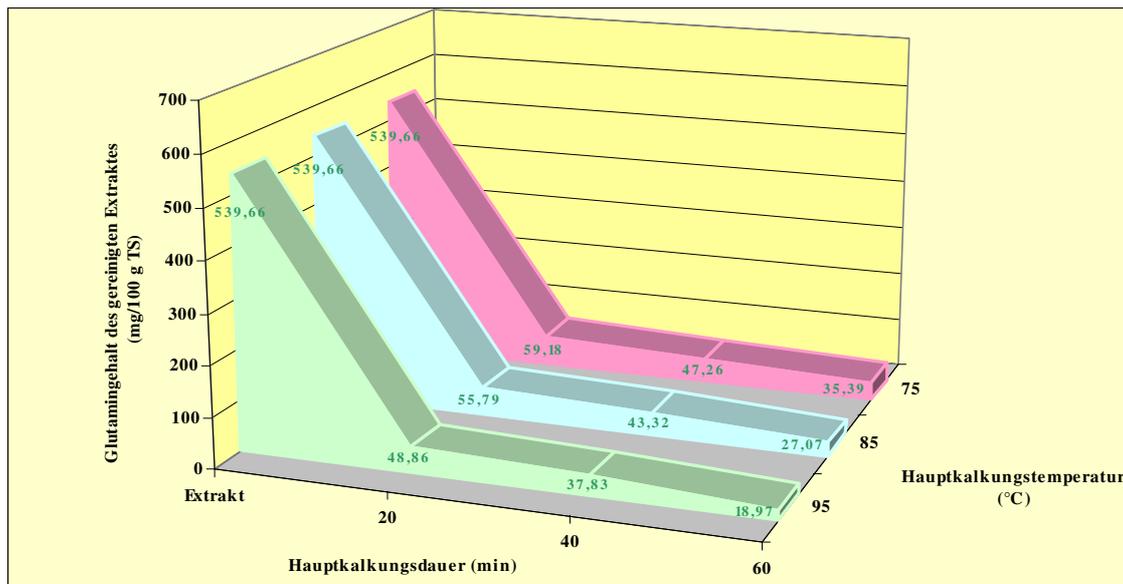


Abb. 7-3: Glutaminverseifung eines Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Alk._{HK} = 0,8 g CaO/100 ml)

Wie aus den Abbildungen 7-2 und 7-3 entnommen werden kann, wurde bei einer klassischen Hauptkalkung (Hauptkalkungsalkalität von 0,8 g CaO/100 ml; Hauptkalkungsdauer von 20 min und Hauptkalkungstemperatur von 85 °C) eine Glutaminverseifung von 90,8 % (bei Verarbeitung einer Modelllösung) bzw. eine Glutaminverseifung von 89,7 % (bei Verarbeitung eines Extraktes) erreicht. Durch eine Verdopplung der Hauptkalkungsdauer von 20 auf 40 min konnte eine höhere Glutaminverseifung von 90,8 auf 94,2 % (bei Verarbeitung einer Modelllösung) bzw. eine Glutaminverseifung von 89,7 auf 92,0 % (bei Verarbeitung eines Extraktes) erreicht werden. Eine Erhöhung der Hauptkalkungstemperatur von 85 auf 95 °C führte zu einer Verbesserung der Glutaminverseifung von 90,8 auf 93,0 % (bei Verarbeitung einer Modelllösung) bzw. eine Glutaminverseifung von 89,7 auf 91,0 % (bei Verarbeitung eines Extraktes). Bei einer gleichzeitigen Erhöhung der Hauptkalkungstemperatur um 10 K (von 85 auf 95 °C) und einer Verdopplung der Hauptkalkungsdauer (von 20 auf 40 min) wurde eine Erhöhung der Glutaminverseifung von 90,8 auf 98,3 % (bei Verarbeitung einer Modelllösung) bzw. eine Glutaminverseifung von 89,7 auf 93,0 % (bei Verarbeitung eines Extraktes) festgestellt. Ein weiterer Anstieg der Hauptkalkungsdauer (bis 60 min) führte bei einer Hauptkalkungstemperatur von 95 °C zu einer Glutaminverseifung von 99,4 % (bei Verarbeitung einer Modelllösung) bzw. einer Glutaminverseifung von 96,5 % (bei Verarbeitung eines Extraktes). Die abweichende Glutaminverseifung der Modelllösung vom Extrakt kann an den unterschiedlichen Pufferkapazitäten dieser Lösungen liegen.

7.2.1.2. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (Alk._{HK} = 0,6 g CaO/100 ml)

Abbildungen 7-4 und 7-5 zeigen die Glutaminverseifung bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml mit unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen und -dauer mit einer Modelllösung und einem Extrakt aus einer technischen Anlage.

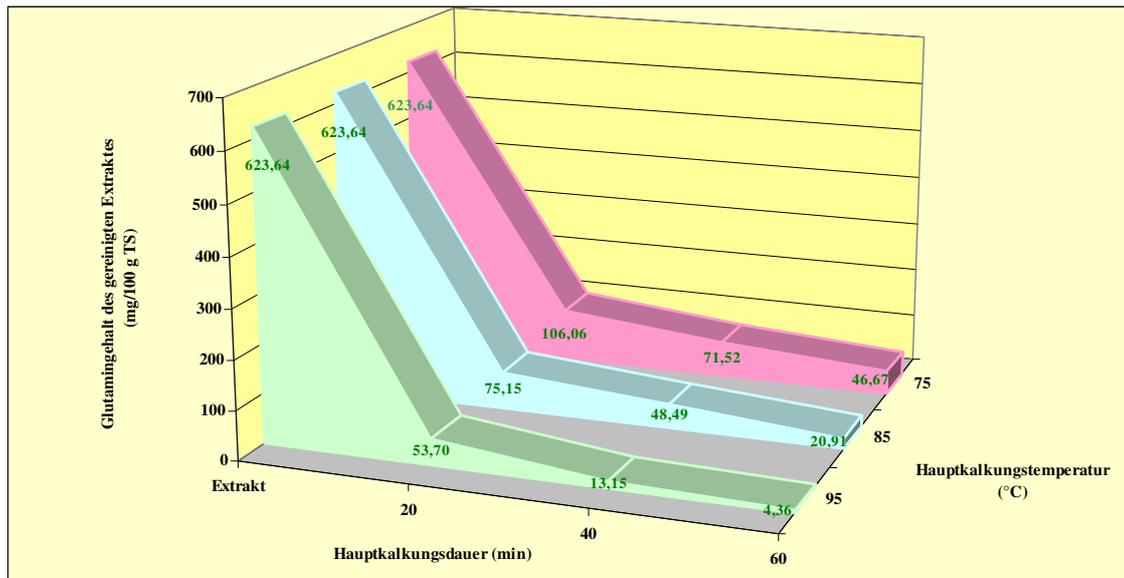


Abb. 7-4: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Alk._{HK} = 0,6 g CaO/100 ml)

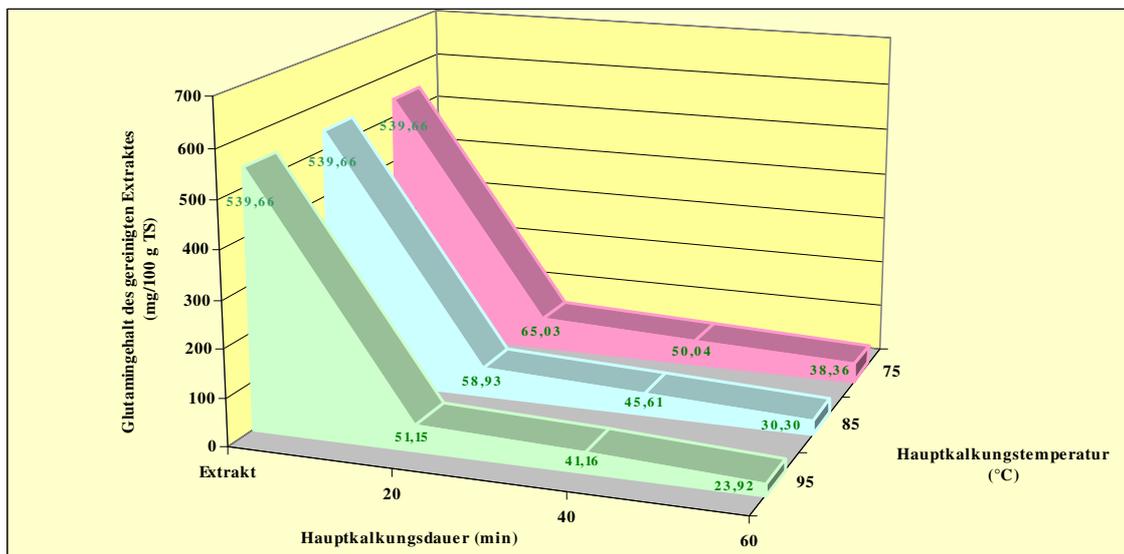


Abb. 7-5: Glutaminverseifung eines Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Alk._{HK} = 0,6 g CaO/100 ml)

Aus der Abbildungen 7-4 und 7-5 kann entnommen werden, dass bei einer klassischen Hauptkalkung (Hauptkalkungsdauer von 20 min und Hauptkalkungstempertur von 85 °C) bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml eine Glutaminverseifung von 88 % (bei Verarbeitung einer Modelllösung) bzw. eine Glutaminverseifung von 89,1 % (bei Verarbeitung eines Extraktes) erreicht werden kann. Diese bedeutet, dass trotz geringerer Alkalität der Hauptkalkung, die Geschwindigkeitskonstant k des Glutaminabbaus (siehe Kapitel 3.6.1.3) bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml für die erforderlichen chemischen Reaktionen während der Hauptkalkung ausreichend ist. Bei einer Erhöhung der Hauptkalkungstemperatur bzw. -dauer konnte eine Verbesserung der Glutaminverseifung erreicht werden.

7.2.1.3. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (Alk._{HK} = 0,4 g CaO/100 ml)

Abbildungen 7-6 und 7-7 zeigen die Glutaminverseifung bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml mit unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen und -dauer mit einer Modelllösung und einem Extrakt aus einer technischen Anlage.

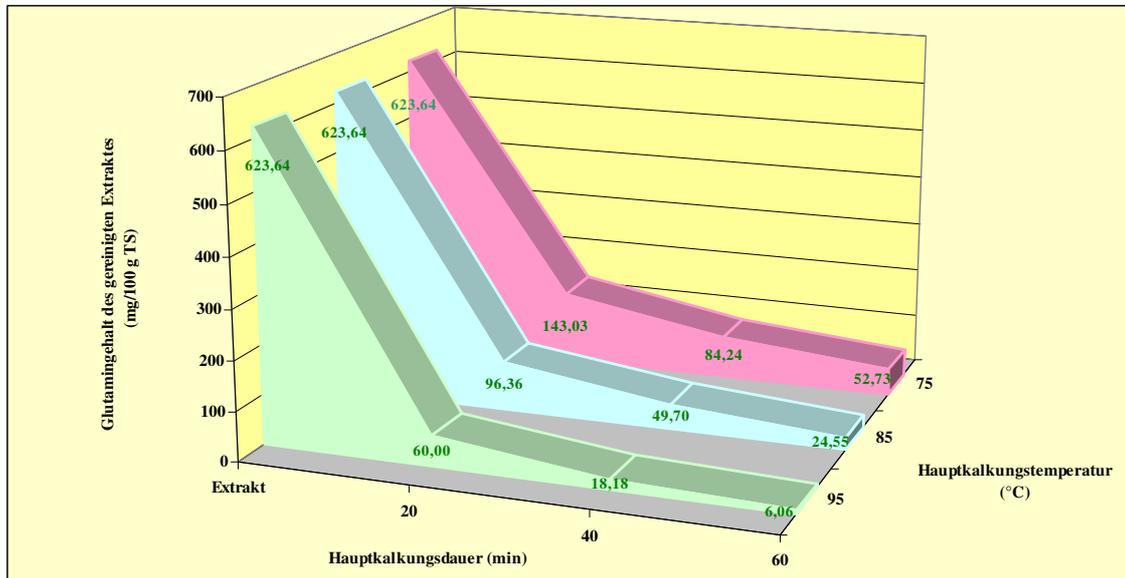


Abb. 7-6: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Alk._{HK} = 0,4 g CaO/100 ml)

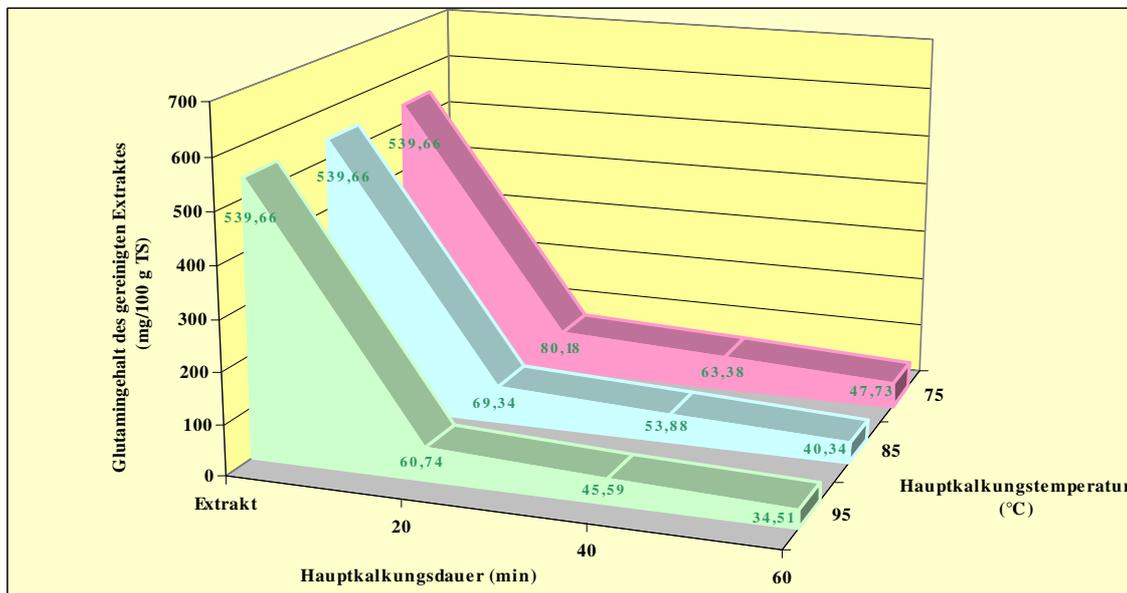


Abb. 7-7: Glutaminverseifung eines Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Alk._{HK} = 0,4 g CaO/100 ml)

Die Abbildungen 7-6 und 7-7 zeigen, dass bei einer klassischen Hauptkalkung (Hauptkalkungsdauer von 20 min und Hauptkalkungstemperatur von 85 °C) bei einer geringeren Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml eine Glutaminverseifung von 84,6 % (bei Verarbeitung einer Modelllösung) bzw. eine Glutaminverseifung von 87,4 % (bei Verarbeitung eines Extraktes) erreicht werden kann. Bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml

kann nur mit einer Erhöhung der Hauptkalkungstemperatur um 10 K (von 85 auf 95 °C) oder Verdopplung der Hauptkalkungsdauer von 20 auf 40 min die erforderliche Glutaminverseifung erreicht werden.

7.2.2. Einfluss der Hauptkalkungsdauer auf die Amidverseifung

7.2.2.1. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (t_{hHK} 20 min)

Diese Versuche wurden mit Modelllösungen (definierte Glutamin-, Asparagin- und Invertzuckerzusätze) sowie mit Extrakten aus technischen Anlagen durchgeführt. Mit Hilfe eines standardisierten Extraktreinigungsverfahrens (siehe Kapitel 4.2.2) wurden bei unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten (0,4, 0,6 und 0,8 g CaO/100 ml) unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen (75, 85 und 95 °C) und Aufenthaltszeiten (20, 40 und 60 min) Versuche durchgeführt. Tabelle 7-1 zeigt die ermittelten Glutamingehalte in den Extrakten aus technischen Anlagen und in der Modelllösung.

Tab. 7-1: Glutamingehalt in einem Extrakt und einer Modelllösung

Probe	Datum	Glutamingehalt (mg/100 g TS)	Asparagingehalt (mg/100 g TS)	Invertzuckergehalt (mg/100 g Z)
Modelllösung	27.04.2005	626,18	106,80	617,40
Modelllösung	29.04.2005	621,10	117,44	647,60
Mittelwert		623,64	112,12	632,50
Extrakt	14.11.2006	549,20	94,23	589,30
Extrakt	14.11.2006	530,12	92,49	558,50
Mittelwert		539,66	93,36	573,90

Zur Auswertung der ermittelten Ergebnisse wurde mit der relativen Glutaminkonzentration gerechnet (Gleichung 30). Der Glutamingehalt des Extraktes wurde auf 100 % gesetzt. Die Veränderungen des Glutamingehaltes vom Extrakt zum gereinigten Extrakt wurden auf den Glutamingehalt des Extraktes in % umgerechnet.

$$\text{relative Glutaminkonzentration} = \left(\frac{W_{\text{Glu.,Probe}}}{W_{\text{Glu.,Extrakt}}} \right) \cdot 100 \text{ in } \% \quad (30)$$

Die Abbildungen 7-8 (Modelllösung) und 7-9 (Extrakt aus technischen Anlagen) zeigen die relative Glutaminkonzentration (bezogen auf die Ausgangskonzentration) im gereinigten Extrakt nach 20minütiger Hauptkalkung.

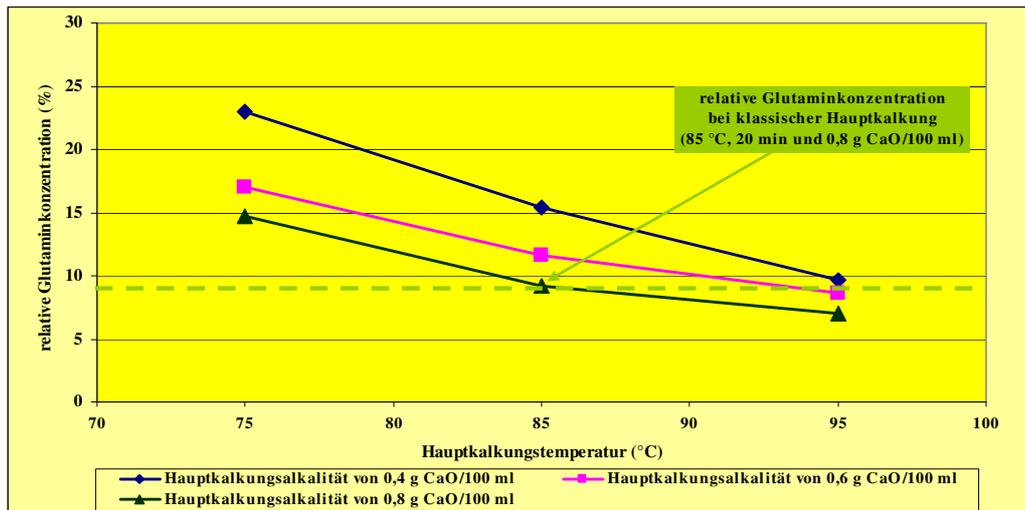


Abb. 7-8: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{HK}} = 20$ min)

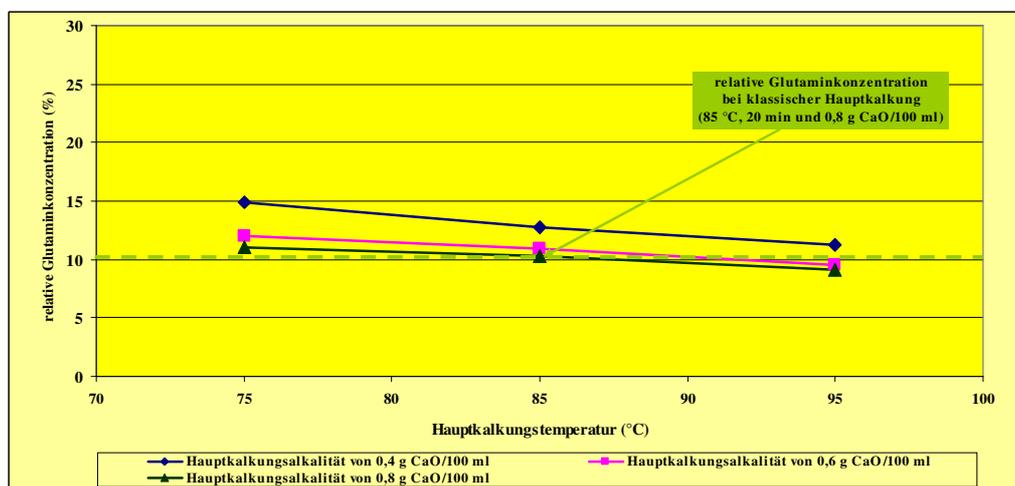


Abb. 7-9: Glutaminverseifung eines Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{HK}} = 20$ min)

Beim klassischen Extraktreinigungsverfahren mit einer Hauptkalkungsalkalität von 0,8 g CaO/100 ml, einer Hauptkalkungstemperatur von 85 °C und einer Hauptkalkungsdauer von 20 min werden ca. 90 % des Glutamingehaltes im Extrakt verseift.

Eine Reduzierung der Hauptkalkungsalkalität auf 0,6 sowie 0,4 g CaO/100 ml bei einer Hauptkalkungstemperatur von 85 °C führt zum Anstieg des Glutamingehaltes im gereinigten Extrakt. Bei einer Hauptkalkungstemperatur von 95 °C kann die erforderliche Glutaminverseifung sogar bei einer sehr geringen Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml erreicht werden. Die höhere Hauptkalkungstemperatur hat jedoch einen Anstieg der Farbe des gereinigten Extraktes zur Folge. Bei einer Hauptkalkungstemperatur von 75 °C kann die erforderliche Glutaminverseifung nicht erreicht werden. Zur Verbesserung der Technologieführung bzw. Verfahrensökonomie soll die erforderliche Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung (siehe Kapitel 7.7) berücksichtigt werden.

7.2.2.2. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung ($t_{\text{HK}} 40 \text{ min}$)

Die Abbildungen 7-10 (Modelllösung) und 7-11 (Extrakt aus technischer Anlage) zeigen die relative Glutaminkonzentration im gereinigten Extrakt nach 40minütiger Hauptkalkung.

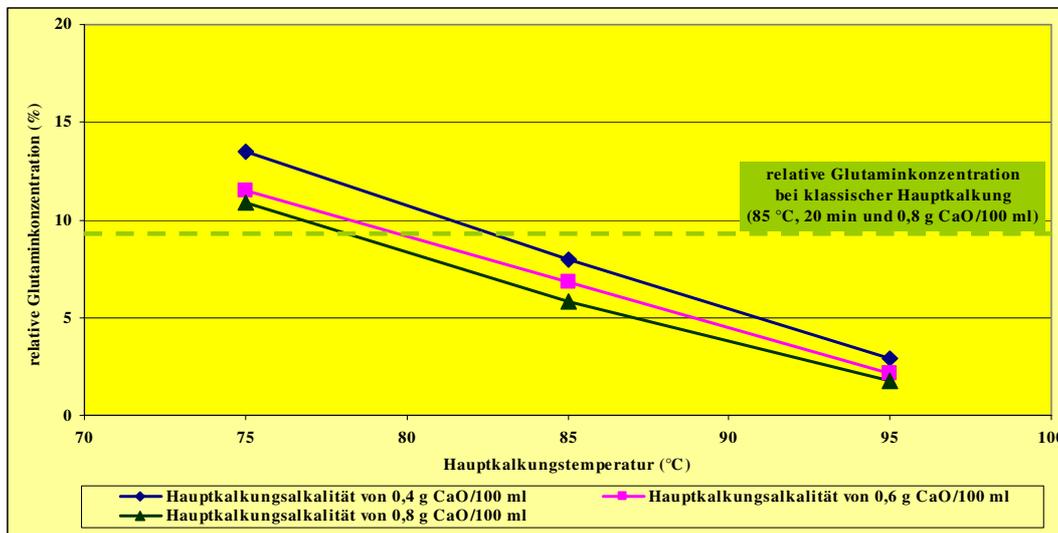


Abb. 7-10: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{HK}} = 40 \text{ min}$)

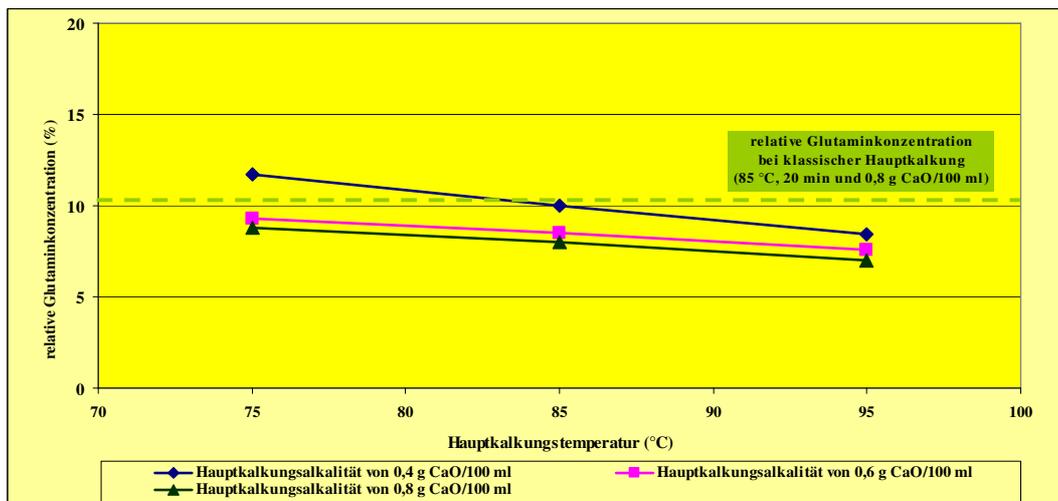


Abb. 7-11: Glutaminverseifung des Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{HK}} = 40 \text{ min}$)

Hier kann mit einer Hauptkalkungstemperatur von 85 °C die erforderliche Glutaminverseifung bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml erreicht werden. Eine Hauptkalkungstemperatur von 75 °C ist jedoch nicht ausreichend, um die Qualität des gereinigten Extraktes wie bei der klassischen Hauptkalkung, in Bezug auf die Vollständigkeit der Glutaminverseifung, zu erhalten.

7.2.2.3. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Glutaminverseifung (t_{hHK} 60 min)

Die Abbildungen 7-12 (Modelllösung) und 7-13 (Extrakt aus technischer Anlage) zeigen die relative Glutaminkonzentration im gereinigten Extrakt nach 60minütiger Hauptkalkung.

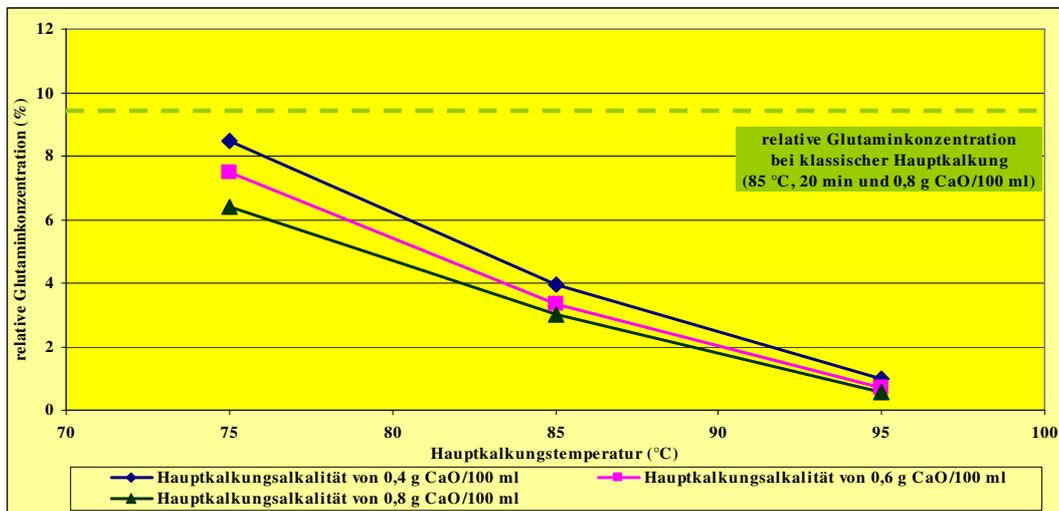


Abb. 7-12: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{hHK}} = 60$ min)

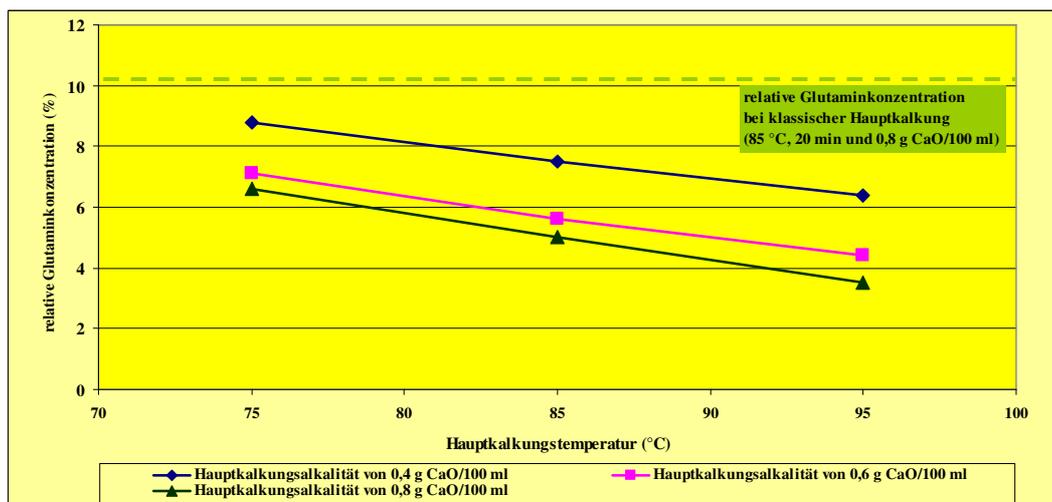


Abb. 7-13: Glutaminverseifung des Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{hHK}} = 60$ min)

Die erforderliche Glutaminverseifung kann in diesem Fall ($t_{\text{hHK}} = 60$ min) sogar bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml und einer Hauptkalkungstemperatur von 75 °C erreicht werden. In der klassischen Extraktreinigung steht eine heiße Hauptkalkung mit einer Verweilzeit von ca. 20 min zur Verfügung. Die Erhöhung der Verweilzeit in der heißen Hauptkalkung auf 40 bzw. 60 min erfordert neue Investitionen.

Da der Kalkverbrauch in der klassischen Extraktreinigung u. a. durch die Filtrierbarkeit der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation sowie der Carbokalkqualität limitiert ist, kann nicht ohne weiteres eine Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml eingestellt werden. Der Anstieg der Hauptkalkungstemperatur auf 95 °C erfordert einen sehr hohen Energieverbrauch

und kann zur Qualitätsminderung des gereinigten Extraktes (Zunahme der Farbe und des Kalksalzgehaltes) führen. Deshalb sollte eine Erhöhung der Hauptkalkungsdauer für die Durchführung einer reibungslosen Hauptkalkung mit der Erzeugung eines thermostabilen gereinigten Extraktes in Betracht gezogen werden. Diese Limitierungen können bei Anwendung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens mit Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt überwunden werden. Das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren erfordert die Nutzung eines Dekanteurs mit einer Verweilzeit von mindestens 60 min. Das Verfahren bietet also an dieser Stelle die Möglichkeit, die für die Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml erforderliche Verweilzeit von 60 min einzustellen. Diese Innovation wurde als „Rohsaftreinigung mit reduziertem Kalkverbrauch“ patentiert (siehe Kapitel 7.9 und Seite 152). Abbildung 7-14 zeigt die Glutaminverseifung nach dem SZ-RT-Extraktreinigungsverfahren ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$) sowie nach dem klassischen Extraktreinigungsverfahren ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,8 \text{ g CaO/100 ml}$).

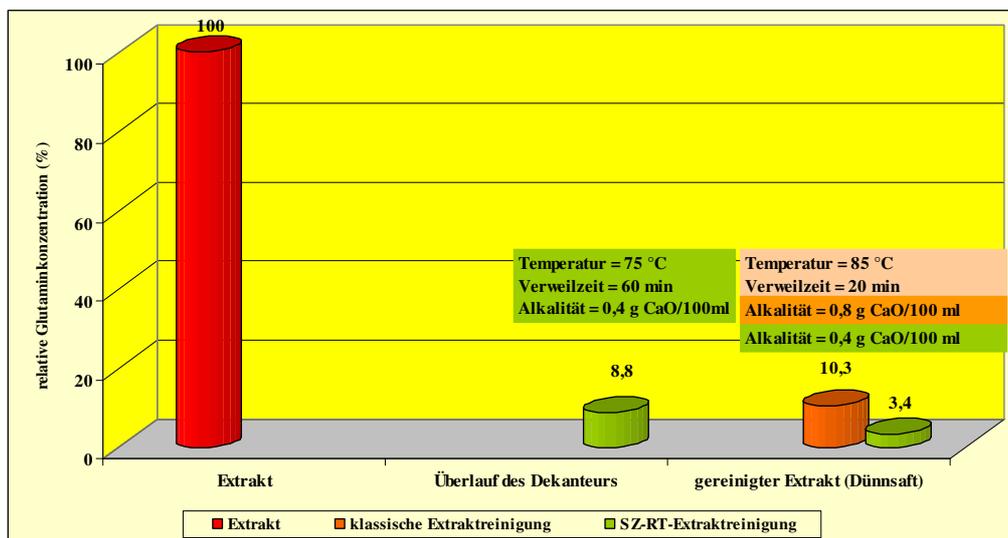


Abb. 7-14: Glutaminverseifung nach dem SZ-RT-Extraktreinigungsverfahren sowie nach dem klassischen Extraktreinigungsverfahren

Wie aus der Abbildung 7-14 zu erkennen ist, kann mit Hilfe des SZ-RT-Extraktreinigungsverfahrens sogar mit einer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml die erforderliche Amidverseifung zur Einhaltung eines thermostabilen gereinigten Extraktes erreicht werden.

7.3. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf den Kalksalzgehalt des gereinigten Extraktes

Die chemischen Reaktionen in der Hauptkalkung bei hoher Alkalität ($> 0,6 \text{ g CaO/100 ml}$), hohem pH-Wert (> 12) hoher Temperatur (ca. $85 \text{ }^\circ\text{C}$) und Verweilzeit (ca. 20 min) sowie in den weiteren Schritten der Extraktreinigung (z. B. durch die Nachkalkung) haben erheblichen Einfluss auf den Kalksalzgehalt des gereinigten Extraktes. Eine besondere Bedeutung besitzt die Nachkalkung des Filtrates der 1. Carbonation. Ziel der Nachkalkung ist die Fällung von

weiteren Nichtsaccharosestoffen, z. B. Citrat und die Verringerung des Kalksalzgehaltes im gereinigten Extrakt. Es muss beachtet werden, dass bei silicathaltiger Kalkmilch eine Ausfällung von Kieselsäure in schwach alkalischer Lösung, z. B. in der Verdampfstation möglich ist. Abbildung 7-15 zeigt den Kalksalzgehalt im gereinigten Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen, -dauer und -alkalitäten mit Verarbeitung einer Modelllösung.

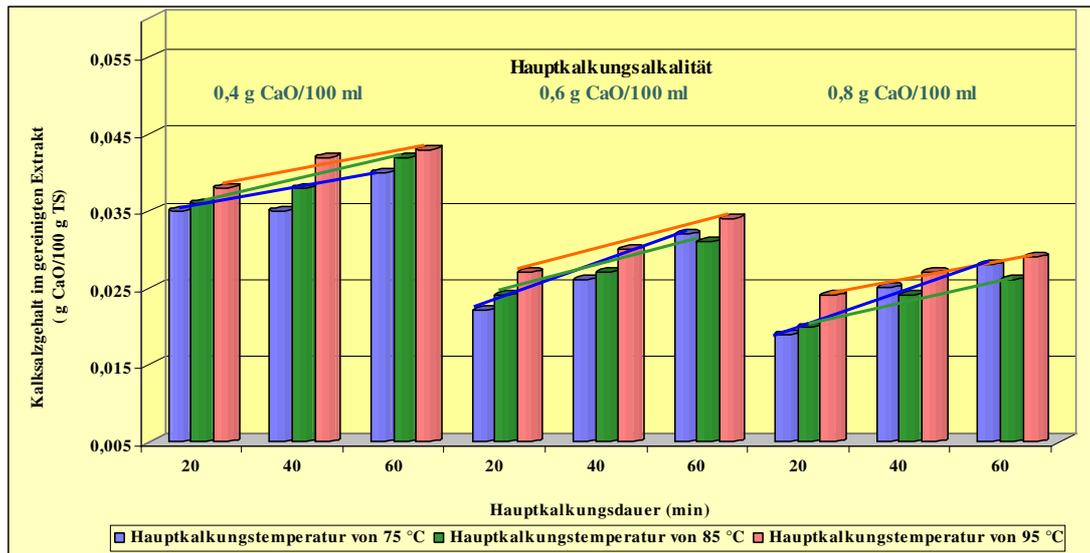


Abb. 7-15: Kalksalzgehalt im gereinigten Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Modelllösung)

Aus Abbildung 7-15 kann festgestellt werden, dass der Kalksalzgehalt im gereinigten Extrakt von den Hauptkalkungsbedingungen sehr stark abhängig ist. Eine Abnahme der Hauptkalkungsalkalität kann durch eine Zunahme der Hauptkalkungsdauer oder -temperatur nicht kompensiert werden. Hier muss man weitere Maßnahmen, wie z. B. Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt vor der Hauptkalkung (SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren), Extraktvoralkalisierung mit Natronlauge (siehe Kapitel 7.11.3) und Nachkalkung des Filtrates der 1. Carbonatation treffen, um den Kalksalzgehalt im gereinigten Extrakt bei geringerer Hauptkalkungsalkalität zu reduzieren.

7.4. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Farbe des gereinigten Extraktes

Die Farbstoffe des Extraktes werden in der Extraktreinigung durch chemische Abbaureaktionen insbesondere in der Hauptkalkung sowie mit Hilfe der physikalischen Adsorption auf der Oberfläche der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation reduziert. Eine Alkalisierung des Extraktes vor den Extraktanwärmern sowie des vorgekalkten Extraktes vor dem Hauptkalkungsanwärmern wirken vorteilhaft auf die Farbe des gereinigten Extraktes. Abbildungen 7-16 und 7-17 zeigen die Farbe im gereinigten Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen, -dauer und -alkalitäten mit Verarbeitung einer Modelllösung und eines Extraktes aus einer technischen Anlage.

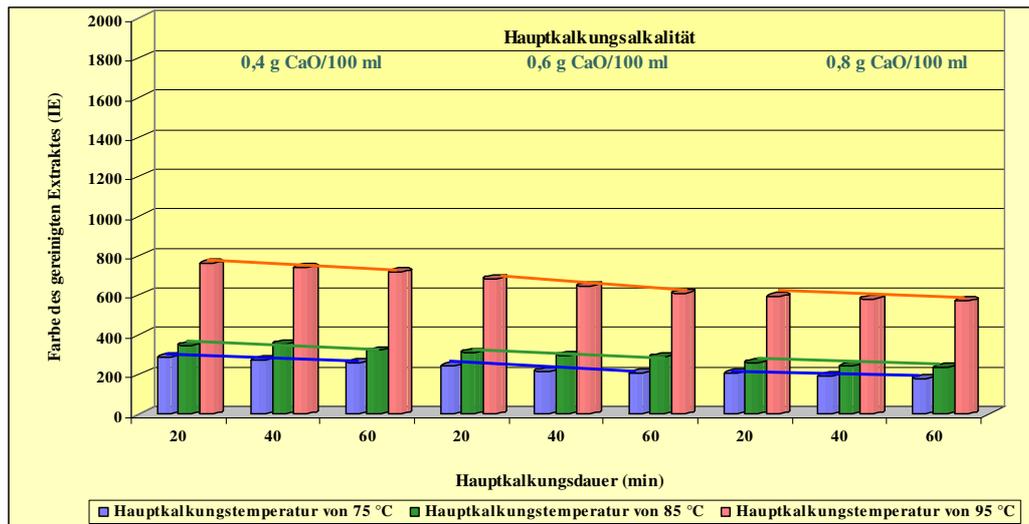


Abb. 7-16: Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Modelllösung)

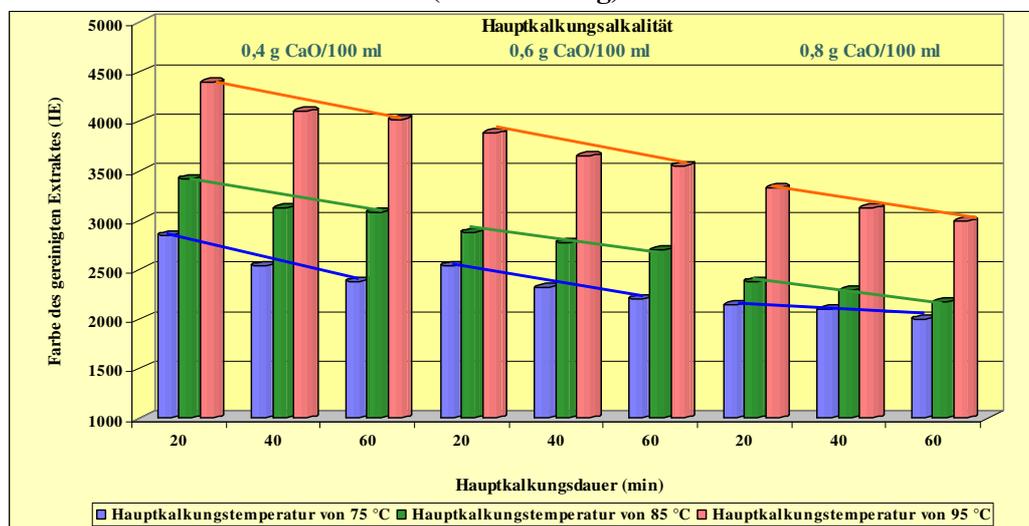


Abb. 7-17: Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Extrakt)

Aus den Abbildungen 7-16 und 7-17 kann festgestellt werden, dass die Farbe des gereinigten Extraktes von den Hauptkalkungsbedingungen beeinflusst wird. Eine Erhöhung der Hauptkalkungsdauer und -alkalität bzw. eine Reduzierung der Hauptkalkungstemperatur führen zur Farbverbesserung des gereinigten Extraktes. Da für die optimale Amidverseifung (Thermostabilität des gereinigten Extraktes) in der klassischen Extraktreinigung eine Hauptkalkungstemperatur von 85 °C erforderlich ist, kann man Hauptkalkungstemperaturen unter 85 °C nicht realisieren. Eine höhere Hauptkalkungstemperatur (> 85 °C) kann trotz einer Verbesserung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes (siehe Kapitel 7.2.1 und 7.2.2) zum Anstieg der Farbe des gereinigten Extraktes führen (Abbildungen 7-16 und 7-17). Anhand der Gleichung 31 kann der Zusammenhang zwischen Farbe des gereinigten Extraktes und der Hauptkalkungstemperatur (im einen Alkalitätsbereich von 0,4 - 0,8 g CaO/100 ml und im Temperaturbereich von 75 - 95 °C) korreliert werden ($r = 1,0$ zugeschnittene Zahlenwertgleichung).

$$F_{Düs} = a_3 \vartheta_{HK}^2 - b_3 \vartheta_{HK} + c_3 \text{ in IE} \quad (31)$$

Tabelle 7-2 enthält die notwendigen Parameter zur Berechnung der Farbwerte des gereinigten Extraktes in Abhängigkeit von der Hauptkalkungsalkalität (g CaO/100 ml).

Tab. 7-2: Parameter zur Berechnung der Farbe des gereinigten Extraktes (Temperaturbereich der HK von 75 - 95 °C)

Hauptkalkungsalkalität g CaO/100 ml	Konstante		
	a ₃ IE/K ²	b ₃ IE/K	c ₃ IE
0,40	1,7400	216,87	9069,5
0,60	2,3833	338,33	14325,0
0,80	3,3050	508,63	21637,0

7.5. Einfluss der Hauptkalkungsbedingungen auf die Thermostabilität des gereinigten Extraktes

Die Thermostabilität des gereinigten Extraktes kann als wichtigster Parameter zur Bewertung der Effizienz eines Extraktreinigungsverfahrens betrachtet werden. Deshalb wurde die Thermostabilität der gereinigten Extrakte (Probe aus der Laborextraktreinigung mit unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen) mit Hilfe der entwickelten Laborversuchsanlage (siehe Kapitel 4.3) ermittelt. Hierzu wurde die Farbe des gereinigten Extraktes vor und nach dem Thermostabilitätstest bei einem pH-Wert von 7,0 bestimmt. Die Farbzunahme des gereinigten Extraktes während des Thermostabilitätstestes wurde als Maß für die Thermostabilität des gereinigten Extraktes ermittelt. Abbildung 7-18 zeigt die Thermostabilität des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen, -dauer und -alkalitäten.

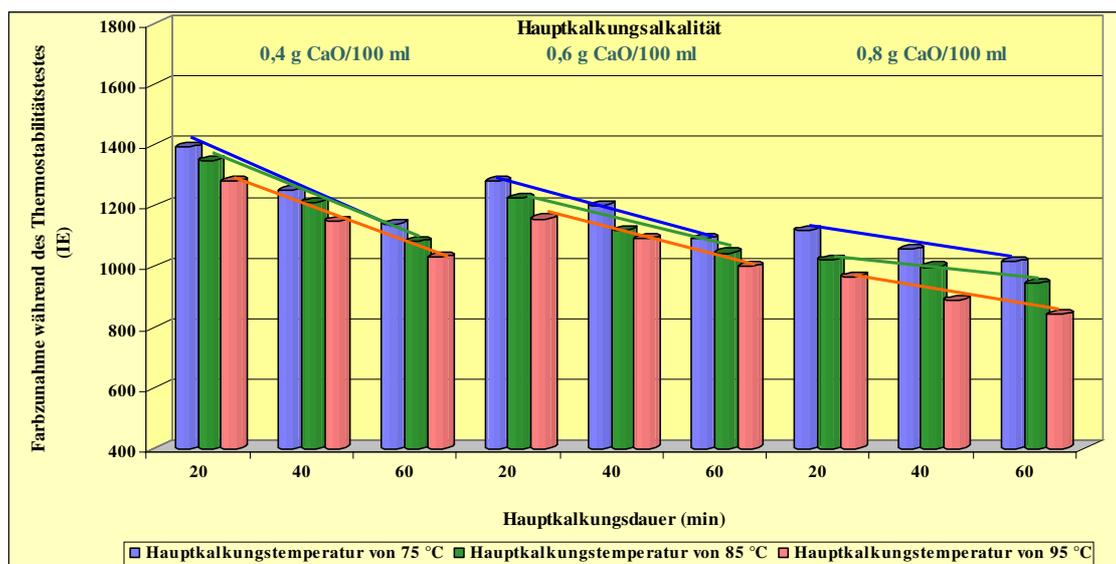


Abb. 7-18: Thermostabilität des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen

Aus der Abbildung 7-18 kann festgestellt werden, dass die Hauptkalkungsbedingungen einen signifikanten Einfluss auf die Thermostabilität des gereinigten Extraktes haben. Mit steigender Temperatur, Dauer und Alkalität der Hauptkalkung wurde eine Verbesserung der Thermostabilität ermittelt. Deshalb kann die Thermostabilität des gereinigten Extraktes beim Extraktreinigungsverfahren mit geringerem Kalkverbrauch wie bei der SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren negativ beeinflusst werden. Als Gegenmaßnahme muss die Verweilzeit der Hauptkalkung erhöht werden.

Aus dieser Grund muss die zusätzliche Dekantationszeit von ca. 60 min bei der Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens als eine erweiterte kalte Hauptkalkung ($\vartheta_{\text{KHK}} = 75 \text{ }^\circ\text{C}$ und $\text{Alk.}_{\text{KHK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$) betrachtet werden. Die heiße Hauptkalkung kann dann mit gleicher Alkalität ($\vartheta_{\text{hHK}} = 85 \text{ }^\circ\text{C}$ und $\text{Alk.}_{\text{hHK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$) durchgeführt werden. Diese Kombination kann zur Verbesserung der Amidverseifung (siehe Kapitel 7.2.1 und 7.2.2) mit einer Verbesserung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes bei einer sehr geringen Hauptkalkungsalkalität von $0,4 \text{ g CaO/100 ml}$ dienen. Abbildung 7-19 zeigt die Thermostabilitäten des gereinigten Extraktes aus dem klassischen Extraktreinigungsverfahren mit unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalität und dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren.

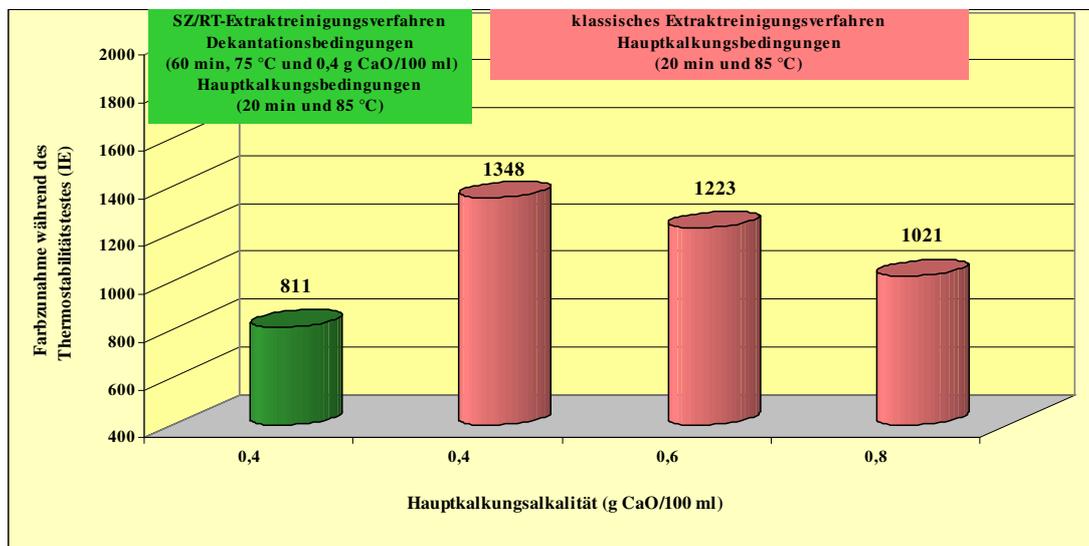


Abb. 7-19: Vergleich der Thermostabilitätswerte des klassischen Extraktreinigungsverfahrens (unterschiedliche Hauptkalkungsalkalität) mit dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren

Aus der Abbildung 7-19 kann festgestellt werden, dass die Thermostabilität des gereinigten Extraktes beim klassischen Extraktreinigungsverfahren von der Hauptkalkungsalkalität abhängig ist und sich mit steigenden Hauptkalkungsalkalitäten verbessert. Die Aufenthaltszeit in einem Dekanteur nach der Vorkalkung ($\vartheta = 75 \text{ }^\circ\text{C}$; $\text{Alk.} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$) führte zur Verstärkung der Amidverseifung (siehe Kapitel 7.2.1 und 7.2.2) und der Verbesserung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes bei einer geringen Hauptkalkungsalkalität von

0,4 g CaO/100 ml. Die angestrebten Effekte wurden in der Kampagne 2006 mit Hilfe des Versuchsdekanteurs im Werk B mit Erfolg getestet (siehe Kapitel 7.8.2).

7.6. Rheologische Untersuchungen mit gereinigtem Extrakt

Die gereinigten Extraktproben aus den Versuchen mit unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen wurden tiefgefroren und an der Technischen Universität Berlin rheologisch bei 10 °C untersucht (Tabelle 7-3).

Obwohl ein physikalisches Messverfahren angewandt wird, können durch rheologische Untersuchungen molekulare Parameter bestimmt werden. Newtonische Medien zeigen dabei völlige Struckturlöslichkeit mit $n = 1$ und indizieren das Fehlen hochmolekularer Substanzen wie Polysaccharide und Proteine. Dadurch können rheologische Messungen zur Bewertung des Extraktreinigungseffektes eingesetzt werden.

Tab. 7-3: Rheologische Untersuchungen von gereinigten Extraktproben aus den Extraktreinigungsversuchen bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen

Probe (Alk. _{HK} /ϑ _{HK} /t _{HK})	Newtonregression			Ostwaldregression			
	η	r	s(n-1)	K	n	r	s(n-1)
(g CaO/100 ml/°C/min)	Pas	-	Pa bezogen auf τ	kg/ms ²⁻ⁿ	-	-	Pa bezogen auf τ
1 (0,4/75/20)	0,0021090	0,99884	0,0024944	0,0022052	0,96976	0,99859	0,0027509
2 (0,4/75/60)	0,0025185	0,99373	0,0065709	0,0031111	0,89024	0,98298	0,0108000
3 (0,4/85/20)	0,0025154	0,99623	0,0051935	0,0033594	0,86331	0,97125	0,0142570
4 (0,4/85/60)	0,0026196	0,99375	0,0068244	0,0030297	0,91718	0,99106	0,9821900
5 (0,4/95/20)	0,0023633	0,99444	0,0058368	0,0028741	0,89748	0,98486	0,0096135
6 (0,4/95/60)	0,00224965	0,99903	0,0027089	0,0029532	0,91662	0,98601	0,0102620
7 (0,8/75/20)	0,0024674	0,99683	0,0047023	0,0026820	0,94740	0,99609	0,0052186
8 (0,8/75/60)	0,0025566	0,99250	0,0072309	0,0033601	0,86560	0,97581	0,0129340
9 (0,8/85/20)	0,0024820	0,99687	0,0047027	0,0032557	0,87056	0,97294	0,0137390
10 (0,8/85/60)	0,0025201	0,99879	0,0030499	0,0029176	0,92423	0,98849	0,0093639
11 (0,8/95/20)	0,0025357	0,99727	0,0045094	0,0029458	0,91888	0,98853	0,0092163
12 (0,8/95/60)	0,0026258	0,99878	0,0031882	0,0030894	0,91772	0,98664	0,0105040
13 SZ/RT-Verfahren: Dekanteurbedingungen von 0,4/75/60 und hHK- Bedingungen von 0,4/85/20)	0,0023801	0,99999	0,0003255	0,0024053	0,99533	0,99987	0,0009092

Die Anwendung des Fließgesetzes von Ostwald und De Waele wurde zur Differenzierung des nicht-Newtonischen Verhaltens und damit des Effektes der Extraktreinigung herangezogen. Aus den ermittelten Ergebnissen können folgende Schlussfolgerungen abgeleitet werden:

1. Bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,8 g CaO/100 ml und bei höherer Hauptkalkungstemperatur (von 95 °C) und –dauer (von 40 und 60 min) verbesserten sich die Reinigungseffekte im Vergleich zur einen Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml bei geringeren Temperaturen (von 75 °C).
2. Bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml und bei ausreichender Hauptkalkungstemperatur (von mindestens 85 °C) und –dauer (von 60 min) kann ein guter Extraktreinigungseffekt festgestellt werden (siehe Kapitel 7.2.2.3).
3. Mit der Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens (Patent „Rohsaftreinigung mit geringerem Kalkverbrauch“, siehe Seite 152) mit den Randbedingungen:
 - a) Dekanteur nach der kalten Hauptkalkung ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$, $\vartheta_{\text{Dek}} = 75 \text{ °C}$ und $t_{\text{Dek}} = 60 \text{ min}$)
 - b) Mit eine heißen Hauptkalkung ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$, $\vartheta_{\text{HK}} = 85 \text{ °C}$ und $t_{\text{HK}} = 20 \text{ min}$) kann ein sehr sauberer gereinigter Extrakt mit einem Fließindex von ca. 1, d. h. einem kleinen Anteil an hochmolekularen Komponenten, hergestellt werden.

7.7. Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung

Die Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung wurde mit reduziertem Kalkverbrauch mit Hauptkalkungsalkalitäten von 0,4 - 0,8 g CaO/100 ml (in 0,2 g CaO/100 ml-Schritten) und in den Hauptkalkungstemperaturbereichen von 75 - 95 °C ($\Delta T = 10 \text{ K}$) ermittelt. Mit der Annahme einer optimalen Amidverseifung bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,80 g CaO/100 ml, einer Hauptkalkungstemperatur von 85 °C und einer Hauptkalkungsdauer von 20 min wurden die erforderlichen Hauptkalkungsdauern aus den ermittelten Ergebnissen der Laborextraktreinigungsversuche für jede Hauptkalkungsalkalität und -temperatur ausgewertet. Abbildung 7-20 zeigt die optimalen Parameter am Beispiel der Glutaminverseifung in einem Hauptkalkungsalkalitätsbereich von 0,4 - 0,8 g CaO/100 ml und in einem Hauptkalkungsetemperaturbereich von 75 -95 °C.

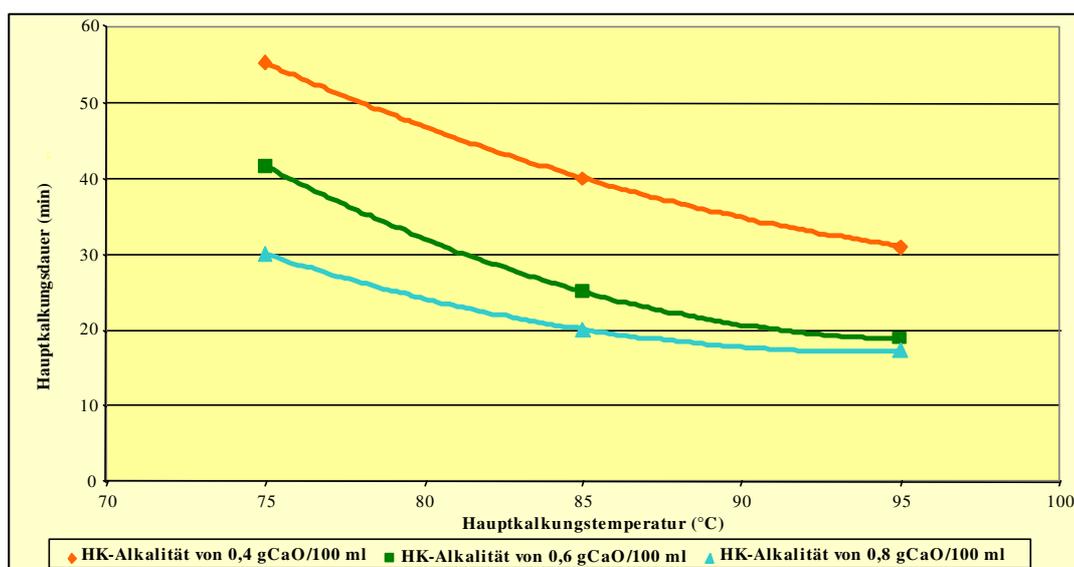


Abb. 7-20: Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung

Aus der mathematischen Auswertung der gesamten Untersuchungsergebnisse wurde die Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung mit geringerem Kalkeinsatz ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,4 - 0,8 \text{ g CaO/100 ml}$ und $\vartheta_{\text{HK}} = 75 - 95 \text{ }^\circ\text{C}$) mit einem Korrelationskoeffizient von $r = 1$ ermittelt (Gleichungen 32 und 33 als zugeschnittene Zahlenwertgleichung).

$$t_{\text{HK}} = a_4 \vartheta_{\text{HK}}^2 - b_4 \vartheta_{\text{HK}} + c_4 \text{ in min} \quad (32)$$

$$\vartheta_{\text{HK}} = a_5 t_{\text{HK}}^2 - b_5 t_{\text{HK}} + c_5 \text{ in } ^\circ\text{C} \quad (33)$$

Tabelle 7-4 enthält die notwendigen Parameter zur Berechnung der Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung.

Tab. 7-4: Parameter zur Berechnung der Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung (Alkalitätsbereich von 0,4 - 0,8 g CaO/100 ml)

Hauptkalkungsalkalität	Konstante					
	a ₄	b ₄	c ₄	a ₅	b ₅	c ₅
g CaO/100 ml						
0,40	0,0315	6,57	370,86	0,0188	2,4479	152,79
0,60	0,0520	9,98	497,60	0,0443	3,5541	146,15
0,80	0,0360	6,76	334,50	0,2009	11,0450	225,54

7.8. Amidverseifung in der Extraktreinigung des Werkes B

In den Kampagnen 2005 bis 2007 wurden zahlreiche Proben (siehe Tabelle 12-8 bis 12-31 im Anhang) aus der Extraktreinigung des Werkes B während der Kampagne entnommen, um Parameter der Amidverseifung zu ermitteln.

Vergleichsweise wurde die Amidverseifung während des Aufenthaltes (60 min) im Versuchsdekanteur (Probennahme vor und nach dem Versuchsdekanteur) untersucht. In der Kampagne 2006 wurde eine zusätzliche Alkalisierung des vorgekalkten Extraktes vor dem Dekanteur (mit Hilfe von Kalkmilch) durchgeführt und die Höhe der Amidverseifung während der Aufenthaltzeit im Versuchsdekanteur bei unterschiedlichen Alkalität des vorgekalkten Extraktes ermittelt.

7.8.1. Untersuchungen in der Kampagne 2005

Abbildung 7-21 zeigt die Amidkonzentration (mg/100 g TS) unterschiedlicher Proben aus der technischen Anlage des Werkes B während der Kampagne 2005 mit einer Hauptkalkungsalkalität von ca. 0,90 g CaO/100 ml und vergleicht die Amidgehalte in technischen Lösungen aus der Extraktreinigung mit der Amidverseifung des vorgekalkten Extraktes ($\text{Alk}_{\text{VK}} = 0,2 \text{ g CaO/100 ml}$) während des Aufenthaltes (60 min) im

Versuchsdekanteur (der Mittelwert besteht aus neun Einzelwerten; siehe Tabelle 12-8 bis 12-16 im Anhang).

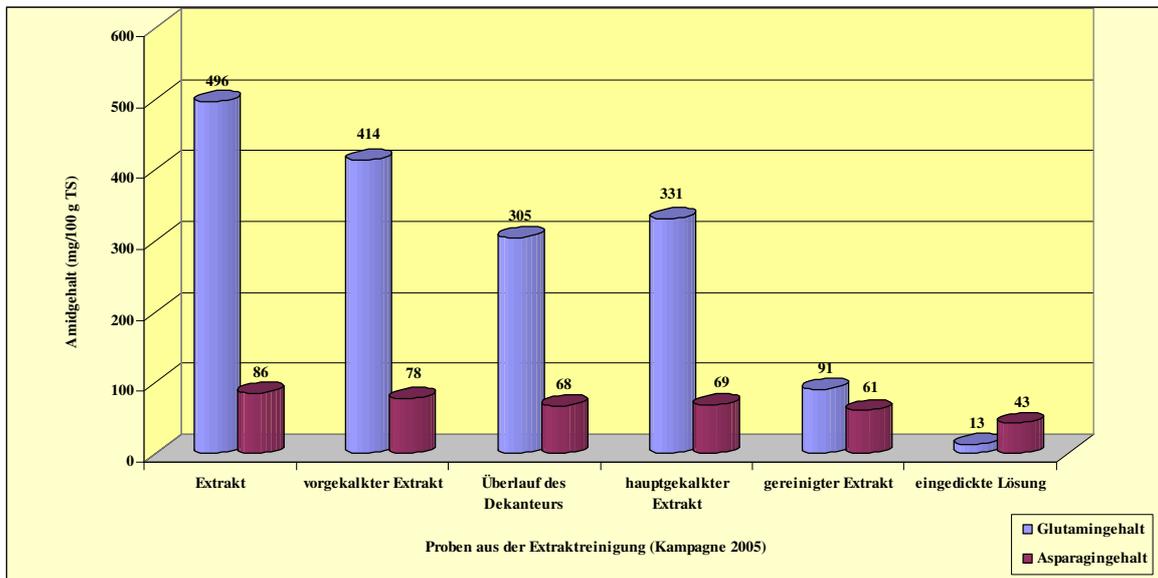


Abb. 7-21: Amidgehalte in technischen Lösungen aus der Extraktreinigung

Abbildung 7-21 zeigt, dass im Werk B keine optimale Amidverseifung in der Hauptkalkung (Glutaminverseifung von ca. 16,7 % und Asparaginverseifung von ca. 10,5 %) ermittelt wurde. Mit einer Glutaminverseifung in der Extraktreinigung von ca. 81,6 % kann kein thermostabiler gereinigter Extrakt hergestellt werden.

Außerdem, wie aus der Abbildung 7-21 zu entnehmen ist, wurden eine bessere Glutaminverseifung im Versuchsdekanteur (Reduzierung von ca. 22 %) sowie Asparaginverseifung (von ca. 11,6 %) während des Aufenthaltes im Versuchsdekanteur ermittelt. Die bessere Amidverseifung während der Dekantation (60 min) zeigt das Potenzial eines Dekanteurs nach der Vorkalkung (SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren). Mit steigender Temperatur bzw. Alkalität des vorgekalkten Extraktes kann dieses Potenzial deutlich verbessert werden. Diese Neuheit wurde patentiert (Patent „Rohsaftreinigung mit reduziertem Kalkverbrauch“, Erteilung am 20.12.2007, Patent-Nr. DE 102006004103 B4, siehe Seite 152).

7.8.2. Untersuchungen in der Kampagne 2006

In der Kampagne 2006 wurden die vorgekalkten Extrakte vor dem Versuchsdekanteur hochalkalisiert, um die Einflüsse einer Alkalitätserhöhung im vorgekalkten Extrakt auf die Höhe der Amidverseifung innerhalb des Versuchsdekanteurs zu ermitteln. Abbildung 7-22 zeigt die Glutamingehalte (mg/100 g TS) unterschiedlicher Proben aus den Prozessschritten der Extraktreinigung des Werkes B ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,86 \text{ g CaO}/100 \text{ ml}$), aus dem Versuchsdekanteur ($\text{Alk}_{\text{VK}} = 0,26 \text{ g CaO}/100 \text{ ml}$ und $0,40 \text{ g CaO}/100 \text{ ml}$) sowie nach der Durchführung einer

weiteren Hauptkalkung (85 °C und 20 min) des Überlaufes aus dem Versuchsdekanteur in der Kampagne 2006 (siehe Tabelle 12-17 bis 12-25 im Anhang).

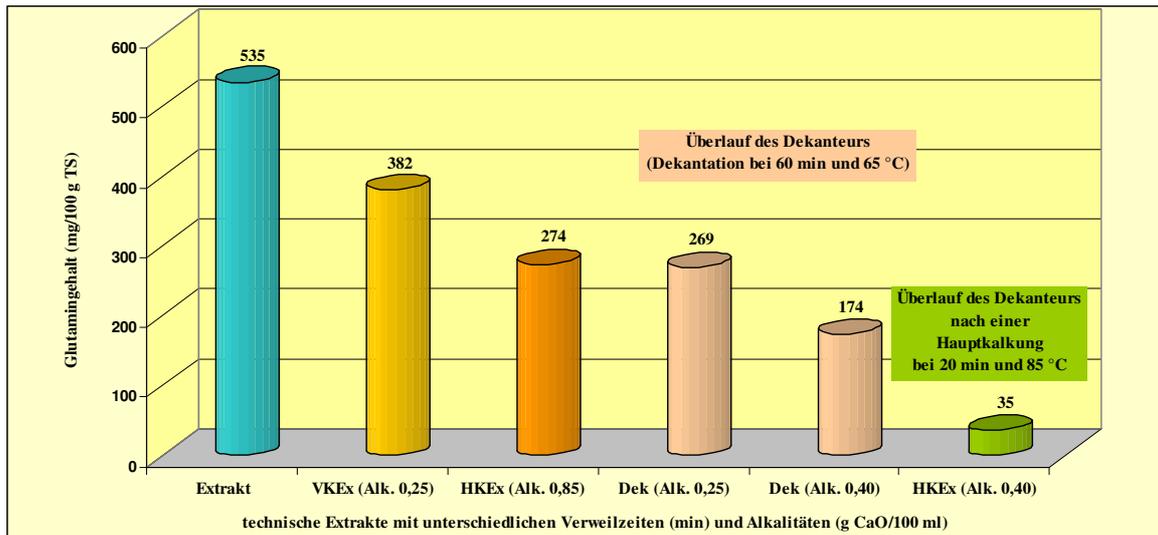


Abb. 7-22: Glutaminverseifung bei unterschiedlichen Alkalisierungen des vorgekalkten Extraktes

Aus den ermittelten Ergebnissen (Abbildung 7-22) können folgende Schlussfolgerungen abgeleitet werden:

1. Es wurde eine Glutaminverseifung von ca. 20,2 % in der heißen Hauptkalkung (Alk._{HK} = 0,85 g CaO/100 ml) des Werkes festgestellt.
2. Im Dekanteur wurde trotz geringerer Alkalität (Alk._{VK} = 0,25 g CaO/100 ml) eine Glutaminverseifung von ca. 21,1 % ermittelt.
3. Im Dekanteur mit der Alkalität (0,40 g CaO/100 ml) wurde eine Glutaminverseifung von ca. 38,9 % ermittelt. Das bedeutet, dass eine Alkalitätserhöhung des vorgekalkten Extraktes vor dem Dekanteur zur Verbesserung der Amidverseifung führt.
4. Nach der Durchführung einer heißen Hauptkalkung (85 °C und 20 min) mit dem Überlauf aus dem Dekanteur (Alk._{HK} = 0,40 g CaO/100 ml) wurde eine Glutaminverseifung von ca. 64,9 % ermittelt.
5. Diese Ergebnisse bestätigen die Aussagen aus der Kampagne 2005 (siehe Kapitel 7.8.1) und die Laborextraktreinigungsversuche zur Optimierung der Hauptkalkung (siehe Kapitel 7.2.1 und 7.2.2).

In einer weiteren Versuchsreihe wurde der Einfluss der Alkalitätserhöhung des vorgekalkten Extraktes vor dem Dekanteur untersucht. Abbildung 7-23 zeigt den Glutamingehalt in mg/100 g TS von unterschiedlichen Alkalisierungen des vorgekalkten Extraktes (von 0,2 - 0,6 g CaO/100 ml) und anschließender Durchführung der heißen Hauptkalkung (85 °C und 20 min).

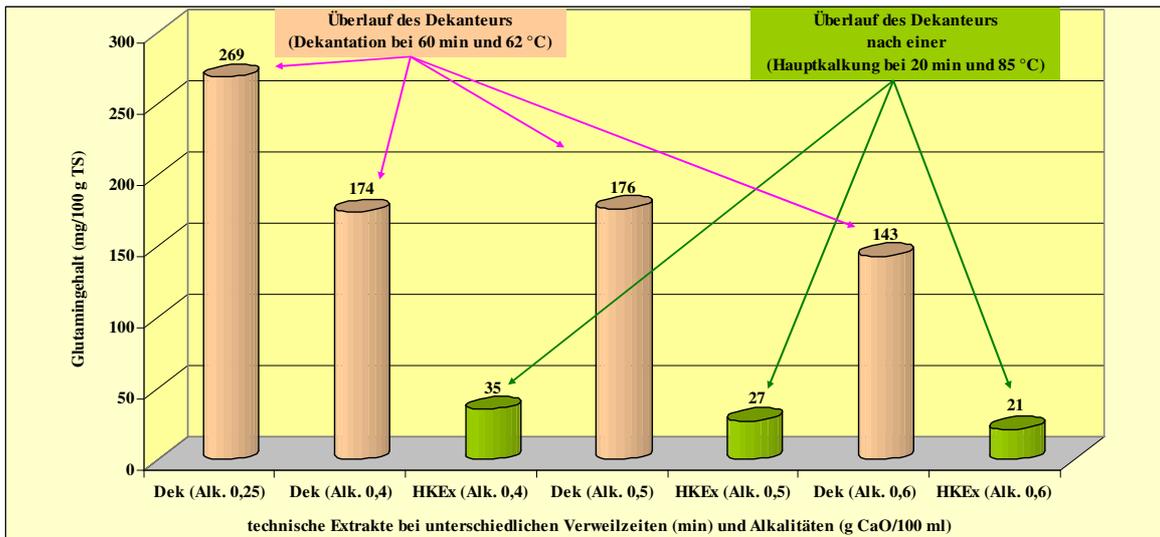


Abb. 7-23: Glutaminverseifung bei unterschiedlichen Alkalisierungen des vorgekalkten und hauptgekalkten Extraktes

Tabelle 7-5 enthält die Versuchsergebnisse (Abbildung 7-23).

Tab. 7-5: Glutaminverseifung im Dekanteur und in der Hauptkalkung bei unterschiedlichen Vorkalkungs- bzw. Hauptkalkungsalkalitäten

Alkalität der Vorkalkung	Alkalität vor dem Dekanteur	Alkalität der Hauptkalkung	Glutaminverseifung (%)			
			Vorkalkung 14 min 62 °C	Dekanteur 60 min 62 °C	Hauptkalkung 20 min 85 °C	Gesamt
0,25	0,40	0,40	28,6	38,9	26,0	93,5
0,25	0,50	0,50	28,6	38,5	27,9	95,0
0,25	0,60	0,60	28,6	44,7	22,8	96,1

Aus den ermittelten Daten hinsichtlich der Glutaminverseifung im Dekanteur (Alkalitäten von 0,4 - 0,6 g CaO/100 ml) und in der heißen Hauptkalkung (Alkalitäten von 0,4 - 0,6 g CaO/100 ml) kann festgestellt werden, dass eine Alkalität (vor dem Dekanteur sowie in der heißen Hauptkalkung) von 0,4 g CaO/100 ml für die erforderliche Glutaminverseifung (> 90 %) ausreichend ist. Die Glutaminverseifung nach der Hauptkalkung des Werkes B (klassische Extraktreinigung; Alk._{HK} = 0,85 g CaO/100 ml) von ca. 48,8 % (Abbildung 7-23) liegt daher weit unter der erforderlichen Glutaminverseifung von > 90 % (Abbildungen 7-22 und 7-23).

7.8.3. Untersuchungen in der Kampagne 2007

Abbildung 7-24 zeigt die Amidgehalte (mg/100 g TS) unterschiedlicher Extrakte aus der technischen Anlage des Werkes B während der Kampagne 2007 (siehe Tabelle 12-26 bis 12-31 im Anhang) mit einer Hauptkalkungsalkalität von ca. 0,86 g CaO/100 ml.

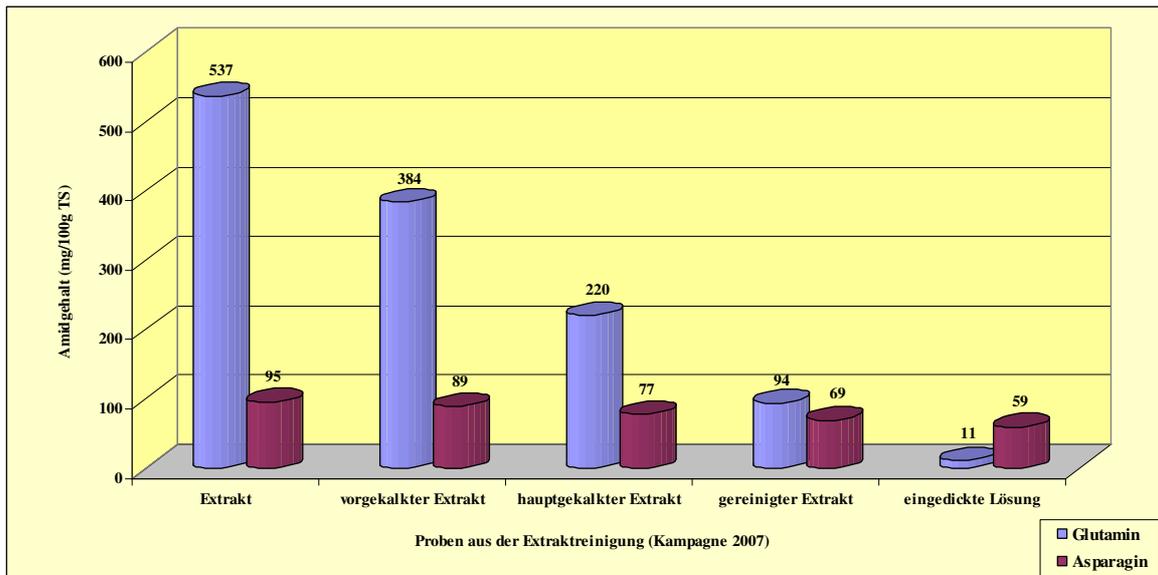


Abb. 7-24: Der Amidgehalt in technischen Lösungen

Trotz einer höheren Glutaminverseifung in der Hauptkalkung (Glutaminverseifung von ca. 30 % und Asparaginverseifung von ca. 13 %) des Werkes B reicht die gesamte Glutaminverseifung in der Extraktreinigung von ca. 82 % nicht aus, um einen thermostabilen gereinigten Extrakt herzustellen. In der Kampagne 2008 sollte das nach dieser Arbeit (siehe Kapitel 7.9 und 7.11) entwickelte SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren im Werk B eingeführt werden.

7.9. Entwicklung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens zur Patentreife

Aus den ermittelten Ergebnissen hinsichtlich der Verbesserung der Amidverseifung und des Invertzuckerabbaus (siehe Kapitel 7.1, 7.2.1, 7.2.2 und 7.8.2) kann eine Weiterentwicklung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens vorgeschlagen werden. Der Einsatz eines Dekanteurs im SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren bietet die Möglichkeit, die für die Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml erforderliche Verweilzeit von 60 min einzustellen. Hierzu sind apparative Anpassungen erforderlich.

Der Dekanteur wird nach der kalten Hauptkalkung und einem Hauptkalkungsanwärmer auf 75 °C angeordnet. Damit erfüllt der Dekanteur eine Doppelfunktion: Zum einen erfüllt er seine originäre Aufgabe zum Absetzen der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt. Zum zweiten bietet er die für eine optimale Amidverseifung bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml erforderliche Verweilzeit. Abbildung 7-25 zeigt das veränderte SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren unter Berücksichtigung des genannten Entwicklungspotenzials (Patent „Rohsaftreinigung mit reduziertem Kalkverbrauch“, Erteilung am 20.12.2007, Patent-Nr. DE 102006004103 B4, siehe Seite 152).

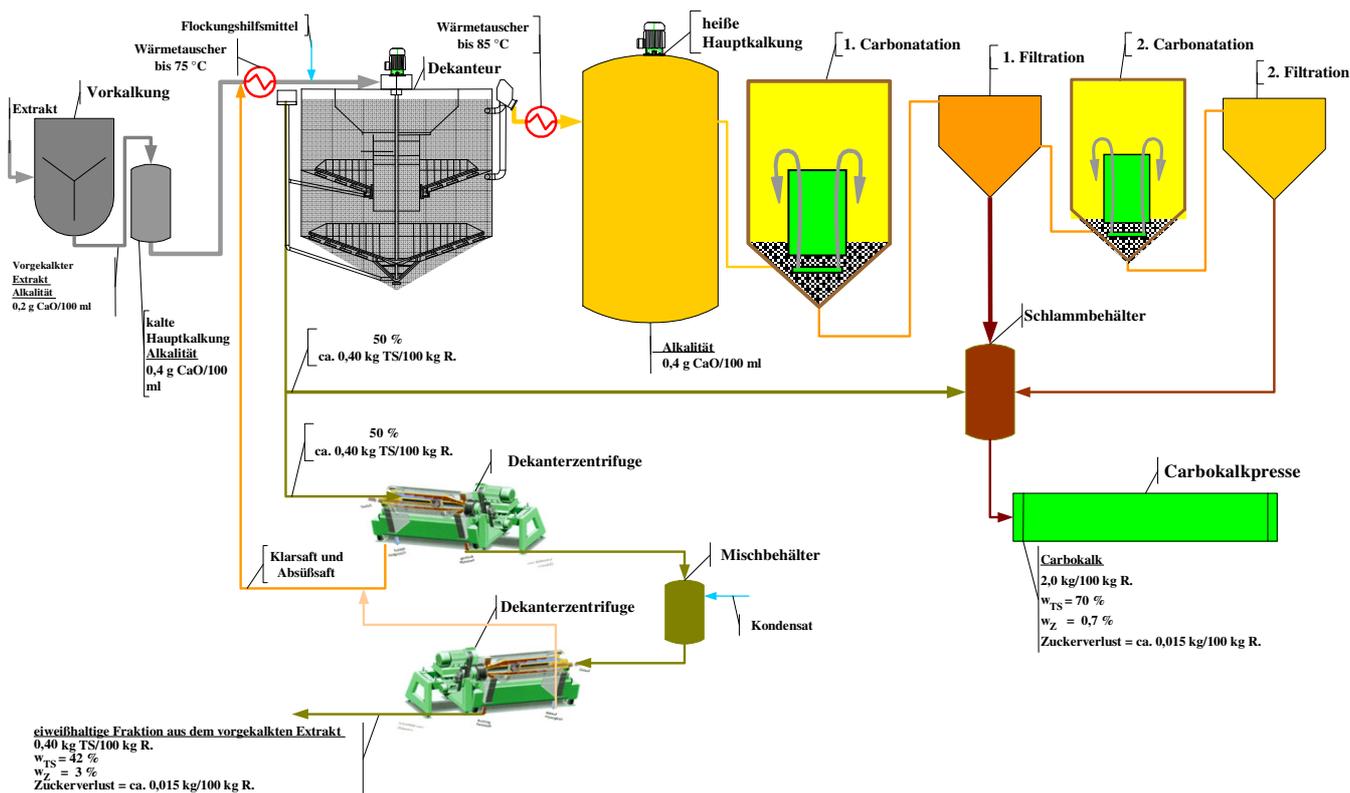


Abb. 7-25: Prinzip des weiterentwickelten SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens

Bei Einführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens mit einer Hauptkalkungsalkaliät von ca. 0,6 g CaO/100 ml können z. B. im Werk B ca. 6 kg Kalkstein/t R eingespart werden. Nach der Optimierung der neuen Entwicklungsidee hinsichtlich der Thermostabilität des gereinigten Extraktes kann die bisher angestrebte Hauptkalkungsalkaliät von 0,6 auf 0,4 g CaO/100 ml gesenkt werden und eine weitere Kalksteinmenge von ca. 5 kg/t R eingespart werden. In der Kampagne 2008 wird das SZ/RT-Saftreinigungsverfahren im Werk B umgesetzt.

7.10. Kalte und heiße Hauptkalkung

Die Zugabe der erforderlichen Kalkmilchmenge zur Einstellung der Hauptkalkungsalkaliät vor den Hauptkalkungsanwärmern (sog. kalte Hauptkalkung) ist im klassischen Extraktreinigungsverfahren aufgrund einer besseren Löslichkeit von CaO in niedrigeren Temperaturbereich bekannt. Diese Maßnahme führt allerdings zur Belagbildung in den Hauptkalkungsanwärmern. Deshalb müssen die Hauptkalkungsanwärmer (besonders bei längerer Kampagnedauer) während der Kampagne gereinigt werden. Durch die Reduzierung der Hauptkalkungsalkaliät (< 1,0 g CaO/100 ml) in den letzten Jahren verliert die Löslichkeit des Kalkes an Bedeutung. Ermöglicht wird die Zugabe der Hauptkalkungskalkmenge nach den Hauptkalkungsanwärmern, um den Hauptkalkungsanwärmer vor Belagbildung weitgehend zu schützen. Aus diesem Grund war es erforderlich, weitere Untersuchungen zur Feststellung der Notwendigkeit einer kalten Hauptkalkung in dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren mit

geringer Hauptkalkungsalkalität (von 0,6 g CaO/100 ml und noch weniger) hinsichtlich der Qualität des gereinigten Extraktes durchzuführen.

Es wurden Laborextraktreinigungsversuche mit Extrakt aus einer technischen Anlage durchgeführt. Dabei wurden Versuche mit einer Hauptkalkungsalkalität von 0,8 g CaO/100 ml und Hauptkalkungstemperaturen von 75 - 95 °C ($\Delta T = 10$ K) und einer Hauptkalkungsdauer von 20 - 60 min ($\Delta T = 20$ K) ohne Realisierung der kalten Hauptkalkung durchgeführt. Abbildung 7-26 zeigt die durchschnittliche Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen und Hauptkalkungsdauern.

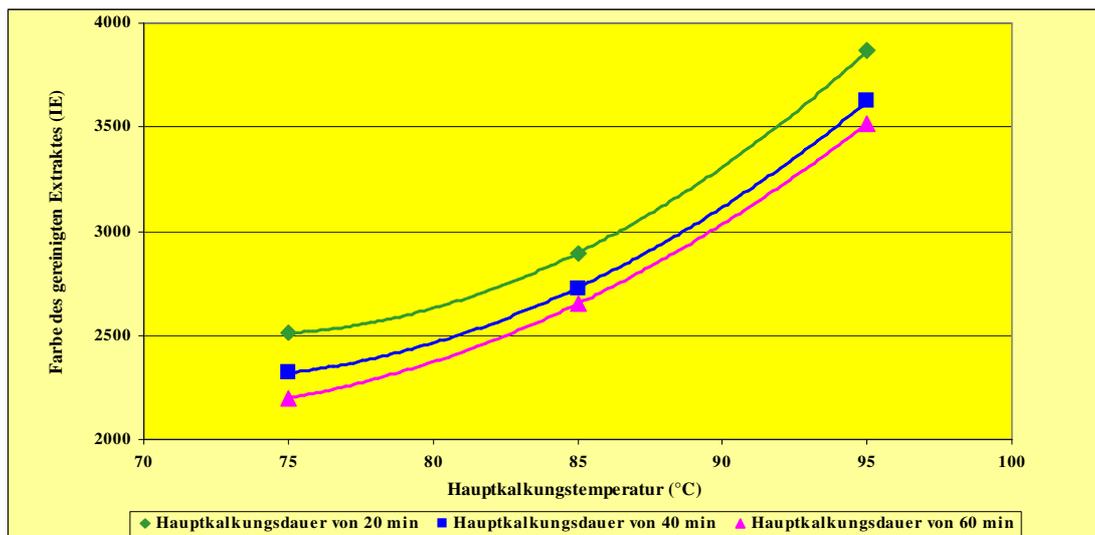


Abb. 7-26: Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen und Hauptkalkungsdauern

Wie aus der Abbildung 7-26 zu erkennen ist, ist die Farbzunahme des gereinigten Extraktes vor allem von der Hauptkalkungstemperatur abhängig. Dies bedeutet, dass die Farbe oder die erforderlichen Farbstoffe vor der heißen Hauptkalkung und während der Anwärmung des vorgekalkten Extraktes entwickelt wurden. Die Abhängigkeit der Farbzunahme von der Hauptkalkungsdauer verdeutlicht den Einfluss der Verweilzeit der heißen Hauptkalkung auf die Abbaureaktion der Farbstoffe und Farbvorstoffe. Gleichung 34 zeigt den Einfluss der Hauptkalkungstemperatur ($\vartheta_{HK} = 75 - 95$ °C; ohne Einhaltung einer kalten Hauptkalkung) und Hauptkalkungsdauer ($t_{HK} = 20 - 60$ min) auf die Farbe des gereinigten Extraktes bei einer Hauptkalkungsalkalität von $Alk_{HK} = 0,8$ g CaO/100 ml.

$$F_{Düs} = 2,761 \cdot \vartheta_{HK}^2 - 354,61 \cdot \vartheta_{HK} + 15011 \text{ in IE} \quad (34)$$

Aus dieser Erkenntnis wurde in der Kampagne 2005 in den zwei Werken der Südzucker-Gruppe mit unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten von 1,10 g CaO/100 ml (Werk C) und 0,7 g CaO/100 ml (Werk D) eine Umstellung der Kalkmilchzugabe vom heißen vorgekalkten Extrakt (von ca. 86 - 88 °C) auf dem kalten vorgekalkten Extrakt (sog. kalte Hauptkalkung) mit Erfolg durchgeführt. Abbildungen 7-27 und 7-28 zeigen die ermittelten Farbabnahmen im

gereinigten Extrakt sowie in der eingedickten Lösung nach der Umstellung der Kalkmilchzugabestelle in den Werken C und D.

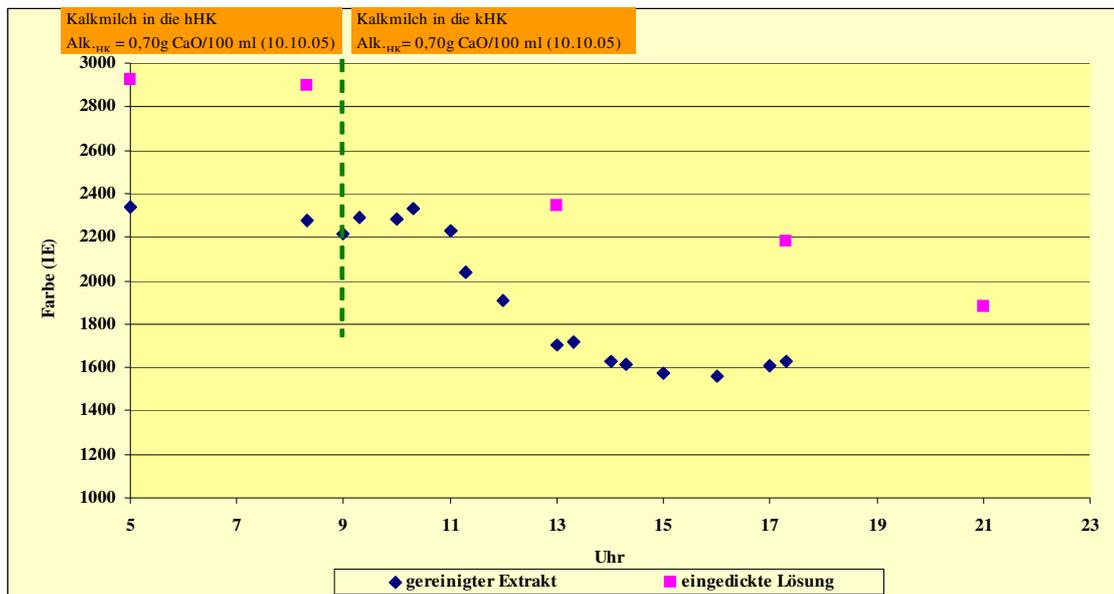


Abb. 7-27: Umstellung der Kalkmilchzugabe von der heißen zur kalten Hauptkalkung im Werk C (exemplarisch)

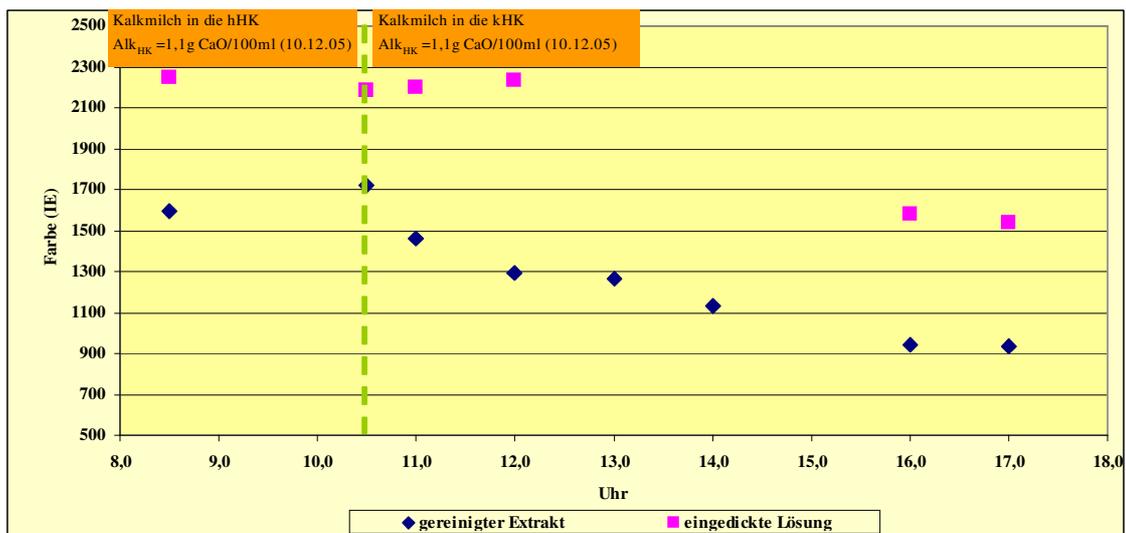


Abb. 7-28: Senkung der Farbe im gereinigten Extrakt und in der eingedickten Lösung durch Erhöhung der Alkalität in der kalten Hauptkalkung im Werk D (exemplarisch)

Aus den Abbildungen 7-27 und 7-28 ist zu erkennen, dass eine deutliche Reduzierung der Farbe (unabhängig von der Hauptkalkungsalkalität) im gereinigten Extrakt bzw. in der eingedickten Lösung (Dicksaft) in den Werken C und D von ca. 650 – 700 IE erreicht wurde. Eine logische Schlussfolgerung aus den ermittelten Ergebnissen ist die Prüfung einer Alkalisierung des Extraktes vor den Extraktanwärmern. Diese ist die Grundlage für weitere umfangreiche Laborextraktreinigungsversuche.

7.11. Extraktvoralkalisierung (Patentanmeldung)

7.11.1. Laborextraktreinigungsversuche mit Extraktvoralkalisierung

Die Ziele der Extraktvoralkalisierung sind:

1. Stabilisierung des Extraktes vor den Extraktanwärmern,
2. Reduzierung der mikrobiologischen Aktivitäten innerhalb der Extraktanwärmer vor der Vorkalkung,
3. Zerstörung des Biofilms in den Extraktanwärmern,
4. Keine Flockenbildung: Eine alkalische Koagulation der Hydrokolloide (Flockenbildung) vor den Extraktanwärmern führt zu Filtrations- bzw. Dekantationsschwierigkeiten. Deshalb muss die Flockenbildung bei der Extraktvoralkalisierung vermieden werden und
5. Reduzierung des Kalksalzgehaltes und der Farbe im gereinigten Extrakt

Es wurden Laborextraktreinigungsversuche mit einem Extrakt aus der technischen Anlage (mit und ohne der Voralkalisierung des Extraktes) durchgeführt, um den Einfluss der Alkalisierung des Extraktes vor dem Extraktanwärmern auf die Qualität der Zwischenprodukte (der Filtrationskoeffizient der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation) und der Qualität des gereinigten Extraktes (die Farbe und der Kalksalzgehalt) zu ermitteln. Hierfür wurden Laborextraktreinigungsversuche mit den alkalisierten und nicht alkalisierten Extrakten (pH-Werte von 6 - 11; in einer pH-Schritten) vor der Anwärmung bei einer Vorkalkungstemperatur von 50 - 80 °C ($\Delta T = 10$ K) durchgeführt. Abbildung 7-29 zeigt den Einfluss der Extraktvoralkalisierung vor der Anwärmung auf die Farbe des gereinigten Extraktes.

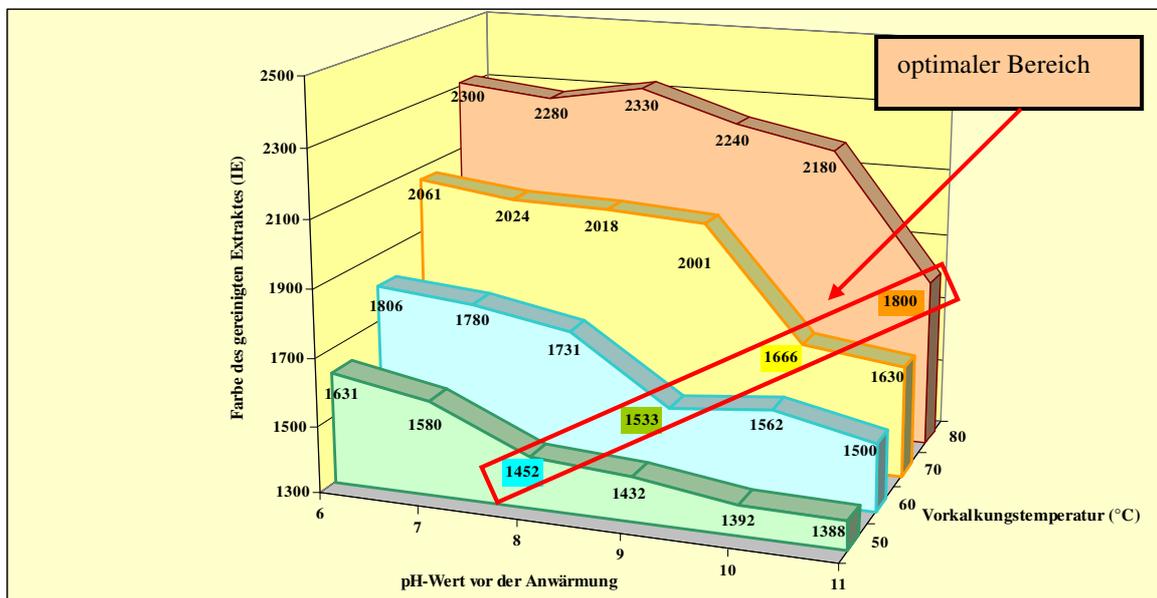


Abb. 7-29: Einfluss der Extraktvoralkalisierung auf die Farbe des gereinigten Extraktes

Aus der Abbildung 7-29 können folgende signifikante Einflüsse der Extraktvoralkalisierung auf die Farbe des gereinigten Extraktes festgestellt werden:

3. Die Farbe des gereinigten Extraktes nimmt mit der Zunahme der Vorkalkungstemperatur zu.
4. Die Farbe des gereinigten Extraktes wurde mit der Voralkalisierung des Extraktes reduziert.
5. Der Einfluss der Extraktvoralkalisierung auf die Abnahme der Farbe des gereinigten Extraktes ist von der Vorkalkungstemperatur abhängig.

6. Es wurde eine Abnahme der Farbe des gereinigten Extraktes von ca. 200 IE (bei einer Vorkalkungstemperatur von 50 °C) und eine Abnahme der Farbe des gereinigten Extraktes von ca. 500 IE (bei einer Vorkalkungstemperatur von 80 °C) gefunden.

Abbildung 7-30 zeigt den Einfluss der Extraktalkalisierung vor der Anwärmung auf den Kalksalzgehalt des gereinigten Extraktes.

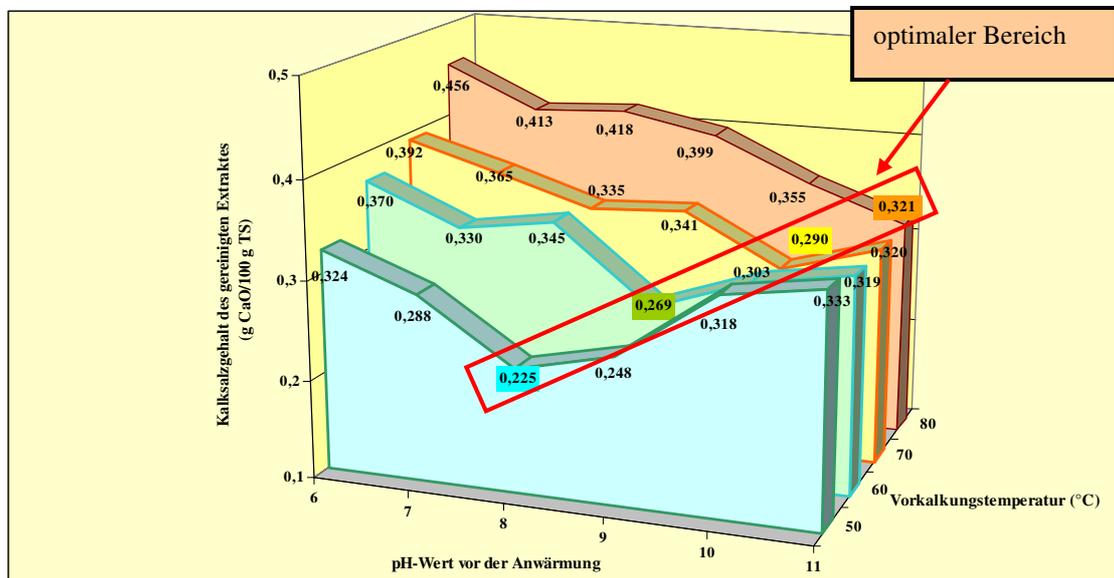


Abb. 7-30: Einfluss der Extraktalkalisierung auf den Kalksalzgehalt des gereinigten Extraktes

Aus den Ergebnissen in der Abbildung 7-30 wurden folgende Schlussfolgerungen abgeleitet:

1. Der Kalksalzgehalt des gereinigten Extraktes nimmt mit der Zunahme der Vorkalkungstemperatur zu.
2. Der Kalksalzgehalt des gereinigten Extraktes nimmt mit der Alkalisierung des Extraktes vor dem Extraktanwärmer (bis zu einem optimalen pH-Wert) ab.
3. Der erforderliche pH-Wert des Extraktes vor der Anwärmung für die Erzielung des optimalen Kalksalzgehaltes des gereinigten Extraktes stimmt mit dem erforderlichen pH-Wert des Extraktes für die optimale Farbe des gereinigten Extraktes überein.

Der Invertzuckergehalt des Extraktes bei Anwärmung wurde bei unterschiedlichen Temperaturen und pH-Werten ermittelt. Abbildung 7-31 zeigt den Einfluss der Extraktvorkalkalisierung vor der Anwärmung auf die Saccharosehydrolyse (Invertzuckerbildung) des Extraktes vor der Vorkalkung.

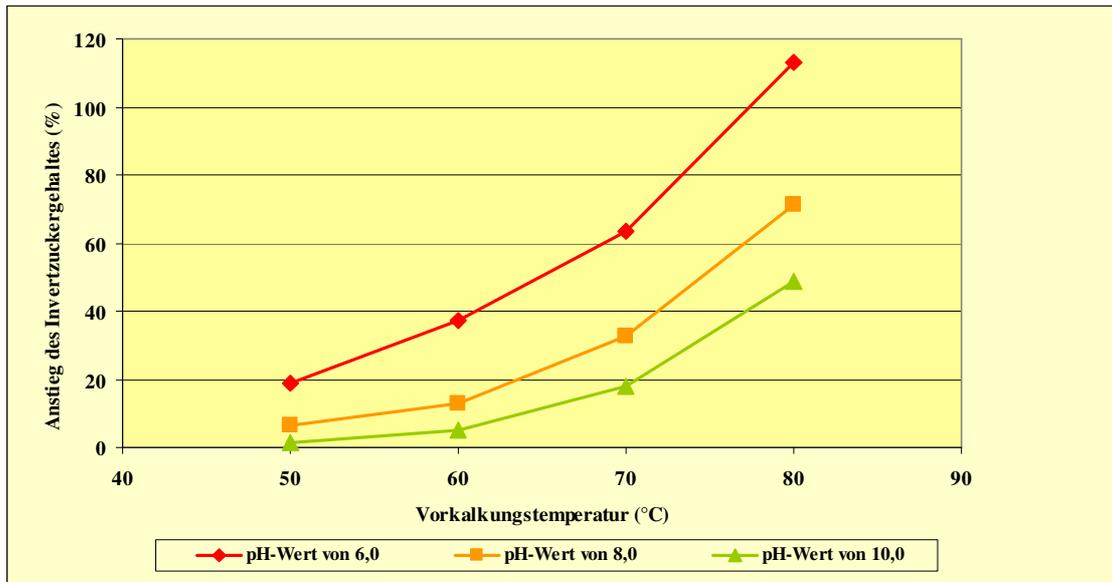


Abb. 7-31: Einfluss der Extraktvorkalkisierung auf die Invertzuckerzunahme im Extrakt vor der Vorkalkung

Aus der Abbildung 7-31 kann festgestellt werden, dass der Anstieg des Invertzuckers im Extrakt durch die Saccharosehydrolyse eine Ursache für die Qualitätsminderung des gereinigten Extraktes bei höherer Vorkalkungstemperatur sein kann. Die Extraktvorkalkisierung reduziert die Saccharosehydrolyse im Extrakt während der Anwärmung. Die Abnahme der Reaktionsgeschwindigkeit der Saccharosehydrolyse ist vom pH-Wert und der Temperatur abhängig. Der natürliche pH-Wert des Extraktes liegt bei 6 und führt damit eher zu einer Saccharosehydrolyse. Diese wird durch die Alkalisierung unterbunden. Abbildung 7-32 zeigt den Einfluss der Extraktvorkalkisierung auf den Filtrationskoeffizient der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation.

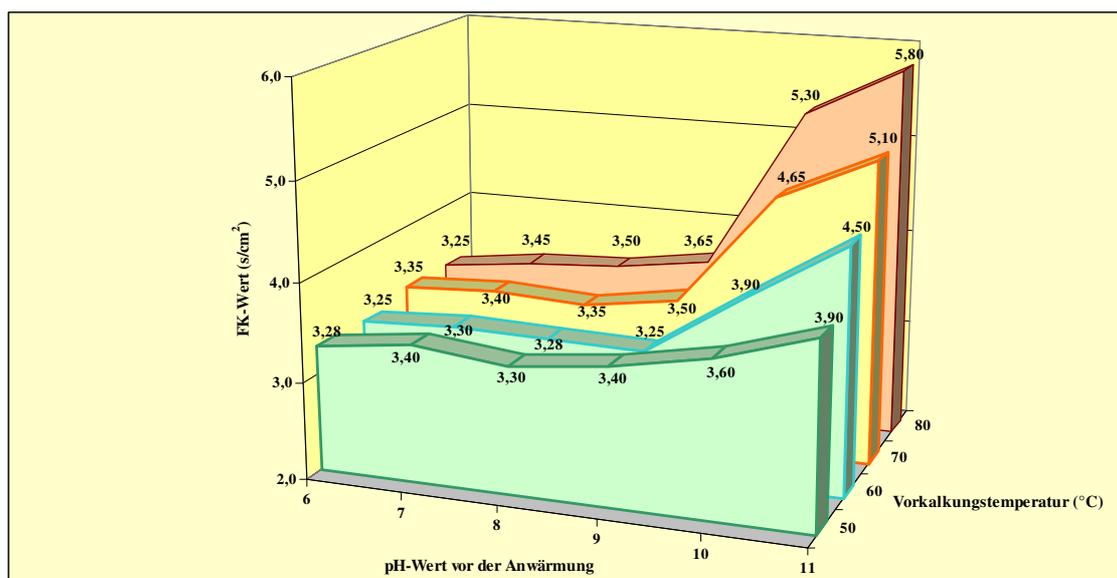


Abb. 7-32: Einfluss der Extraktalkalisierung auf den FK-Wert der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation

Der FK-Wert der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonation wurde ebenfalls von der Extraktvoralkalisierung beeinflusst. Die Extraktvoralkalisierung bei pH-Werten über 8 führt (trotz Verbesserung der Farbe und des Kalksalzgehaltes im gereinigten Extrakt) zur Verschlechterung des FK-Wertes (Filtrierbarkeit der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonation). Die Verschlechterung des FK-Wertes ist von der Vorkalkungstemperatur abhängig und nimmt mit steigender Vorkalkungstemperatur zu. Anhand der Regressionsgleichung 35 wurde festgestellt, dass der durch Zufuhr von Alkalisierungsmittel einzustellende optimale Extrakt-pH-Wert temperaturabhängig ist und mit folgender Gleichung in einem Temperaturbereich von 50-70 °C ermittelt werden kann:

$$\text{pH-Wert}_{\text{Ext.}} = 0,1 \cdot \vartheta_{\text{VK}} + 2 \quad (35)$$

Diese neue Entwicklungsidee wurde angemeldet (Patentanmeldung „Alkalisierung von Rohsaft“, PCT-Anmeldung: PCT/EP2008/000435 siehe Seite 152).

7.11.2. Extraktvoralkalisierung in der Kampagne 2006

In der Kampagne 2006 wurden Untersuchungen zur Extraktvoralkalisierung im Werk C durchgeführt. Hierzu wurde hauptgekalkter Extrakt ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,80 \text{ g CaO/100 ml}$) sowie Kalkmilch ($\text{Alk}_{\text{KM}} = 14,5 \text{ g CaO/100 ml}$) in den Extrakt gegeben und damit unterschiedliche pH-Werte vor dem Extraktanwärmer eingestellt. Abbildung 7-33 zeigt die Zugabestelle des hauptgekalkten Extraktes sowie Kalkmilch zum Extrakt vor der Extraktpumpe und die pH-Messstelle vor der Vorkalkung.

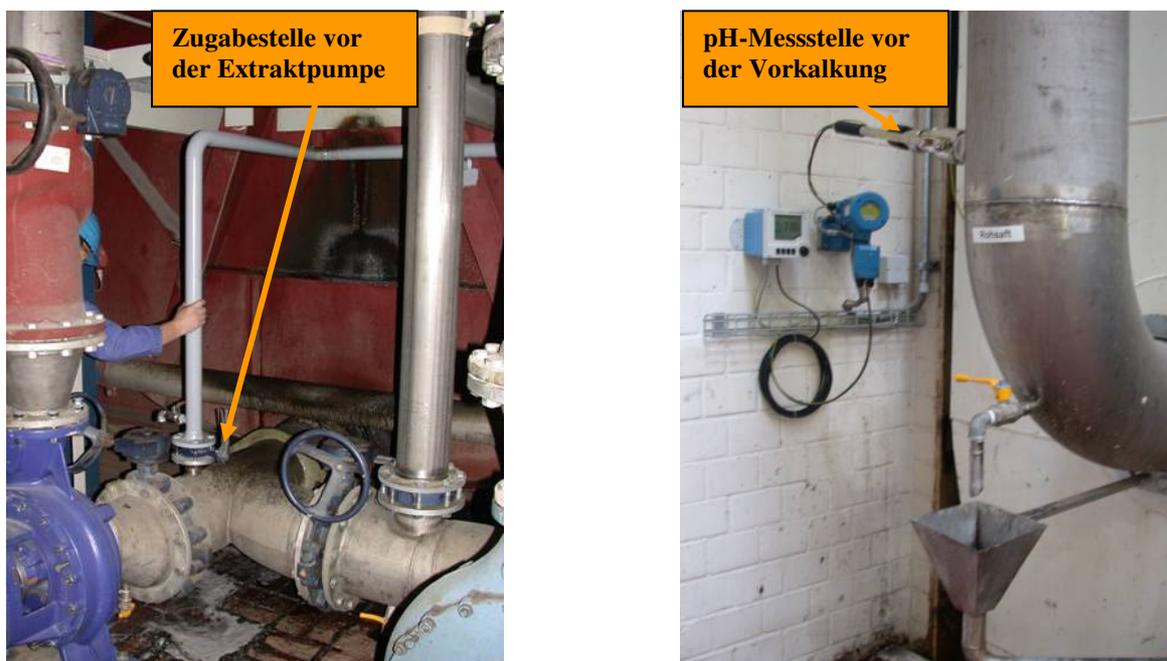


Abb. 7-33: Bilder aus der Extraktvoralkalisierung im Werk C in der Kampagne 2006

Die Extraktvorkalkisierung wurde stufenweise bis zu einem pH-Wert von 8,5 durchgeführt. Der pH-Verlauf in der Vorkalkung musste nach jeder Stufe mit Hilfe der Klappenänderung der Vorkalkungsanlage eingestellt werden. Abbildung 7-34 zeigt den pH-Verlauf in der Vorkalkung des Werkes vor und nach der Extraktvorkalkisierung (pH-Wert bis 8,5) und die Klappeneinstellung in der Kampagne 2006.

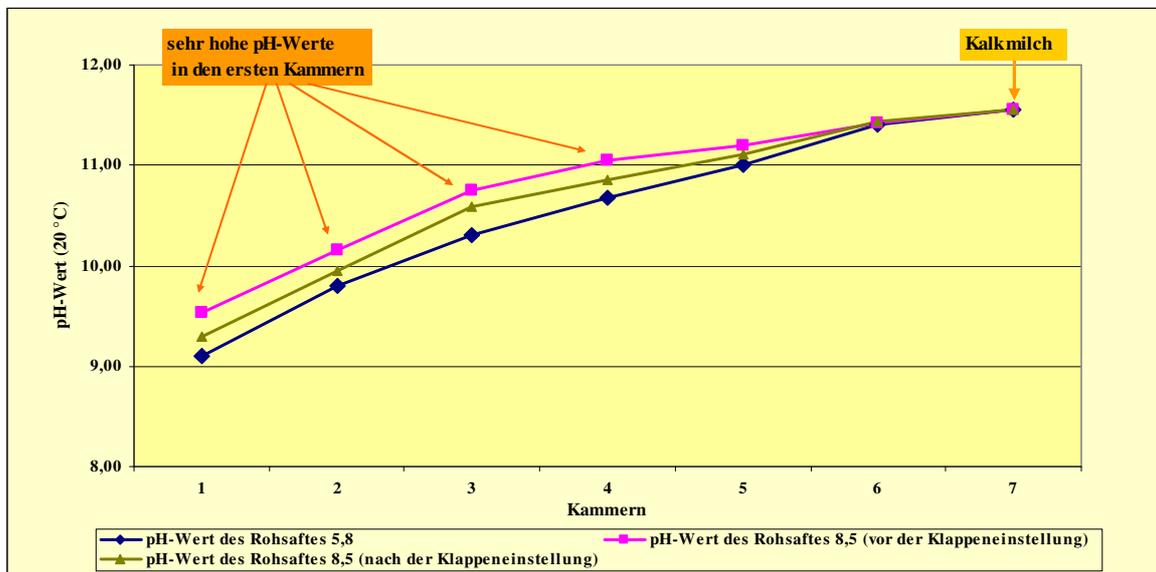


Abb. 7-34: pH-Verlauf in der Vorkalkung vor und nach der Extraktvorkalkisierung

In der Abbildung 7-34 ist ein pH-Anstieg in den ersten Kammern der Vorkalkung nach der Extraktvorkalkisierung (pH-Wert bis 8,5) zu sehen. Der höhere pH-Wert des Extraktes vor den Extraktanwärmern und in der ersten Kammern der Vorkalkung führte zum Anstieg des FK-Wertes. Es wurde eine Verschlechterung der Sedimentations- und Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation sowie eine Verbesserung der Farbe des gereinigten Extraktes in Abhängigkeit vom pH-Wert der Extraktvorkalkisierung festgestellt. Tabelle 7-6 zeigt den FK-Wert der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation und Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen pH-Werten der Extraktvorkalkisierungen.

Tab. 7-6: FK-Wert der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation und Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Extraktvorkalkisierungen

pH-Wert des Extraktes	FK-Wert (s/cm ²)	Farbe des gereinigten Extraktes (420 nm)
5,8	0,6 - 0,9	unverändert
6,5	0,6 - 0,9	unverändert
7,0	0,6 - 0,9	unverändert
7,5	0,8 - 1,2	reduziert
8,0	1,6 - 2,1	reduziert ca. 100 - 150
8,5	2,0 - 5,0	reduziert ca. 100 - 150

Aus der Tabelle 7-6 kann man entnehmen, dass eine Extraktvorkalkisierung (mit der Kalkmilch) bis zu einem pH-Wert von ca. 7,0 keinen signifikanten Einfluss auf den FK-Wert

der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation besitzt. Die Verbesserung der Farbe beginnt erst bei einem pH-Wert von ca. 7,5. Abbildung 7-35 zeigt die Flockenbildung im Extrakt ($d_{50} < 10 \mu\text{m}$) bei Extraktvoralkalisierung mit der Kalkmilch.

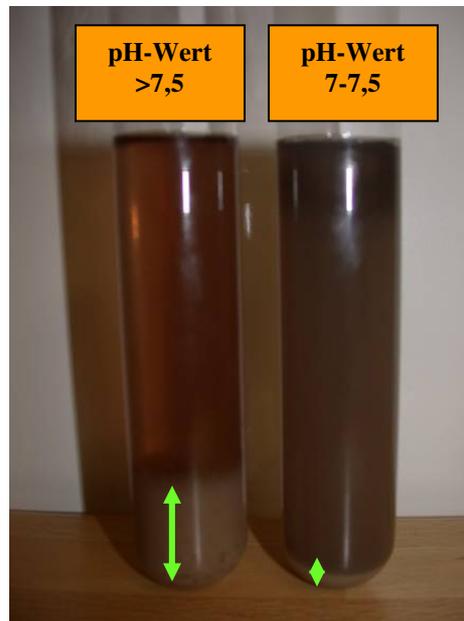


Abb. 7-35: Flockenbildung bei pH-Werten über 7,5

Die Flockenbildung kann als primäre Strukturierung der hochmolekularen Bestandteile in der Nähe des isoelektrischen Punkts gedeutet werden (*Toth et al., 1998, Ajdari Rad und Senge 2002* und *Ajdari Rad 2002*). Die Flockenbildung entsteht vor den Extraktanwärmern. Diese feine Flockenstruktur ($d_{50} < 5 \mu\text{m}$) stabilisiert sich während der Anwärmung und führt damit zur Verschlechterung der Flockenstruktur im vorgekalkten Extrakt mit der Verschlechterung der Sedimentations- und Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation.

7.11.3. Extraktvoralkalisierung in der Kampagne 2007

Im Werk E gibt es seit Jahren Probleme im Bereich der Extraktanwärmer (Leistungsabnahme), die ständige Reinigungsmaßnahmen während der Kampagne erfordern. Die Vorversuche zur Extraktvoralkalisierung mit Kalkmilch und Natronlauge hinsichtlich der Belagbildungsfähigkeit (Laboruntersuchungen erfolgten mit Hilfe einer in der ZAFES entwickelten Laboranlage) im Bereich der Extraktanwärmer wurden in der Tabelle 7-7 dargestellt.

Tab. 7-7: Belagbildungsfähigkeit des voralkalisierten Extraktes mit Kalkmilch und Natronlauge

pH-Wert des Extraktes nach der Alkalisierung	Extraktvoralkalisierung	
	Kalkmilch	Natronlauge
7	Belag	kein Belag
8	Belag	kein Belag
9	Belag	Belag

Zur Reduzierung der mikrobiologischen Aktivitäten und der Belagbildung im Bereich der Extraktanwärmer wurde in der Kampagne 2007 die Extraktvoralkalisierung im Werk E mit Hilfe von Natronlauge durchgeführt. Hierzu wurden unterschiedlichen Mengen an Natronlauge (25 %) zum Extrakt gegeben und damit definierte pH-Werte vor dem Extraktanwärmer eingestellt. Es wurde keine Flockenbildung bei der Extraktvoralkalisierung mit Natronlauge bis zu einem pH-Wert von 7,8 festgestellt. Abbildung 7-36 zeigt die Änderungen des Milchsäuregehaltes (L und D) im Extrakt bei verschiedenen Einstellungen (Doppelbestimmung).

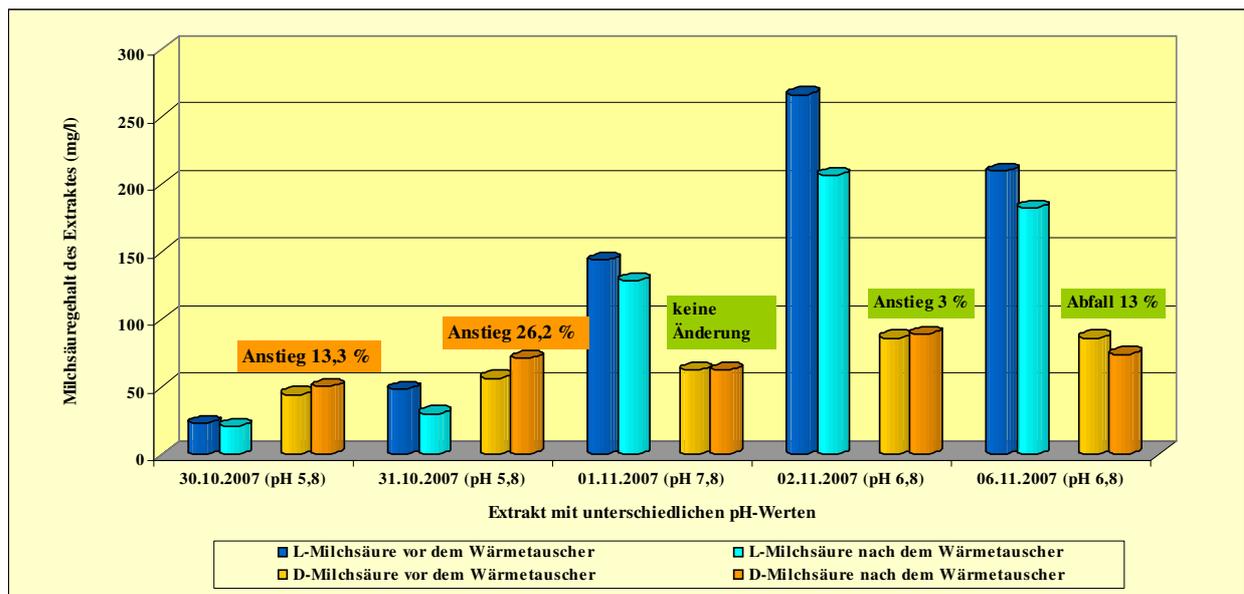


Abb. 7-36: Reduzierung der D-Milchsäurebildung während der Anwärmung durch Extraktvoralkalisierung

Aus der Abbildung 7-36 kann festgestellt werden, dass nach der Extraktvoralkalisierung mit Hilfe von Natronlauge eine tendenzielle Abnahme der D-Milchsäurebildung (statt der Zunahme im Fall ohne Extraktvoralkalisierung) im Bereich der Extraktanwärmer stattgefunden hat. Dieser Effekt kann mit der „Reinigungsfähigkeit“ der Natronlauge auf die Beläge (hier mehr Eiweißbeläge) in den Extraktanwärmern erklärt werden. Durch die Natronlauge kommt es zur Auflösung des an der Wand anhaftenden Biofilms. Nach der Extraktvoralkalisierung wurde im Werk E keine ungewöhnliche Leistungsabnahme im Bereich der Extraktanwärmer bis Ende der Kampagne beobachtet. Deshalb konnten bei den Extraktanwärmern mehrere Reinigungszyklen gespart werden. Dieser beobachtete Effekt bei der Extraktvoralkalisierung mit Natronlauge sollte weiter im technischen Maßstab untersucht werden. Aus den ermittelten Ergebnissen der Extraktvoralkalisierung können folgende Punkte abgeleitet werden:

1. Die Extraktvoralkalisierung kann mit Hilfe von hauptgekalkten Extrakt, Kalkmilch oder Natronlauge durchgeführt werden.
2. Es konnte ein signifikanter Einfluss der Extraktvoralkalisierung auf die Farbe des gereinigten Extraktes festgestellt werden.

3. Das Verfahren erleichtert die Einbringung der erforderlichen Alkalität bei „zu kleinen“ Vorkalkungen.
4. pH-Werte über 7,5 - 8,0 führen zu Flockenbildungen mit Verschlechterung der Sedimentations- und Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation. Durch den Einsatz von Natronlauge kann die Flockenbildungsproblematik beseitigt werden.
5. Der Einsatz von Natronlauge führt zur Reduzierung des Kalksalzgehaltes im gereinigten Extrakt.
6. Die Extraktvoralkalisierung kann die Belagbildung und die mikrobiologischen Aktivitäten im Bereich der Extraktanwärmer reduzieren.

8. Laborextraktreinigungsversuche

8.1. Extrakt mit Zusatz eines Komponentengemisches aus Dextran, Lävän und Pektin (jeweils 100 mg/l)

In der Kampagne 2004 wurden Laborextraktreinigungsversuche mit einem standardisierten Extraktreinigungsverfahren (siehe Kapitel 4.2.2) durchgeführt. Diese Untersuchungen wurden zur Feststellung des Einflusses von hochmolekularen Bestandteilen des Extraktes (Dextran, Lävän und Pektin) auf die Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. und 2. Carbonatation durchgeführt. Es sollte die kritische Konzentration der Komponenten im Extrakt ermittelt werden. Hierbei wurden weiterhin verschiedene Verfahren (klassische Extraktreinigung, Kalkungscarbonatation, Dextranaseinsatz und das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt) für die Verarbeitung der alterierten bzw. frostgeschädigten Rüben verglichen. Abbildung 8-1 zeigt den FK-Wert der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation (Zusatz von Dextran, Lävän und Pektin jeweils 100 mg/l) beim klassischen Extraktreinigungsverfahren mit unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten.

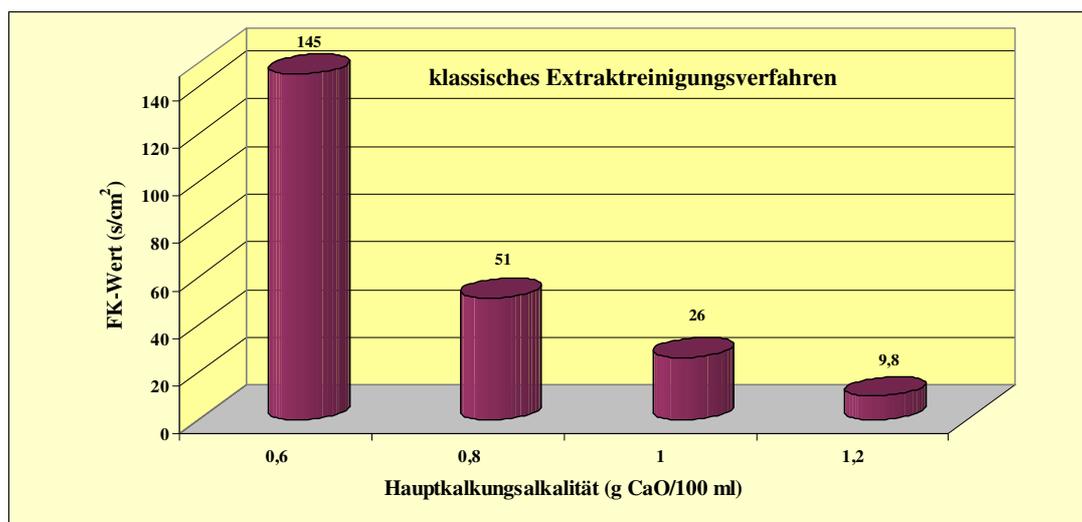


Abb. 8-1: FK-Werte unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten (Zusatz von Dextran, Lävän und Pektin jeweils 100 mg/l)

Wie aus der Abbildung 8-1 entnommen werden kann, führte der Zusatz von Dextran, Lävän und Pektin zu großen Filtrationsschwierigkeiten, selbst bei einer Hauptkalkungsalkalität von 1,2 g CaO/100 ml. Abbildung 8-2 beinhaltet einen Vergleich der Effektivität unterschiedlicher Extraktreinigungsverfahren (die Kalkungscarbonatation, Dextranaseeinsatz und das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren) in Bezug auf den erzielbaren FK-Wert der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation. Die Aussagen von *Saraka et al.*, (2006) wurden bestätigt.

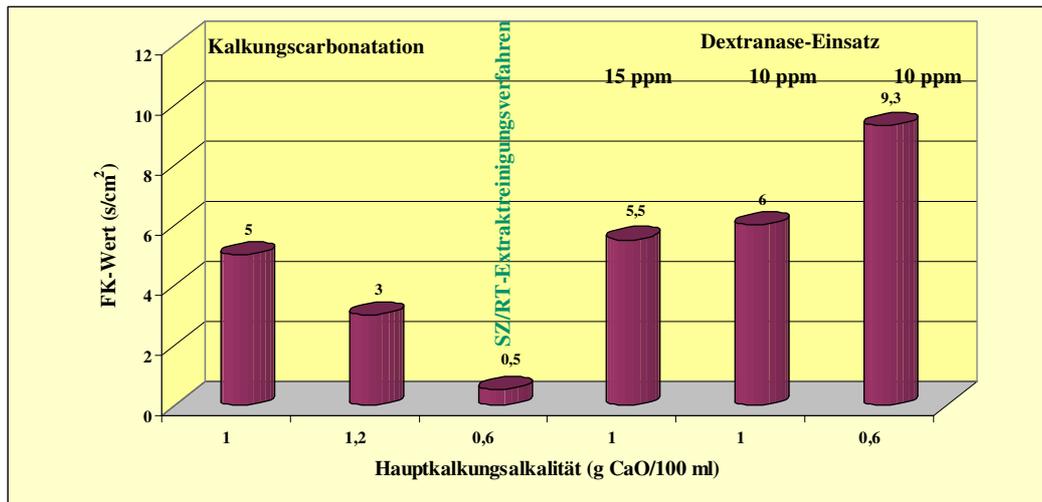


Abb. 8-2: FK-Werte unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten bei Anwendung unterschiedlicher Extraktreinigungsverfahren (Zusatz von Dextran, Lävän und Pektin jeweils 100 mg/l)

Die Kalkungscarbonatation liefert bekanntlich bessere Filtrationseigenschaften als die klassische Extraktreinigung. In diesem Fall wurden mit der Kalkungscarbonatation bei einer Hauptkalkungsalkalität von 1,2 g CaO/100 ml ein ca. dreimal besserer Filtrationskoeffizient (FK-Wert von 3 s/cm²) gegenüber der klassischen Extraktreinigung bei gleicher Hauptkalkungsalkalität ermittelt. Der Dextranaseeinsatz verbesserte die Filtrationseigenschaften deutlich (FK-Wert von 5,5 s/cm² bei einer Hauptkalkungsalkalität von 1,0 g CaO/100 ml).

Das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren zeigte selbst bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml bei Anwesenheit von zusätzlichen Kolloidstoffen im Extrakt (Dextran, Lävän und Pektin jeweils 100 mg/l) stabiles Prozessverhalten. Es wurden sehr gute Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation (FK-Wert von ca. 0,5 s/cm²) erreicht. Selbst bei einer noch höheren Zugabe von Dextran, Lävän und Pektin (je 200 mg/l) lieferte dieses Verfahren sehr gut filtrierbare Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation (FK-Wert von ca. 0,5 s/cm²) bei einer Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml. Dies beweist die Eignung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens zur

Verarbeitung von geschädigten bzw. alterierten Rüben. In den Abbildungen 8-3 und 8-4 werden der Fließindex und die dynamische Viskosität der gereinigten Extrakte, die mit Hilfe unterschiedlicher Extraktreinigungsverfahren hergestellt wurden. Diese Untersuchungen wurden mit Hilfe eines Hochleistungsreometers (UDS 200, Luftlagerreometer; siehe Anhang Tabelle 12-3) im Fachbereich Lebensmittelrheologie der Technischen Universität Berlin bei 10 °C durchgeführt (siehe Anhang Tabelle 12-34).

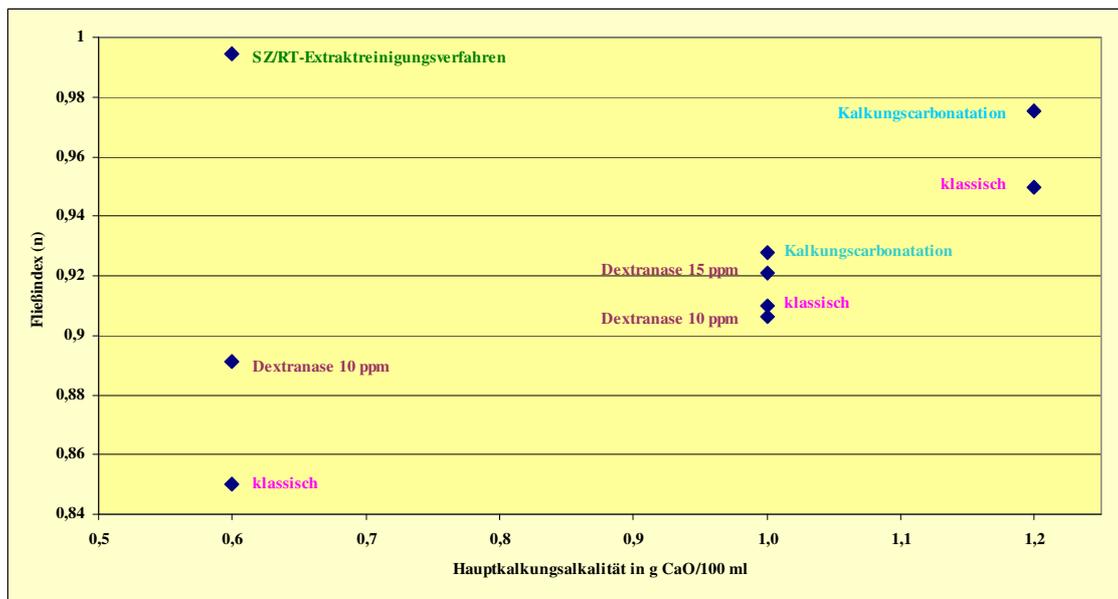


Abb. 8-3: Fließindex des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten und Extraktreinigungsverfahren

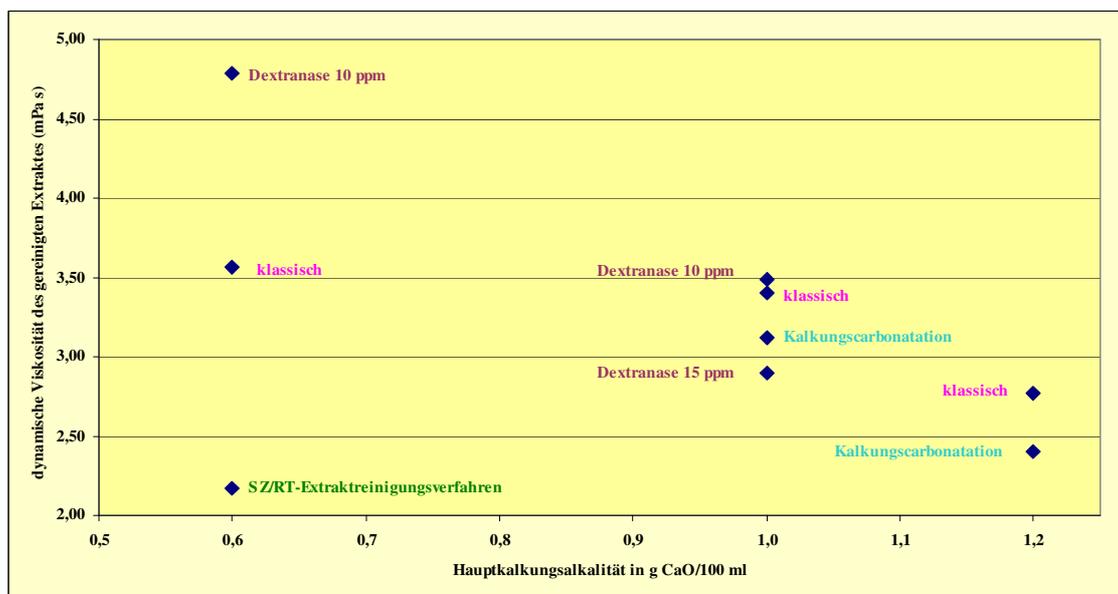


Abb. 8-4: Dynamische Viskosität des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten und Extraktreinigungsverfahren

Die rheologischen Untersuchungen der erzeugten gereinigten Extrakte bestätigten die Anwesenheit unterschiedlicher Mengen von viskositätsbeeinflussenden Komponenten (wie z. B.

Hydrokolloide), die zu unterschiedlichen Prozessviskositäten (differenzierte Strukturierung) führen können.

Die Zunahme der Viskosität des gereinigten Extraktes resultiert aus hochmolekularen Hydrokolloidresten, die als Mikrogelpartikel im gereinigten Extrakt suspendiert vorliegen. Die Hydrokolloide führen zur Feinkornbildung in der Calciumcarbonatsuspension, Reduzierung der mittleren Partikeldurchmesser, Erhöhung des spezifischen Widerstandes des Filterkuchens und lagern sich auf dem Filtermittel an. Sie führen zur Verstopfung der Poren des Kuchens und des Filtermittels und reduzieren die Filtrationsleistung. Die Filtrationsschwierigkeiten in der 1. und 2. Filtration werden häufig in der Literatur bei der Verarbeitung von frostgeschädigten Zuckerrüben beschrieben (*Schneider 1957, Verhaart und Visser 1962, Schneider 1971, Shore et al., 1983, Buczys 1994, Stoppok und Buchholz 1994, Buchholz und Bruhns 1994, Bruijn 2000 und Ajdari Rad 2002*).

Ein höherer Fließindex mit geringerer Abweichung vom Newtonschen Verhalten und eine geringere dynamische Viskosität des gereinigten Extraktes belegen eine gute Abtrennung der hochmolekularen Hydrokolloide (wie z. B. Polysaccharide) bei Anwendung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens gegenüber anderen Verfahren zur Verarbeitung von alteriertem und frostgeschädigtem Rübenmaterial.

8.2. Extrakt aus dem frostgeschädigten Rübenmaterial

Zur Bestätigung der Versuchsergebnisse mit künstlichen Komponenten (Dextran, Lävän und Pektin) wurden weitere Versuche mit Extrakten aus gezielt frostgeschädigtem Rübenmaterial durchgeführt. Hierzu wurden ca. 60 kg Zuckerrüben eingefroren. Danach wurden die eingefrorenen Zuckerrüben bei Raumtemperatur (20 - 25 °C) aufgetaut und 4 Tage gelagert. Abbildung 8-5 zeigt frostgeschädigtes verschimmeltes Rübenmaterial vor der Extraktgewinnung.



Abb. 8-5: Frostgeschädigtes Rübenmaterial

Nach der Zerkleinerung des verschimmelten Rübenmaterials wurden die Schnitzel bei 70 °C extrahiert. Der hieraus gewonnene Extrakt weist eine Reinheit von ca. 80 % und einen pH-Wert von 5,2 auf. Tabelle 8-1 zeigt die Extraktqualität aus dem frostgeschädigten Rübenmaterial.

Tab. 8-1: Extraktqualität aus dem frostgeschädigten Rübenmaterial

Parameter	Einheiten	frostgeschädigte Zuckerrüben	gesunde Zuckerrüben
w _{TS}	%	16,80	17,60
w _Z	%	13,40	16,30
q	%	79,80	92,30
pH-Wert		5,0	6,0
Acidität	g CaO/100 ml	0,155	0,033
Invertzuckergehalt	g/100 g Z	6,21	0,70
Pekttingehalt	mg/l	100	20
Dextrangehalt	mg/l	1180	3
Lävangehalt	mg/l	250	20

Die gewonnenen Extrakte wurden in 1000 ml Polyethylenflaschen gefüllt und im Gefrierschrank eingefroren.

Es wurden Laborextraktreinigungsversuche mit Hilfe einer diskontinuierlichen Extraktreinigungsanlage (siehe Kapitel 4.2.1) im Labormaßstab durchgeführt, um die Effizienz unterschiedlicher Extraktreinigungsverfahren (klassische Extraktreinigung, Kalkungscarbonation, Dextranaseinsatz und das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt) zur Verarbeitung von frostgeschädigten Rübenmaterial festzustellen. Abbildung 8-6 zeigt die Filtrationskoeffizienten von Calciumcarbonatsuspensionen der 1. Carbonation bei unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten und bei Anwendung des klassischen Extraktreinigungsverfahrens.

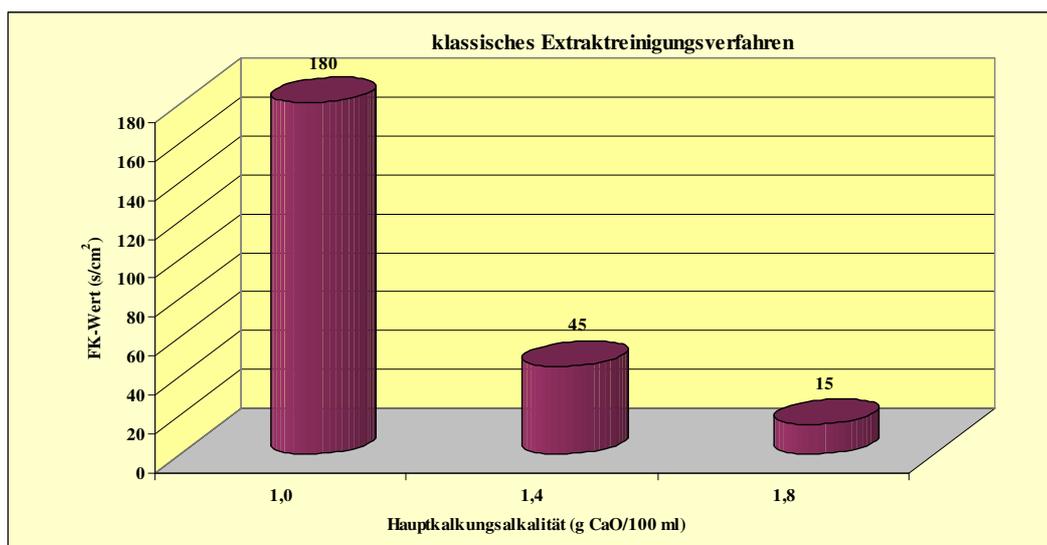


Abb. 8-6: FK-Werte unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten

Wie aus der Abbildung 8-6 entnommen werden kann, erhöht sich mit Abnahme der Hauptkalkungsalkalität der Filtrationskoeffizient der Calciumcarbonatsuspension der

1. Carbonatation. Wie zu sehen ist, würde eine Hauptkalkungsalkalität von 1,8 g CaO/100 ml nicht ausreichen, um eine filtrierbare Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation herzustellen. Abbildung 8-7 zeigt die Filtrationskoeffizienten von Calciumcarbonatsuspensionen der 1. Carbonatation bei unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten und bei Anwendung unterschiedlicher Extraktreinigungsverfahren im Vergleich mit dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren.

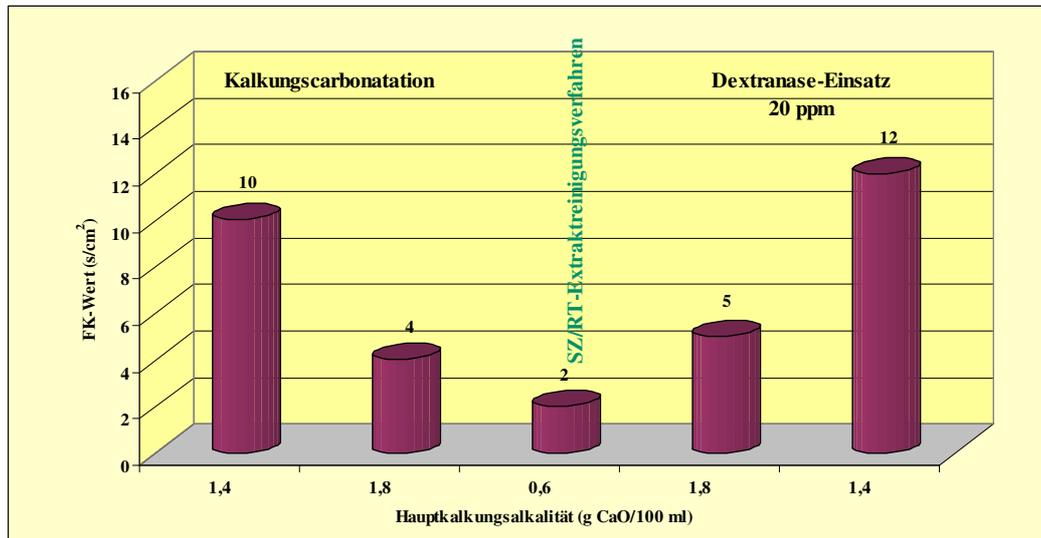


Abb. 8-7: FK-Werte unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten bei Anwendung unterschiedlicher Extraktreinigungsverfahren

Die Anwendung der Kalkungscarbonatation liefert verbesserte Filtrationseigenschaften als das klassische Extraktreinigungsverfahren. In diesem Fall wurde mit der Kalkungscarbonatation bei einer Hauptkalkungsalkalität von 1,8 g CaO/100 ml ein um den Faktor 3 verbesserter Filtrationskoeffizient erreicht.

Der Dextranase-Einsatz (Dextranamenge von 20 ppm; bei einer Hauptkalkungsalkalität von 1,8 g CaO/100 ml) verbesserte mehrfach die Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation (FK-Wert von 5 s/cm²), ähnlich wie bei der Kalkungscarbonatation (FK-Wert von 4 s/cm²), im Vergleich zum klassischen Verfahren (FK-Wert von 15 s/cm²) gleicher Hauptkalkungsalkalität.

Das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren zeigte sich im Vergleich zu den anderen Maßnahmen (wie z. B. der Einsatz von Dextranase, die Erhöhung des Kalkverbrauches sowie die Kalkungscarbonatation) bei frostgeschädigtem Rübenmaterial die besten Filtrationseigenschaften (FK-Wert von ca. 2 s/cm²). Diese Ergebnisse bestätigten die Effizienz des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens gegenüber den anderen Extraktreinigungsverfahren bei der Verarbeitung von frostgeschädigtem Rübenmaterial.

9. Schlussfolgerungen für weitere Untersuchungen

Die Ergebnisse dieser Arbeit und die daraus hervorgegangenen Patentanmeldungen sind für die Optimierung der Extraktreinigung im Zuckerherstellungsprozess mit reduziertem Kalkverbrauch von großer Bedeutung. In diesem Zusammenhang können folgende Hinweise für weitere Entwicklungen und Untersuchungen abgeleitet werden:

Das eingesetzte Messsystem (RHEOSWING® RSD 1-1) für die Inline-Online-Erfassung der Extraktviskosität arbeitet zuverlässig. Anhand der ermittelten Viskosität- und Labordaten sowie den Untersuchungsergebnissen aus den Laborversuchen wurde ein Auswertungsdiagramm zur Interpretation der Viskositätssignale abgeleitet. Es müssen weitere Applikationsuntersuchungen für die Einbindung der Viskositätsdaten als Führungsgröße in das Prozessleitsystem zur Technologieführung durchgeführt werden.

Die Viskositätsdaten aus dem Messsystem RHEOSWING® RSD 1-1 können als „Frühwarnsystem“ für die optimale Fahrweise der Extraktreinigung z. B. zur automatischen Kalkmilchdosierung für die Hauptkalkung verwendet werden. Dieses Messsystem kann auch in Verbindung mit anderen Kalkreduzierungssystemen wie z. B. LIMOS-Verfahren eingesetzt und optimiert werden. Diese Integration kann insbesondere bei Verarbeitung vom alterierten Rübenmaterial von großem Vorteil sein.

Untersuchungen zur Ermittlung eines Superpositionsprinzips zeigten eine deutliche Abweichung zwischen der Zugabe von nur einer Hydrokolloidkomponent zur Zugabe von Mischkomponenten (Lävan- und Dextranzugabe in einer Saccharose-Pektin-Matrix). Diese Untersuchungen sollten mit unterschiedlichen Komponenten in unterschiedlichen Konzentrationen und Temperaturen fortgesetzt werden.

Das Sedimentationsverhalten des vorgekalteten hochalkalisierten Extraktes (Alkalität von 0,4 g CaO/100 ml) muss in einer technischen Anlage optimiert werden.

Zur Auswahl des optimalen Flockungshilfsmittels soll die Effizienz von weiteren synthetischen und natürlichen Flockungshilfsmitteln im Labor- und im technischen Maßstab getestet werden.

Es sollen weitere Untersuchungen zur Optimierung des Sedimentationsverhaltens des vor- und hauptgekalkten Extraktes mit dem Einsatz von Vibrationstechnik sowie Ultraschall im Labor- und in technischen Maßstab durchgeführt werden. Durch Verbesserung des Sedimentationsverhaltens kann eine Reduzierung der Dünnschlammmenge (Unterlauf des Dekanteurs) erfolgen, die einen direkten Einfluss auf den Kapazitätsbedarf sowie die Arbeitsweise der Dekanterzentrifugen hat.

Im SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren wird der Kalkverbrauch als Filtermittel infolge einer Abtrennung der eiweißhaltigen Fraktion (ausgeflockte Hydrokolloide) aus dem vorgekalkten Extrakt nicht mehr benötigt. Die Grenze dieses Verfahrens liegt bei einer nicht ausreichenden Amidverseifung (Hauptkalkungsalkalitäten unter 0,6 g CaO/100 ml). Weitere Labor- sowie technische Versuche zeigten, dass ein Potenzial für eine weitere Reduzierung des Kalkverbrauches bei gleichzeitiger Erhaltung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes vorliegt. Deshalb wurde das bisherige Konzept (Hauptkalkungsalkalität von 0,6 g CaO/100 ml) durch die Entwicklung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens (Patent „Rohsaftreinigung mit reduziertem Kalkverbrauch“, siehe Seite 152) hinsichtlich der Amidverseifung weitgehend verbessert. Es wurde festgestellt, dass eine Reduzierung der Hauptkalkungsalkalität bis ca. 0,4 g CaO/100 ml, d. h. ein weiteres Einsparpotenzial des Kalksteinverbrauches von ca. 5 kg/t R möglich ist. Hierzu sollten unterschiedliche Kombinationsmöglichkeiten hinsichtlich der Temperatur-Verweilzeit-Korrelationen sowie der Hauptkalkungsalkalität im Dekanteur und in der heißen Hauptkalkung im Labor- und im technischen Maßstab untersucht werden.

Die Einwirkung der Extraktvoralkalisierung auf die mikrobiologische Aktivitäten (Biofilm) soll im Labor und technischen Maßstab untersucht werden.

Die Verarbeitung von alteriertem sowie frostgeschädigtem Rübenmaterial mit Hilfe des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens sollen im technischen Maßstab untersucht und bestätigt werden.

10. Zusammenfassung

Der Reduzierung des Kalk- und des Energieverbrauches in der Extraktreinigung bei der Zuckerherstellung wurden in den letzten Jahren steigende Aufmerksamkeit gewidmet. Es wurden unterschiedliche Verfahren erprobt und entwickelt. Die Entwicklung einer Methode zur kontinuierlichen Erfassung der Extraktviskosität wurde erforderlich, um eine fluiddynamische Führungsgröße zur optimalen Steuerung der Extraktreinigung insbesondere bei den Bestrebungen zur Reduzierung des Kalkverbrauches zu erhalten. Dazu stand das Messsystem RHEOSWING[®] RSD 1-1 auf der Basis eines Torsionsschwingers (Oszillationsmessungen) zur Verfügung. Die Entwicklung der Messmethode wurde mit wissenschaftlicher Unterstützung des Fachgebietes Lebensmittelrheologie der Technischen Universität (Berlin) in der ZAFES und in den Werken der Südzucker AG in den Kampagnen 2002 bis 2005 durchgeführt.

Für die Online-Erfassung eines stabilen Viskositätssignals wurden zahlreiche Untersuchungen im technischen sowie im Labormaßstab mit nativen Extrakten durchgeführt. Darüber hinaus wurden Untersuchungen zur Beschreibung des Viskositätsverhaltens einer im Zuckerfabrikationsprozess vorliegenden Extraktmatrix mit ihren vielfältigen Wechselwirkungen zwischen Saccarosegehalt, Trockensubstanzgehalt, Pektingehalt, Dextrangehalt und Lävangehalt durchgeführt. Es wurde eine Vorlage erstellt, mit deren Hilfe die Messergebnisse interpretiert werden können.

Es wurde ein Superpositionsprinzip durch Zugabe von Lävän und Dextran in einer Saccharose-Pektin-Matrix festgestellt. Aus diesen Untersuchungsergebnissen wurde das Vorhandensein von Saccharoselösung für die viskositätssteigernden Interaktionen der Hydrokolloide (hier Lävän, Dextran und Pektin von $\Delta\eta = 0,5868 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ bei $20 \text{ }^\circ\text{C}$ und $0,1562 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ bei $40 \text{ }^\circ\text{C}$) aufgrund hydrophiler Interaktionen nachgewiesen.

Mit Hilfe der Laborextraktreinigungsversuche mit dem Komponentengemisch (Dextran, Lävän und Pektin) konnten die kritischen Kolloidmengen von 100 mg/l für die unterschiedlichen Extraktreinigungsverfahren mit unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten festgestellt werden und zur Ermittlung des kritischen Viskositätslevels des Extraktes verwendet werden.

Das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren mit der Abtrennung einer eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt benötigt keinen Kalk als Filtermittel. Zur Dekantation der eiweißhaltigen Fraktion aus dem vorgekalkten Extrakt für die Optimierung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens wurden technische sowie Laboruntersuchungen durchgeführt, um die erforderlichen Flockungshilfsmittel (Art und Menge) sowie die erforderlichen

Dekantationsbedingungen, wie z. B. die Dekantationszeit, die Temperatur und die Alkalität des vorgekalkten Extraktes festzustellen. Darüberhinaus wurde die Effektivität von natürlichen gegenüber der synthetischen Flockungshilfsmitteln für die Auswahl eines geeigneten natürlichen Flockungshilfsmittels ermittelt.

Die erforderliche Thermostabilität des gereinigten Extraktes soll bei Anwendung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens mit geringerem Kalkverbrauch gewährleistet werden. Deshalb wurden zahlreiche Extraktreinigungsversuche zur Ermittlung der Temperatur-Verweilzeit-Korrelationen in der Hauptkalkung für die Einhaltung eines thermostabilen gereinigten Extraktes durchgeführt. Es wurde eine Versuchsanlage zur Ermittlung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes (Simulation der Verdampfstation) entwickelt, optimiert und zur Bewertung des gereinigten Extraktes aus den Extraktreinigungsversuchen mit geringerem Kalkverbrauch verwendet.

Laborextraktreinigungsversuche mit Modelllösungen und Extrakten aus technischen Anlagen zeigten hinsichtlich der Amidverseifung während der Dekantation bei dem SZ-RT-Extraktreinigungsverfahren ein Potenzial für eine Reduzierung des Kalkverbrauches um ca. 5 kg/t R. (Hauptkalkungsalkalität bis 0,4 g CaO/100 ml) bei gleichzeitiger Erhaltung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes. Weiterhin wurden hinsichtlich der Qualität des gereinigten Extraktes bei geringerem Kalkverbrauch Untersuchungen durchgeführt, um die Qualität des gereinigten Extraktes zu verbessern. Hierzu wurde die Extraktvoralkalisierung sowie Hochalkalisierung des vorgekalkten Extraktes vor dem Dekanteur und die Nutzung des Dekanteurs als erste Hauptkalkung (Erweiterung der kalten Hauptkalkung) im Labormaßstab untersucht und in den technischen Anlagen getestet. Die Untersuchungsergebnisse zeigten ein weiteres Verbesserungspotenzial in der SZ/RT-Extraktreinigung und wurden patentiert.

Mit der Durchführung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens d. h. einem Dekanteur nach der kalten Hauptkalkung ($\text{Alk}_{\text{Dek}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$, $\vartheta_{\text{Dek}} = 75 \text{ °C}$ und $t_{\text{Dek}} = 60 \text{ min}$) und einer heißen Hauptkalkung ($\text{Alk}_{\text{hHK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$, $\vartheta_{\text{hHK}} = 85 \text{ °C}$ und $t_{\text{hHK}} = 20 \text{ min}$) kann sehr sauberer gereinigter Extrakt mit einem Fließindex von 1 (minimaler Anteil an restlichen hochmolekularen Komponenten) hergestellt werden.

Die Laborextraktreinigungsversuche bestätigten die Effizienz des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens im Vergleich mit anderen Maßnahmen (wie z. B. der Dextranaseinsatz, die Erhöhung des Kalkverbrauches sowie die Kalkungscarbonatation) zur Verarbeitung von alteriertem sowie frostgeschädigtem Rübenmaterial.

Die Extraktvorkalkisierung (vor den Extraktanwärmern) mit Hilfe von Natronlauge, hauptgekalten Extrakt oder Kalkmilch führte zu signifikanten Verbesserungen der Farbwerte und des Kalksalzgehaltes im gereinigten Extrakt.

Die Extraktvorkalkisierung mit Kalkmilch oder hauptgekalten Extrakt führte bei pH-Werten über 7,5 - 8,0 zu Flockenbildungen, die eine Verschlechterung der Sedimentations- und Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonation zur Folge haben. Durch Einsatz von Natronlauge wird die Flockenbildungsproblematik beseitigt. Außerdem ist es durch die Extraktvorkalkisierung möglich, die erforderliche Alkalität bei einer Vorkalkung mit nicht ausreichender Verweilzeit einzutragen. Darüber hinaus wurde eine Reduzierung der mikrobiologischen Aktivitäten im Bereich der Extraktanwärmer ermittelt.

11. Literaturverzeichnis

- Ajdari Rad, M., 1998:** „Rübenlagerung und sein Einfluss auf Rübeninhaltsstoffe und Verarbeitbarkeit unter Berücksichtigung des Flockungsverhaltens und Dünnsaftqualität“, Diplomarbeit, Technische Universität Berlin
- Ajdari Rad, M., 2002:** „Inline-online Erfassung von Prozessabläufen bei der Extraktreinigung im Zuckerfabrikationsprozess. Dissertation, Technische Universität Berlin
- Ajdari Rad, M., Schrevel, G., Frenzel, S., 2008:** „Separation of a protein-containing fraction from prelined juice“ Zuckerindustrie. 133, 150-154
- Ajdari Rad, M., Senge, B., 2002:** „Inline-online-Ermittlung von Vorgängen bei der Saftreinigung, Zuckerindustrie. 127, 589-599
- Ajdari Rad, M., Senge, B., 2003:** „Fluiddynamisches Verhalten von Rohsäften und Filtraten der 1. Carbonatation“, Zuckerindustrie. 128, 582-592
- Alberts, B., Bray, D., Lewis, J., Raff, M., Roberts, K., Watson, J. D., 1990:** „Molekularbiologie der Zelle“, 2. Auflage, Weinheim, VCH Verlagsgesellschaft mbH
- Baczek, F. A., Jesic, V. M., 1974:** „Bestimmung des optimalen Flockungspunktes bei Vorkalkung und erster Carbonatation“, Zucker 27, 475-476
- Barfoed, S.; Moddgaard, A., 1987:** „Dextranase löst Dextranprobleme in DDS-Zuckerfabriken“, Zuckerindustrie. 112, 391-395
- Baumgarten, G., 1970:** „Die Entwicklung der Braunschweiger Saftreinigung“, Zucker 23, 729-737
- Belitz, H. D., Grosch, W., 1992:** „Lehrbuch der Lebensmittelchemie“, 4. Auflage, Springer-Verlag, Berlin/Heidelberg/New York
- Bohn, K., 2000:** Zusammensetzung von Zuckerrübe und Zuckerrohr und das chemische Verhalten der Inhaltsstoffe während der Verarbeitung in: van der Poel, P., W.; Schiweck, H.; Schwartz, T., (Hrsg.): „Zuckertechnologie Rüben- und Rohrzuckerherstellung“, Verlag Dr. Albert Bartens KG, Berlin, 123-162
- Bohn, K., Kristott, J. U., Müller, U., Schick, R., 1990:** „Untersuchungen über den Amid-Abbau während der Saftreinigung sowie über Veränderungen von Inhaltsstoffen während der Saftreinigung“, Zuckerind. 115, 834-839
- Bohn, K., Schick, R., 1985:** „Möglichkeiten und Grenzen der Extraktreinigung“, Tag- Ber. Akad. Landwirtsch.-Wiss.der DDR 229, 317-333

- Bruijn, de, J. M., 2000:** „Verarbeitung von frostgeschädigten Rüben bei der CSM und der Einsatz von Dextranase“, Zuckerind. 125, 898-902
- Böttger, S., Steinmetzer, W., 1960:** „Das Verhalten von L-Glutamin während der Zuckerfabrikation“, Zuckerind 110, 281-290
- Buchholz, K., Bliesener, K. M., Buczys, R., Thielecke, K., Mieke, D., 2000:** Zusammensetzung von Zuckerrüben und Zuckerrohr und das chemische Verhalten der Inhaltsstoffe während der Verarbeitung, in: van der Poel, P., W.; Schiweck, H.; Schwartz, T., (Hrsg.): „Zuckertechnologie Rüben- und Rohrzuckerherstellung“, Verlag Dr. Albert Bartens KG, Berlin, 123-223
- Buchholz, K., Bruhns, M., 1994:** „Über die Kampagne 1993/94 und neuere technische Entwicklungen“, Zuckerind. 119, 351-371
- Buchholz, K., Bruhns, M., 1992:** „Über die Kampagne 1991 und neuere technische Entwicklungen“, Zuckerind. 117, 317-335
- Buchholz, K., Schliephake, D., 1988:** „Über die Kampagne 1987 und neuere technologische Entwicklungen“, Zuckerind. 113, 361-379
- Buczys, R., 1993:** „Untersuchung zur Beeinflussung der Ammoniakbildung bei der technischen Zuckergewinnung“, Dissertation, Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig
- Buczys, R., 1994:** „Kalkungscarbonatation-Saftreinigungsverfahren bei frostgeschädigten Rüben“, Zuckerind. 119, 983-989
- Buczys, R., 1998:** „Kalkverbrauch, Filtration und Saftqualität“, Zuckerind. 123, 117-121
- Buczys, R., Mieke, D., Bliesener, K. M., Buchholz, K., 1992:** „Untersuchungen zur Kinetik der Ammoniak-Bildung bei der technischen Zuckergewinnung“, Chem.-Ing.-Tech. 64, 208-209
- Buczys, R., Mieke, D., Buchholz, K., 1993:** „Glutaminabbau im Prozess der Zuckergewinnung“, Zuckerind. 118, 259-265
- Burba, M., Nitzschke, U., Rittersbusch, R., 1984:** „Die N-Assimilation der Pflanze unter besonderer Berücksichtigung der Zuckerrübe“, Zuckerind., 109, 613-628
- Büsching, L., 1977:** „Erfahrungen mit der Saftreinigung bei Einhaltung des nach modifizierten Baczek-Jesic-Methode bestimmten optimalen Flockungspunkte Vorkalkung und 1. Carbonatation“, Zucker, 30, 595-600
- Butler, B. P., 1969:** „Some Guidelines for Flocculation and Clarification in the Sugar industry“, Proc, Queensland Soc. Sugar Cane Technologists 36, 225-232

- Carruthers, A., Dutton, J. V., Oldfield, J. F. T., Shore, M., Teague, H. J., 1960:** „Zusammensetzung der Zuckerrübensäfte und ihre chemischen Veränderungen während der Verarbeitung“, Z. Zuckerind. 10, 350-354
- Carruthers, A., Oldfield, J. F. T., 1956:** „Pectin and polysaccharides in beet juices and molasses“, Br. Sugar. Corp., 9th Techn. Conf., 1-41
- Christoph, D., Schmidt, T., Senge, B., 1998:** „Fließeigenschaften von reinen und technischen Saccharoselösungen im Temperaturbereich von 30-130 °C“, Zuckerind. 123, 876-882
- Claasen, H., 1943:** „Die Zuckerfabrikation“. 7. Auflage Schallehn & Wollbrück, Magdenburg
- Dedek, J., 1962:** „Die Adsorption verschiedener Nichtzuckerstoffe an Calciumkarbonat“, Z. Zuckerind. 12, 14-16
- DIN 19227, Teil 1, 1993:** Leittechnik-Graphische Symbole und Kennbuchstaben für Prozessleittechnik-Darstellung von Aufgaben, Deutsche Elektrotechnische Kommission im DIN und VDE (DKE), Normenausschuß Chemischer Apparaturbau (FNCA) im DIN, Normenausschuß Zeichnungswesen (NZ) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, 1-23
- Dörfler, H. D., 1994:** „Grenzflächen und Kolloidchemie“, VCH Verlagsgesellschaft mbH Weinheim, Deutschland
- Drago, J., Delavier, H. J., 1967:** „Über rheologisches Verhalten und Viskositätsbeeinflussung von Sukroselösungen“, Z. Zuckerind. 17, 185-193 und 251-261
- Eszterle, M., 1990:** „Viscosity and Molecular Structure of Pure Sucrose solutions“, Zuckerind. 115, 263-267
- Faviell, M. K., Logie, J. R., Karren, B. L., 1991:** „The Canadian experience with DS juice purification“, Zuckerind. 116, 103-109
- Frieser, J. 2005:** persönliche Mitteilung der Firmeninformation, Firma Ashland Deutschland GmbH
- Hajinezhad, A. 2004:** „Inline-Online-Erfassung der Rohextraktviskosität im Kampagneverlauf zur Technologieoptimierung bei der Verarbeitung alterierter Rüben“, Diplomarbeit, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie
- Hess, W. F., 1991:** „Maschinen und Apparaten zur Fest/Flüssig-Trennung“, Vulkan Verlag Essen, Deutschland
- Hidi, P., 1969:** „Aspects of Colloid Chemistry of Cane Juice Clarification“, Sugar J. 32. Heft 4, 27-32
- Hoffmann, R. D., 1979:** „Beeinflussung der Abtrennbarkeit des Carbonatationsniederschlags der Rübenzuckergewinnung durch

- Rohsaftinhaltsstoffe“, Dissertation, Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig
- Houghton, B. J., 1987:** Zusammensetzung von Zuckerrübe und Zuckerrohr und das chemische Verhalten der Inhaltsstoffe während der Verarbeitung in: van der Poel, P., W.; Schiweck, H.; Schwartz, T., (Hrsg.): „Zuckertechnologie Rüben- und Rohrzuckerherstellung“, Verlag Dr. Albert Bartens KG, Berlin, 123-162
- Ignatowitz, E., 1992:** „Chemietechnik“, 4. Auflage, Verlag Europa-Lehrmittel, Nourney, Vollmer GmbH & Co., 5667 Haan-Gruiten
- Kammerer, F. X., Delavier, H., J., 1967:** „Physikalische, Chemische und mikrobielle Veränderungen von Zuckerrüben bei der Gefrierlagerung“, Zuckerind. 17, 349-357
- Kohn, R., 1965:** „Über die Koagulation der Kolloidstoffe des Rübensaftes“, Zucker 18, 1-10, 39-45
- Kohn, R.; Mojzis, P., 1964:** „Mechanismus der Aggregation der CaCO₃-Teilchen in der Saccharoselösung durch Einwirkung von Pektin“, Zucker, 17, 477-482, 514-517
- Kraus W., 1998:** „Untersuchung von technischen Saccharoselösungen auf Eintrag und Abtrennung von Nichtsaccharosestoffen unter besonderer Berücksichtigung ihres kolloidchemischen Verhaltens“, Dissertation, Technische Universität Berlin
- Kraus, W., 2003:** „Bericht über die Rübenkampagne 2002-VDZ, Zweigverein Süd“, Zuckerind. 128, 344-354
- Kraus, W., Stark, T., Ajdari Rad, M., Mauch, W., 1997:** „Untersuchungen zur optimalen Kolloidfällung in der Vorkalkung“, Zuckerind. 122, 91-99
- Kraus, W., Stark, T., Cronewitz, T., Mauch, W., 1999:** „Untersuchungen zur Fällung und Abtrennung von Nichtsaccharosestoffen in der Saftreinigung“, Zuckerind. 124, 11-18
- Kreipe, 1955:** „Dextran“, Z. Zuckerind. 5, 526-528
- Kubadinow, N., Hampel, W., 1975:** „Le comportement des acides amines libres au cours de lepuration des jus“, Sucr. Belg.94, 394-404
- Madsen, R. F., 1988:** „Das dänische Saftreinigungssystem“, Zuckerind. 113, 33-37
- Madsen, R. F., 2000:** Extraktreinigung, in: van der Poel, P., W.; Schiweck, H.; Schwartz, T., (Herg.): „Zuckertechnologie Rüben- und Rohrzuckerherstellung“, Verlag Dr. Albert Bartens KG, Berlin, 485-584
- Madsen, R. F., Nielsen, W. K., 1978:** „Die Kampagne 1977 in der „A/S De Danske Sukkerfabrikker“, Zuckerind. 103, 831-840

- McGinnis, R. A., 1982:** Chemistry of the Beet and Processing Materials in: McGinnis, R., A. (Hrsg.): „Beet-Suger Technology“, 3. Ed. Beet Suger Development Foundation Fort Collins
- Müller, W., 1984:** „Untersuchungen über die Ursachen unzureichender Thermostabilität von Dünnsäften“, Dissertation, Humboldt Universität, Berlin
- Müller, W., 1985:** Flockung, in: Weiß, S.; Berghoff, W.; Grahn, E.; Gruhn, G.; Güsewell, M.; Robel, H.; Schubert, M., (Hrsg.): „Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden-Teil 3 Mechanisches Trennen in fluider Phase“, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 62-71
- Naveau, G., 1952:** „Etudes sur le Prechaulage et l’Epuracion des Jus“, Sucr. Belge 437-451
- Nedelkovits, J., Fabian, K., 1977:** „Der Abbau der L-Glutamins im Verlaufe der Hauptscheidung und der Verdampfung“, Cukoripar 30, 227-231
- Nowak, M., 1995:** „Development of a new method for measurment of thermostability of thin juice at different pressures“, Diplomarbeit, Technical University of Lodz, Department of sugar technology
- Oldfield, J., F., T., Dutton, J., V., Teague, H., J., 1970:** „La signification de la formation de sucreinverti et de gommes dans les betterraves deterioees“, Sucr. Belge 89, 507-510
- Ozerov, D. F., 1974:** „Kinetik des Glutaminabbaus in Gegenwart von Kalk“, Sacch. Prom. 48, 21-23
- Otzerov, D. V., Sapronov, A. R., Suetina, O. V., 1987:** „About some chemical reactipredefecation“, Sakh. Prom. 61, H. 5, 25-27
- Paffrath, T., 2004:** „Einfluss der höhermolekularen Bestandteile auf die Qualitätsmerkmale der Saftreinigungsschritte bei der Zuckerfabrikation“, Diplomarbeit, Fachhochschule Mannheim, Fachbereich Chemie- und Verfahrenstechnik
- Pilnik, W., 1988:** Pectine, in: Heiss, R., (Hrsg.): „Lebensmitteltechnologie“ 2. Aufl., Springer-Verlag Berlin; Heidelberg; New York; London; Paris; Tokyo, 228-234
- Poel, P. W. van der, Bruijn, J. M. de, Visser, N. H. M. de, Konings, J., 1990:** „Of cations and anions in sugar beet procceesing“, Zuckerind 115, 943-949
- Poel, P. W. van der, Schiweck, H., Schwartz, T., 2000:** „Zuckertechnologie Rüben- und Rohrzuckerherstellung“, Verlag Dr. Albert Bartens KG, Berlin
- Poel, P. W. van der, Visser, N. H. M. de, 1988:** „Saftreinigung bei der CSM“, Zuckerind. 113, 22-26
- Prey, V., Andres, H., Braunsteiner, W., Holle, H., 1971:** „Die Chemie der Saftreinigung“, Z. Zuckerind. 21, 323-328
- Prey, V., Braunsteiner, W., Dietmaier, T., 1974:** „L-Glutaminsäure, L-Glutamin, L-Pyrrolidoncarbonsäure in Zuckerfabriksprodukten“, Z Zuckerind. 24, 76-79

- Rathje, W., Delavier, H. J., Gelen, H., 1966:** „Der Calciumkarbonatniederschlag als Anionenaustauscher“, Z. Zuckerind. 16, 386-392
- Reinefeld, E., 1982:** „Über die Kampagne 1981; Zuckerind 107, 369-381
- Reinefeld, E., 1986:** „Über die Kampagne 1985“, Zuckerind. 111, 303-314
- Reinefeld, E., 1988:** Rübenzucker, in: Heiss, R., (Hrsg.) : „Lebensmitteltechnologie“ 2. Aufl., Springer-Verlag Berlin; Heidelberg; New York; London; Paris; Tokyo, 248258
- Reinefeld, E., Bliesener, K. M., Kowitz-Freyenhagen, P., 1980:** „Studien über die Säurebildung und Säureeliminierung in technischen Zuckersäften“ 2.Mitteilung, Zuckerind. 105, 563-574
- Reinefeld, E., Bliesener K. M., Reinefeld A., Rexilius L., 1975:** „Gaschromatographische Untersuchung zum Verhalten von Nichtzuckerstoffen beim technischen Prozess der Zuckergewinnung“, Commission Internationale Technique de Sucrerie (C.I.T.S.), Compte Rendues de la 15^e Assemblee Generale, Wien ,125-145
- Reinefeld, E., Bliesener, K. M., Schulze, J.,1982:** „Beitrag zur Kenntnis des Verhaltens der Aminosäuren im Verlauf der Zuckergewinnung 1. Mitteilung: Gaschromatographische Untersuchungen an Zuckerfabrikprodukten auf freie und durch Säurehydrolyse freisetzbare Aminosäuren“ Zuckerind. 107, 283-292, 1111-1119
- Reinefeld, E., Miede, D., 1988:** „Beobachtungen und Untersuchungen im Saftreinigungsprozess“, Zuckerind. 113, 15-20
- Reinefeld, E., Schneider, F., Thielecke, K., Hoffmann, R. D., 1980:** „Untersuchungen über die bei der technischen Reinigung von Zuckersäften auftretende Fällung sowie über den Einfluss der Einzelkomponenten auf die Abtrennbarkeit“, Z. Zuckerind. 105, 139-146
- Robel, H., 1985:** Absetzapparate, in: Weiß, S.; Berghoff, W.; Grahn, E.; Gruhn, G.; Güsewell, M.; Robel, H.; Schubert, M., (Hrsg.): „Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden-Teil 3 Mechanisches Trennen in fluider Phase“, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 62-71
- Robyt, J., F., 1995:** „Mechanisms in the Glucansucrase synthesis of polysaccharides and oligosaccharides from sucrose“, Adv. Carbohydr. Chem. Biochem.51, 133-168
- Sargent, D., Cooper, J. M., Gough, E., R., 1991:** „Lime usage and juice Purification“, Zuckerind. 116, 48-54
- Shahidizenouz, A., Ajdari Rad, M., Frenzel, S., Senge, B., 2006:** „Optimierung der Saftreinigung durch Inline-Online-Erfassung der Rohsaftviskosität“, Zuckerind., 131, 846-856

- Schiweck, H., 1967:** „Zur Frage der Verseifungsgeschwindigkeit von L-Glutamin unter Betriebsbedingungen“, Zucker.20, 618-622
- Schiweck, H., 1976:** „Gegenwärtiger Stand unserer Kenntnisse über die Saftreinigung“, Zuckerind.29, 549-556
- Schiweck, H., Koziowski, G., Anderlei, J., Burba, M., 1994:** „Berechnung der Dicksaft-Nichtzuckermasse aus Rübenanalysen-Vorschlag für eine Gleichung zur Bewertung der technischen Rübenqualität“, Zuckerind. 119, 268-282
- Schlegel, H., Zaborosch, C., 1992:** „Allgemeine Mikrobiologie“, 7. überarbeitete Auflage, Verlag G. Thieme, Stuttgart, New York
- Schliephake, von D., Beyer, P., 1977:** „Beitrag zum Filtrationsverhalten von Carbonatationsschlämmen“, Zucker, 27, 405-419
- Schmidt, T., 2000:** „Viskosität- und Oberflächenspannungsverhalten von reinen und technischen Saccharoselösungen“, Dissertation, Technische Universität Berlin
- Schneider, F., 1954:** „Einige Erfahrungen und Erkenntnisse aus der Kampagne 1953/54“, Zucker, 7, 137-143
- Schneider, F., 1956:** „Aus der Kampagne 1955/56“, Zucker 9, 144-151
- Schneider F., 1957:** „Eigenschaften und Verhalten frostgeschädigter Rüben bei der Zuckerfabrikation“, Zucker 10, 375-383
- Schneider, F., 1964:** „Einiges aus der Kampagne 1963/64“, Zucker 17, 441-451
- Schneider, F., 1968:** „Technologie des Zuckers“, Verlag M. & H. Schaper, Hannover
- Schneider, F., 1969:** „Einiges aus der Kampagne 1968/69“, Zucker 22, 441-451
- Schneider, F., 1971:** „Einiges aus der Kampagne 1970“, Zucker 24, 557-566
- Schneider, F.; Emmerich, A.; Finke, D., 1967-a:** „Zur Viskosität hochkonzentrierter Zuckersirupe“, Zucker 20, 487-501
- Schneider, F.; Hoffmann-Walbeck H. P., 1951:** „Über die Rübenpektine in Säften der Zuckerfabrikation“, Zucker, Beihefte, 4, 48-53
- Schneider, F., Hoffmann-Walbeck H. P., Abdou M. A. F., 1967-b:** „Entwicklung von Mikroorganismen in Rübensäften, Schwemm- und Waschwasser bei niedrigen Temperaturen“, Zucker, 20, 633-638
- Schneider, F.; Hoffmann-Walbeck, H. P.; Abdou, M. A. F., 1969-a:** „Über Polysaccharidbildner in der Zuckerfabrikation“, Zucker 22, 465-473
- Schneider, F.; Hoffmann-Walbeck, H. P.; Abdou, M. A. F., 1969-b:** „Über Polysaccharidbildner in der Zuckerfabrikation“, Zucker 22, 561-566

- Schneider, F., Reinefeld, E., Forth, H., 1959:** „Über die stickstoffhaltigen Nichtzuckerstoffe“, 3. Mitteilung Zucker Beihefte Heft 4, 102-107
- Schneider, F.; Reinefeld, E., Hoffmann-Walbeck, H., P., 1968:** Die Rübe und ihre Zusammensetzung in: Schneider, F., (Hrsg): „Technologie des Zuckers“, Verlag M. & H. Schaper, Hannover, 1-72
- Schneider, F.; Reinefeld, E. 1968:** Saftgewinnung in: Schneider, F., (Hrsg): „Technologie des Zuckers“, Verlag M. & H. Schaper, Hannover, 173-260
- Schneider, F., Reinefeld, E., Bliesener, K. M., 1971-a:** „Untersuchungen zum Fällungsverhalten von Rohsaftinhaltsstoffen“, Zucker, 24, 493-499
- Schneider, F., Reinefeld, E., Thielecke, K., 1971-b:** „Bestimmung von Dextran und Lävan in technischen Zuckersäften“, Zucker, 24, 153-158
- Schneider, F.; Schliephake, D.; Klimmek, A., 1963:** „Über die Viskosität von reinen Saccharoselösungen“, Zucker, 16, 465-473
- Schubert, M., 1973:** „Verfahrenstechnik“, 2. Lehrbrief, unveränderter Nachdruck, Sedimentation in Flüssigkeiten, VEB Verlag Technik Berlin
- Schubert, H., 2003:** „Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik“, VCH-Verlag; Weinheim; 1. Auflage, Band 1 und 2
- Schulze, J., 1980:** „Gaschromatographische Untersuchungen zum Verhalten der Aminosäuren beim technischen Prozess der Zuckergewinnung“, Dissertation, Technische Universität Carolo Wilhelmina zu Braunschweig
- Senge, B., 1992:** „Technische Strömungsmechanik“, 2. Lehrbrief, 1. Ausgabe, Druckerei Zwickau GmbH
- Senge, B., 2008:** „Internes Arbeitsmaterial zu hydrophilen Wechselwirkungen in Mischhydrokolloidsystemen mit Stabilisatorfunktion“, TU Berlin FG Lebensmittelrheologie
- Shore, M.; Dutton, J. U.; Houghton, B. J., 1983:** „Evaluation of deteriorated beet“, Int. Sugar J. 85, 106-110, 136-139
- Silin, P. M., 1958:** „Technologie der Rübenzuckerfabrikation“, Moskau
- Spengler, O., Böttger, S., Tödt, F., 1933:** „Über die zweckmäßigste Art der Vorscheidung und die dadurch erreichbaren Vorteile“, Z. Ver. Dtsch. Zuckerind. 82, 1-51
- Stark, J., B.; Goodban, A., E.; Owens, H., S., 1951:** „Zusammensetzung von Rübenzuckersäften“, Sugar Ind. Abstr. Vol 13, 58
- Steels, J. D., Schoth, R. M., Jensen, J., 2001:** „Eine einfache, schnelle enzymatische spektrophotometrische Dextranbestimmung“, Zuckerind. 126, 264-268
- Steinmetz, K.; Buczy, R.; Buchholz, K., 1998:** „Qualität frostgeschädigter Rüben“, Zuckerind., 123, 933-942

- Stoppok, E.; Buchholz, K., 1994:** „Einsatz von Dextranase und Bestimmung ihrer Aktivität bei der Verarbeitung von alterierten Zuckerrüben“, Zuckerind. 119, 476-481
- Strube, W., 1970:** „Studie Saftreinigung“, Forschungsbericht. Halle: Institut für Zuckerwirtschaft
- Sutherland, I.W., 1972:** „Bacterial exopolysaccharides; Adv Microbial Physiol“. 143-214
- Szekrenyesy, T., Paradi, L., Hangyal, K., Liktor, K., 1985-a:** „Prinzipielle Fragen der Viskosimetrie von Zucker-Füllmassen insbesondere von Nachproduktfüllmassen“, Zuckerind., 110, 296-302
- Szekrenyesy, T., Paradi, L., Hangyal, K., Liktor, K., 1985-b:** „Viskosität von Nachproduktfüllmassen: Einfluss von Kristallgehalt und Kristallgröße sowie Anwendungsmöglichkeiten der Viskosimetrie“, Zuckerind. 110, 586-590
- Teschner, F., 1984:** Extraktreinigung in: Autorenkollektiv, (Hrsg.): „Die Zuckerherstellung“, 3. Aufgabe, VEB Fachbuchverlag, Leipzig
- Toth, L., Sagaser, J., England, R., 1998:** „Limex waste lime regeneration in operation“ Int. Sugar J., 100, 11-15
- Thiele, H., 1950:** „Praktikum der Kolloidchemie“, Verlag von Dr. D. Steinkopff, Frankfurt-Main
- Tschersich, J., 1988:** „Aspekte zur apparativen Ausrüstung von Saftreinigungsanlagen“, Zuckerind. 113, 488-491
- Tscheuschner, H., D., 1993:** Rheologische Eigenschaften von Lebensmittelsystemen, in: Weipert, D.; Tscheuschner, H. D.; Windhab, E., (Hrsg.): „Rheologie der Lebensmittel, B. Behr's Verlag GmbH & Co., Hamburg
- Tscheuschner, H., D., 1996:** physiko-chemische Grundlagen disperser Lebensmittel, in: Tscheuschner, H., D., (Hrsg.): „Grundzüge der Lebensmitteltechnik“, 2. neubearbeitete Auflage, B., Behr's Verlag GmbH & Co., Hamburg
- Urbaniec, K., 2000:** Wärmewirtschaft- Dampferzeugung, Verdampfen und Erwärmen in: van der Poel, P., W.; Schiweck, H.; Schwartz, T., (Hrsg.): „Zuckertechnologie Rüben- und Rohrzuckerherstellung“, Verlag Dr. Albert Bartens KG, Berlin, 619-660
- Urbaniec, K., Vaccari, G., Andreoli, F., Mantovani, G., 1995:** „Raw juice continuous concentration and crystallization: Possible schemes for the energy supply“, 20th Assembly Commission Internationale Technique de Sucrerie (C.I.T.S.), 322-331
- Vaccari, G., Mantovani, G., Sgualdino, G., 1991:** „Cooling crystallization of raw juice“, Int. Sugar. J. 93, 71-74
- Valenta, H., Thielecke, K., Buchholz, K., 1990:** „Untersuchungen zur Ammoniakbilanz in einer Zuckerfabrik“, Zuckerind. 115, 1034-1038
- Van Tieghem, P., 1878:** „Sur la gomme de sucree; ann.Sci. natur“, Bot. 6, Ser. 7, 180-203

- Vasatko, J., 1934/35:** „Koagulation im Rübensäfte“, V. Basisches Gebiet. Einfluss des Kalkes. Z. Zuckerind. cech. Rep. 59, 313-320
- Verhaart, M. L. A., Visser, N. H. M., 1962:** „Eine genauere Analyse des alkoholischen Niederschlags in Zuckerfabriksäften“, Z. Zuckerind. 12, 657-662
- Vetter, J. , 2000:** Extraktion in: van der Poel, P., W.; Schiweck, H.; Schwartz, T. (Herg.): „Zuckertechnologie Rüben- und Rohrzuckerherstellung“, Verlag Dr. Albert Bartens KG, Berlin, 329-382
- Vollhardt K.,P.,C., 1990:** „Organische Chemie“, VCH-Verlag, Weinheim, 1. Auflage
- Vukov, K., 1972:** „Physik und Chemie der Zuckerrübe als Grundlage der Verarbeitungsverfahren“, Akademiai Kiado, Budapest
- Wallenstein, H. D., Bohn, K., 1963:** „Säuren in Rüben und Säften“-4. Mitteilung: Die Änderung des Anionengehaltes während der Fabrikation, Z. Zuckerind. 13, 125-131
- Weidenhagen, R., Baumgarten, G., 1968:** Saftreinigung, in: Schneider, F., (Hrsg.): „Technologie des Zuckers“, 2. Aufl., Verlag M. & H. Schaper, Hannover, 261-366
- Weiß, S., Berghoff, W., Grahn, E., Gruhn, G., Güsewell, M., Robel, H., Schubert, M., 1985:** „Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden-Teil 3 Mechanisches Trennen in fluider Phase“, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim
- Winstrom-Olsen, B., Madsen, R. F., Kofod Nielsen, W., 1979:** „important variations and major transformations in the composition of juices during the manufacturing of beet sugar“, Sucr. Belge98 347-359
- Wirner, H., (1958):** „Über klinisches Dextran“, Z. Zuckerind. 8, 442-445
- Wit, de, G., Kieboom, A. P. G., Bekkum, van, H., 1979:** „Enolisation and isomerisation of monosaccharides in aqueous, alkaline solution“Carbohydrate Res. 74, 157-175
- Wittstock, E.,1953:** „Kolloidchemische Betrachtungen zur Saftreinigung unter besonderer Berücksichtigung der Eiweiße“, Z. Zuckerind. 3, 361-364
- Wöhlert, W., 1984:** Inhaltsstoffe der Zuckerrübe in: Autorenkollektiv, (Hrsg.): „Die Zuckerherstellung“, 3.Aufgabe, VEB Fachbuchverlag, Leipzig
- Wohryzek, O., 1928:** „Chemie der Zuckerindustrie“, 2. Auflage, Berlin 239
- Zogg, M. 1987:** „Einführung in die mechanische Verfahrenstechnik“, Verlag Teubner, Stuttgart, 1. Aufgabe

Aus der vorliegenden Arbeit hervorgegangene Publikationen und Patente:

Shahidizenouz, A., Ajdari Rad, M., Frenzel, S., Senge, B., 2006: „Optimierung der Saftreinigung durch Inline-Online-Erfassung der Rohsaftviskosität“, Zuckerind., 131, 846-856

Patentanmeldung: „Rohsaftreinigung mit reduziertem Kalkverbrauch“, PCT-Anmeldung: PCT/EP2007/000671, Offenlegungsschrift am 02.08.2007, Offenlegungsnummer: DE 102006004103 A1; internationale Veröffentlichungsnummer: WO 2007/085466 A1, internationales Veröffentlichungsdatum 02.08.2007, Erteilung am 20.12.2007, Patent-Nr. DE 102006004103 B4

Patentanmeldung: „Alkalisierung von Rohsaft“, PCT-Anmeldung: PCT/EP2008/000435

Patentanmeldung: „Verbesserte Schnitzeltrocknung“, PCT-Anmeldung: PCT/EP2007/000672; internationale Veröffentlichungsnummer: WO 2007/085467 A1, internationales Veröffentlichungsdatum 02.08.2007

12. Anhang

Tab. 12-1: Analytische Ergebnisse von den hergestellten Modelllösungen

Parameter	Einheit	
Aussehen		klar
w_{TS}	%	16,8
w_z	%	15,2
q	%	90,8
pH-Wert der Modelllösung		6,20
pH-Wert nach der Einstellung mit der Schwefelsäure		6,00
Acidität	g CaO/100 ml	0,032
Alkalisierung bis pH-Wert		11,40
optimaler Flockungspunkt bei 55 °C		11,50
Alkalität nach der Vorkalkung	g CaO/100 ml	0,12
Glukose	g/l	0,675
Fructose	g/l	0,337
Glutamin (4,1 mmol/100 °S; <i>Schiweck et al. 1994</i>)	g/l	1,0220
Asparagin (0,7 mmol/100 °S; <i>Schiweck et al. 1994</i>)	g/l	0,1584

Tab. 12-2: Technische Daten des Online-Rheometers (PHYSICA-RHEOSWING® RSD 1-1)

Parameter	Technische Daten
Vorgabebereich Mediumdichte	0,400 bis 3,999 g/cm ³
Druckbereich	0 – 150 bar
Resonanzfrequenz	ca. 8500 Hz hier 8850 Hz
maximale Umgebungstemperatur	110 °C
Messbereich der kinematischen Viskosität	0,1 bis 3·10 ⁶ m ² ·s ⁻¹
Messbereich der dynamischen Viskosität	0,3 bis 100 mPa·s
Messdauer für eine einzelne Viskositätsbestimmung	52 Messwerte pro Minute

Tab. 12-3: Technische Daten des UDS-200 Messgerätes

Parameter	Technische Daten
Drehmomentbereich	0,5 µNm bis 150 mNm
Drehmomentauflösung	0,1 µNm
Winkelauflösung	< 1 µrad
Drehzahlbereich	10 ⁻⁵ bis 1000 min ⁻¹
Frequenzbereich	10 ⁻⁴ bis 100 Hz
Temperaturbereich	-180 - 600 °C
Schubspannung	10 ⁻³ bis 10 ⁵ Pa
Schergeschwindigkeitsbereich	10 ⁻⁶ bis 10 ⁵ s ⁻¹
Viskositätsbereich	0,5 bis 8,5·10 ¹¹ mPa·s

Tab. 12-4: Amidgehalt des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Mischungen aus den Doppelbestimmungsproben)

			Amidgehalt		relative Konzentration des Glutamingehaltes bezogen auf die Ausgangskonzentration
			Asparagin	Glutamin	
			mg/100 g TS	mg/100 g TS	%
Modelllösung			112,12	623,64	100
gereinigter Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (klassisches Extraktreinigungsverfahren)					
Hauptkalkungsbedingungen					
Temperatur	Dauer	Alkalität			
°C	min	g CaO/100 ml			
75	20	0,4	94,55	143,03	22,93
75	40	0,4	96,97	84,24	13,51
75	60	0,4	90,30	52,73	8,45
85	20	0,4	90,91	96,36	15,45
85	40	0,4	86,06	49,70	7,97
85	60	0,4	88,49	24,55	3,94
95	20	0,4	82,42	60,00	9,62
95	40	0,4	73,94	18,18	2,92
95	60	0,4	90,91	6,06	0,97
75	20	0,6	70,30	106,06	17,01
75	40	0,6	98,79	71,52	11,47
75	60	0,6	95,15	46,67	7,48
85	20	0,6	102,42	75,15	12,05
85	40	0,6	91,52	48,49	7,77
85	60	0,6	95,76	20,91	3,35
95	20	0,6	92,12	53,70	8,61
95	40	0,6	81,82	13,15	2,11
95	60	0,6	69,70	4,36	0,70
75	20	0,8	98,18	91,52	14,67
75	40	0,8	104,85	67,88	10,88
75	60	0,8	103,03	40,00	6,41
85	20	0,8	116,36	57,58	9,23
85	40	0,8	76,97	36,36	5,83
85	60	0,8	103,64	18,79	3,01
95	20	0,8	98,79	43,64	7,00
95	40	0,8	87,27	10,91	1,75
95	60	0,8	74,55	3,64	0,58

Tab. 12-5: Amidgehalt des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Mischungen aus den Doppelbestimmungsproben)

			Amidgehalt		relative Konzentration des Glutamingehaltes bezogen auf die Ausgangskonzentration
			Asparagin	Glutamin	
			mg/100 g TS	mg/100 g TS	
Extrakt			93,36	539,66	100
gereinigter Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (klassisches Extraktreinigungsverfahren)					
Hauptkalkungsbedingungen					
Temperatur	Dauer	Alkalität			
°C	min	g CaO/100 ml			
75	20	0,4	77,15	80,18	14,9
75	40	0,4	72,27	63,38	11,7
75	60	0,4	68,34	47,73	8,8
85	20	0,4	62,42	69,34	12,8
85	40	0,4	59,99	53,88	10
85	60	0,4	58,44	40,34	7,5
95	20	0,4	57,83	60,74	11,3
95	40	0,4	54,39	45,59	8,4
95	60	0,4	50,31	34,51	6,4
75	20	0,6	71,16	65,03	12,0
75	40	0,6	67,78	50,04	9,3
75	60	0,6	61,14	38,36	7,1
85	20	0,6	57,27	58,93	10,9
85	40	0,6	57,26	45,61	8,5
85	60	0,6	56,61	30,03	5,6
95	20	0,6	56,68	51,15	9,5
95	40	0,6	52,83	41,16	7,6
95	60	0,6	46,71	23,92	4,4
75	20	0,8	64,26	59,18	11,0
75	40	0,8	61,61	47,26	8,8
75	60	0,8	54,70	35,39	6,6
85	20	0,8	55,81	55,79	10,3
85	40	0,8	54,44	43,32	8,0
85	60	0,8	52,55	27,07	5,0
95	20	0,8	54,28	48,86	9,1
95	40	0,8	50,04	37,83	7,0
95	60	0,8	45,23	18,97	3,5
SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren					
85	20	0,4	39,94	18,45	3,4

Tab. 12-6: Eigenschaften der eingesetzten Flockungshilfsmittel

	Frima	Ionenaktivität	Schüttdichte	Viskosität 0,1 %-Lösung	pH-Wert 0,1 %-Lösung	wirksam im pH-Bereich	Preis
			kg/m³	(mPa·s)			€/kg
Praestol 2350	Ashland	mittelstark anionisch	700	150	7	6 - 10	3
Praestol 2440	Ashland	mittelstark anionisch	700	300	7	6 - 10	3
Praestol 2540 TR	Ashland	mittelstark anionisch	700	600	7	6 - 13	3
Praestol 2640	Ashland	mittelstark anionisch	700	700	7	6 - 10	-
Magnafloc LT 27	Ciba Lamperheim GmbH	mittelstark anionisch	700	250	7	6 - 13	3
Clarflok AN 945	Clarflok	mittelstark anionisch	800	285	7	7 - 11	4

Tab. 12-7: Eigenschaften der eingesetzten Flockungshilfsmittel

	Frima	Ionenaktivität	Schüttdichte	Viskosität 10 %-Lösung	pH-Wert 10 %-Lösung	wirksam im pH-Bereich	Preis
			kg/m³	(mPa·s)			€/kg
ZFT 1220	Zuckerforschung Tulln	mittelstark anionisch	610	2000	10,0 - 11,5	10 - 13	-
				Viskosität 1 %-Lösung	pH-Wert 1 %-Lösung		
				(mPa·s)			
Defofloc 24 CG	Defotec	mittelstark anionisch	640	4000 - 5000	6,5 - 8,0	6 - 13	4-5
Defofloc 26 CG	Defotec	mittelstark anionisch	640	4000 - 5000	6,5 - 8,0	6 - 13	4-5

Tab. 12-8: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 07.10.05

Aminosäuren (mg/100 gTS)	Extrakt 07:30	Extrakt 08:00	Extrakt 08:30	vorgekalkter Extrakt 08:00	vorgekalkter Extrakt 08:30	vorgekalkter Extrakt 09:00
Asparaginsäure	83,1	96,6	100,9	83,6	93,3	92,1
Threonin	22,4	24,9	25,3	23,4	25,0	24,1
Serin	43,1	54,6	55,6	61,2	66,1	63,1
Asparagin	80,0	93,3	98,3	65,1	79,2	77,0
Glutaminsäure	46,1	51,4	55,2	58,2	59,8	60,2
Glutamin	436,1	543,4	579,1	350,7	419,5	425,1
Glysin	4,5	5,5	5,7	6,6	7,4	7,0
Alanin	43,0	50,6	50,5	43,6	47,1	46,3
Valin	34,0	38,3	38,9	33,7	36,6	34,9
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	5,3	6,7	7,0	5,6	6,1	6,0
Isoleucin	42,0	47,2	47,9	42,3	46,4	44,3
Leucin	40,3	45,3	45,2	39,4	42,9	41,1
Tyrosin	57,9	63,9	65,2	77,4	86,2	85,7
Phenylalanin	26,0	26,7	25,8	24,7	6,4	24,3
Gamma Amino Butter Säure	113,9	114,2	115,4	94,3	98,2	96,9
Histidin	10,1	10,4	10,3	3,3	3,5	3,7
Lysin	13,0	12,6	12,9	10,1	10,6	10,2
Arginin	17,7	17,5	16,9	8,8	10,5	10,7

Tab. 12-9: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 07.10.05

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Überlauf des Dekanteurs 10:30	Überlauf des Dekanteurs 11:00	Überlauf des Dekanteurs 11:30	hauptgekalkter Extrakt 08:30	hauptgekalkter Extrakt 09:00	hauptgekalkter Extrakt 09:30
Asparaginsäure	79,5	79,2	78,7	81,9	81,3	79,0
Threonin	20,6	20,6	20,0	22,4	22,2	19,3
Serin	50,6	56,8	52,8	48,5	46,4	41,7
Asparagin	71,6	59,0	61,2	80,6	76,8	72,0
Glutaminsäure	59,2	62,1	58,2	60,3	59,2	58,8
Glutamin	302,9	259,1	282,0	301,8	301,7	284,8
Glysin	6,6	6,3	6,4	6,6	6,7	6,1
Alanin	36,8	35,9	36,0	40,1	39,0	38,4
Valin	28,7	29,0	28,7	30,2	29,0	28,9
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	4,7	4,9	4,9	5,1	5,1	5,1
Isoleucin	36,9	36,9	36,2	38,8	37,1	36,5
Leucin	34,2	34,2	33,2	36,3	34,5	34,0
Tyrosin	72,8	72,4	70,9	72,7	71,0	70,9
Phenylalanin	20,8	21,0	22,0	20,8	20,6	21,5
Gamma Amino Butter Säure	83,9	80,0	81,6	83,9	82,8	83,4
Histidin	3,8	3,9	3,9	3,0	3,6	3,7
Lysin	8,2	7,8	8,2	9,4	8,6	8,6
Arginin	6,5	4,8	5,0	10,0	10,0	10,1

Tab. 12-10: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 07.10.05

Aminosäuren (mg/100 g TS)	gereinigter Extrakt 09:30	gereinigter Extrakt 10:00	gereinigter Extrakt 10:30	eingedickte Lösung 10:30	eingedickte Lösung 11:00	eingedickte Lösung 11:30
Asparaginsäure	70,9	72,3	70,3	76,6	79,1	73,5
Threonin	21,6	21,8	21,4	20,0	20,0	18,2
Serin	47,6	47,3	45,6	47,1	47,2	42,1
Asparagin	60,3	46,0	35,5	42,3	40,7	29,2
Glutaminsäure	89,7	92,8	90,8	88,9	91,6	87,3
Glutamin	79,7	75,7	70,2	12,0	11,3	9,6
Glysin	13,0	12,9	12,1	27,0	27,2	25,0
Alanin	45,8	45,4	43,0	47,2	47,1	41,8
Valin	34,6	33,9	32,8	35,9	36,4	32,8
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	5,9	6,1	5,7	7,0	6,9	6,3
Isoleucin	44,3	43,8	42,2	46,2	46,7	42,2
Leucin	41,2	40,8	39,2	42,8	42,9	38,9
Tyrosin	79,7	79,9	78,1	80,5	82,2	74,8
Phenylalanin	16,0	15,9	15,3	16,1	15,8	15,1
Gamma Amino Butter Säure	90,6	91,7	87,2	103,3	102,8	91,6
Histidin	5,2	5,2	5,2	4,3	3,8	3,0
Lysin	8,3	8,1	7,9	7,0	6,2	5,3
Arginin	5,5	4,6	2,2	8,6	6,6	5,5

Tab. 12-11: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 31.10.05

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Extrakt 07:00	Extrakt 07:30	Extrakt 08:00	vorgekalkter Extrakt 07:30	vorgekalkter Extrakt 08:00	vorgekalkter Extrakt 08:30
Asparaginsäure	86,4	90,0	92,6	86,5	87,7	110,7
Threonin	26,4	27,0	27,0	26,4	25,4	31,2
Serin	49,2	50,6	50,7	49,0	47,7	61,3
Asparagin	96,1	97,7	99,7	93,2	91,1	104,4
Glutaminsäure	38,9	41,5	40,9	52,6	52,3	68,3
Glutamin	546,7	563,1	583,9	465,6	460,5	629,2
Glysin	4,9	4,7	4,8	7,9	7,8	10,6
Alanin	46,3	46,3	44,0	46,8	43,6	54,4
Valin	37,7	38,2	37,6	38,4	37,5	50,6
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	6,8	6,9	7,8	5,5	5,6	8,1
Isoleucin	41,3	42,4	42,5	43,0	41,8	58,0
Leucin	43,2	44,5	43,6	44,2	42,8	61,9
Tyrosin	62,2	66,6	66,6	78,8	76,6	115,2
Phenylalanin	25,4	25,2	26,0	25,8	25,3	32,7
Gamma Amino Butter Säure	113,7	117,7	118,6	110,8	111,3	147,8
Histidin	12,4	12,2	11,9	10,7	10,3	16,2
Lysin	17,8	17,3	16,7	15,6	15,2	23,1
Arginin	26,2	25,1	25,8	21,9	20,5	34,8

Tab. 12-12: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 31.10.05

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Überlauf des Dekanteurs 07:30	Überlauf des Dekanteurs 08:00	Überlauf des Dekanteurs 08:30	hauptgekalkter Extrakt 08:00	hauptgekalkter Extrakt 08:30	hauptgekalkter Extrakt 09:00
Asparaginsäure	89,6	96,4	96,7	100,1	99,0	101,8
Threonin	27,3	28,1	27,7	28,4	27,1	27,5
Serin	53,6	55,8	55,0	56,1	54,0	54,0
Asparagin	87,2	91,2	89,8	89,7	88,6	90,5
Glutaminsäure	67,6	67,3	66,4	71,4	70,4	73,0
Glutamin	388,8	420,9	420,7	450,2	478,6	481,4
Glysin	10,1	10,6	10,4	9,8	9,2	9,6
Alanin	54,1	52,9	50,8	51,5	48,2	47,1
Valin	45,4	47,0	45,9	46,7	44,5	44,5
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	7,0	7,3	7,0	7,1	7,4	7,4
Isoleucin	51,5	53,1	51,8	52,8	51,4	52,0
Leucin	54,5	56,2	54,8	56,5	54,8	54,8
Tyrosin	100,2	102,8	100,5	102,8	102,7	106,0
Phenylalanin	30,5	31,2	31,4	30,4	29,1	29,7
Gamma Amino Butter Säure	129,7	133,5	133,2	137,9	132,2	133,0
Histidin	11,5	10,2	16,1	15,6	14,2	15,2
Lysin	19,3	19,8	19,7	21,0	20,2	19,8
Arginin	19,4	21,3	21,0	29,3	28,7	28,1

Tab. 12-13: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 31.10.05

Aminosäuren (mg/100 g TS)	gereinigter Extrakt 09:00	gereinigter Extrakt 09:30	gereinigter Extrakt 10:00	eingedickte Lösung 10:00	eingedickte Lösung 10:30	eingedickte Lösung 11:00
Asparaginsäure	88,5	89,5	91,6	95,0	83,5	104,1
Threonin	29,4	29,2	30,1	26,0	22,4	28,4
Serin	59,4	58,9	60,4	55,9	48,0	60,5
Asparagin	79,0	78,9	82,2	53,9	46,8	59,2
Glutaminsäure	108,8	111,1	117,3	105,8	93,4	120,0
Glutamin	125,2	125,6	126,1	19,1	16,3	20,4
Glysin	19,2	19,3	20,2	35,7	30,9	39,9
Alanin	54,6	52,9	52,7	53,8	45,3	56,3
Valin	50,5	49,4	50,5	50,0	43,2	53,9
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	8,1	8,1	8,4	9,1	8,1	9,7
Isoleucin	58,7	58,2	60,1	59,1	51,7	64,8
Leucin	61,9	61,2	62,9	61,9	53,5	67,2
Tyrosin	108,7	109,8	115,5	107,2	95,2	119,7
Phenylalanin	24,2	23,7	22,8	23,3	21,4	24,1
Gamma Amino Butter Säure	144,0	141,8	144,5	137,3	116,0	150,0
Histidin	8,8	10,5	8,7	7,4	4,8	7,9
Lysin	17,0	16,6	17,1	12,2	9,8	12,3
Arginin	21,0	20,8	22,0	16,0	12,8	16,9

Tab. 12-14: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 02.12.05

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Extrakt 09:00	Extrakt 09:30	Extrakt 10:00	vorgekalkter Extrakt 09:30	vorgekalkter Extrakt 10:00	vorgekalkter Extrakt 10:30
Asparaginsäure	73,7	74,4	76,6	65,6	69,7	69,5
Threonin	17,0	16,3	15,7	14,6	15,4	15,0
Serin	42,6	42,9	42,8	38,5	40,7	39,2
Asparagin	70,6	68,4	68,7	62,3	65,5	64,7
Glutaminsäure	50,0	50,7	47,2	54,4	54,2	52,0
Glutamin	396,8	409,9	408,8	316,4	340,9	319,7
Glysin	3,0	2,9	2,8	4,6	4,7	4,9
Alanin	31,7	31,2	31,2	29,4	30,5	29,7
Valin	17,8	17,0	17,8	17,0	17,6	17,1
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	3,6	3,6	3,4	3,2	3,3	3,3
Isoleucin	26,2	26,6	26,5	25,1	26,1	25,3
Leucin	25,5	25,9	25,8	24,0	25,2	24,3
Tyrosin	44,9	46,7	45,1	51,9	52,6	49,0
Phenylalanin	23,2	22,1	21,7	20,7	20,8	20,5
Gamma Amino Butter Säure	150,7	149,2	146,7	138,1	141,9	134,8
Histidin	8,9	7,3	7,7	6,1	7,4	6,4
Lysin	8,1	7,0	6,5	5,9	6,5	6,0
Arginin	16,4	15,7	15,9	12,3	14,2	13,0

Tab. 12-15: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 02.12.05

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Überlauf des Dekanteurs 09:30	Überlauf des Dekanteurs 10:00	Überlauf des Dekanteurs 10:30	hauptgekalkter Extrakt 10:00	hauptgekalkter Extrakt 10:30	hauptgekalkter Extrakt 11:00
Asparaginsäure	59,4	63,8	67,0	59,7	61,0	61,0
Threonin	13,2	13,5	14,7	12,9	13,0	12,7
Serin	35,5	36,7	38,8	34,4	33,8	33,4
Asparagin	57,6	59,8	62,6	55,8	55,6	56,2
Glutaminsäure	52,4	53,4	56,7	51,2	50,0	48,9
Glutamin	199,5	227,6	242,2	233,0	221,1	225,8
Glysin	5,4	5,0	5,6	4,5	4,6	4,5
Alanin	28,0	28,1	29,1	26,7	26,6	26,6
Valin	16,3	16,2	17,4	14,7	14,4	14,5
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	2,9	3,1	2,9	3,2	3,1	3,1
Isoleucin	22,7	23,5	24,6	22,2	22,1	21,4
Leucin	21,6	22,5	23,7	21,2	21,6	20,7
Tyrosin	49,8	49,2	51,2	44,5	44,6	43,4
Phenylalanin	35,0	35,4	35,5	19,8	20,2	19,5
Gamma Amino Butter Säure	125,9	125,7	131,2	119,9	115,1	112,1
Histidin	4,8	5,5	5,3	5,6	5,5	5,0
Lysin	5,2	5,3	5,5	5,7	5,2	5,4
Arginin	7,7	9,5	10,0	12,8	10,9	10,3

Tab. 12-16: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 02.12.05

Aminosäuren (mg/100 g TS)	gereinigter Extrakt 11:00	gereinigter Extrakt 11:30	gereinigter Extrakt 12:00	eingedickte Lösung 12:00	eingedickte Lösung 12:30	eingedickte Lösung 13:00
Asparaginsäure	57,3	56,6	57,6	57,1	59,5	57,1
Threonin	14,8	15,6	15,1	13,0	13,4	12,6
Serin	39,7	41,0	40,6	37,1	37,6	35,8
Asparagin	56,3	55,1	54,9	37,8	38,1	36,2
Glutaminsäure	74,3	74,2	73,2	67,8	68,4	64,7
Glutamin	72,6	72,4	75,7	9,0	8,9	8,6
Glysin	9,6	10,5	10,1	20,9	21,5	20,3
Alanin	33,0	32,0	31,9	30,4	31,3	29,9
Valin	17,7	18,1	17,9	17,1	18,0	16,7
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	4,4	3,6	3,6	3,6	3,6	3,4
Isoleucin	27,6	27,0	26,3	26,1	26,4	24,7
Leucin	26,7	26,1	25,5	25,0	25,4	23,9
Tyrosin	51,7	52,6	52,4	49,7	50,3	48,5
Phenylalanin	15,3	14,4	14,6	21,7	21,4	22,4
Gamma Amino Butter Säure	139,4	137,5	133,3	131,3	132,0	121,6
Histidin	4,6	4,4	4,2	3,9	3,4	3,3
Lysin	5,3	4,6	4,5	3,7	3,0	2,7
Arginin	11,2	10,0	9,2	8,6	7,4	6,2

Tab. 12-17: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 13.10.06

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Extrakt 08:00	Extrakt 08:30	Extrakt 09:00	vorgekalkter Extrakt 08:30	vorgekalkter Extrakt 09:00	vorgekalkter Extrakt 09:30
Asparaginsäure	122,8	129,1	122,0	109,4	106,3	111,2
Threonin	29,1	30,8	30,6	26,8	26,7	27,9
Serin	61,8	64,9	63,6	57,2	56,4	59,4
Asparagin	82,4	90,1	87,6	75,7	74,7	79,0
Glutaminsäure	94,1	97,4	98,5	82,5	80,3	80,6
Glutamin	492,4	534,5	513,2	401,3	390,8	397,7
Glysin	8,4	8,8	8,3	11,1	11,3	11,4
Alanin	62,6	63,4	66,3	58,2	58,3	62,6
Valin	37,1	38,8	38,2	34,9	34,2	36,2
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	8,9	8,7	8,4	7,4	7,5	8,3
Isoleucin	49,8	53,0	52,7	46,4	46,2	50,2
Leucin	48,3	51,1	51,5	45,0	45,3	49,3
Tyrosin	90,9	102,0	98,0	104,7	104,8	115,4
Phenylalanin	8,3	8,7	8,4	6,6	7,3	7,8
Gamma Amino Butter Säure	96,0	100,6	102,8	87,2	88,6	92,3
Histidin	11,2	11,5	11,9	9,2	9,4	9,6
Lysin	12,9	10,4	9,7	7,2	9,1	4,9
Arginin	20,8	29,2	31,2	26,2	25,0	29,3

Tab. 12-18: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 13.10.06

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Überlauf des Dekanteurs 09:00	Überlauf des Dekanteurs 09:30	Überlauf des Dekanteurs 10:00	hauptgekalkter Extrakt 09:00	hauptgekalkter Extrakt 09:30	hauptgekalkter Extrakt 10:00
Asparaginsäure	108,3	107,6	106,1	100,3	99,8	99,8
Threonin	25,9	25,9	25,8	24,4	24,5	24,3
Serin	57,2	57,1	56,8	52,5	53,3	52,7
Asparagin	61,5	60,9	59,5	59,5	61,2	59,2
Glutaminsäure	118,4	121,8	119,8	120,5	119,0	118,5
Glutamin	290,4	292,6	280,7	303,7	304,6	296,3
Glysin	13,1	12,9	13,0	11,1	11,1	11,0
Alanin	58,2	59,1	59,0	54,5	56,4	56,5
Valin	31,1	31,3	32,6	28,3	28,4	28,4
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	6,9	9,4	7,4	6,3	6,4	7,4
Isoleucin	46,0	46,3	46,1	42,3	43,2	43,2
Leucin	44,7	44,3	44,7	40,7	42,1	42,2
Tyrosin	102,9	102,0	101,4	94,7	97,5	98,4
Phenylalanin	7,1	7,4	7,4	6,8	7,3	7,0
Gamma Amino Butter Säure	84,9	83,6	82,7	78,2	79,0	80,1
Histidin	10,5	10,9	11,4	8,1	7,7	7,2
Lysin	9,1	8,4	9,3	8,3	9,1	7,7
Arginin	10,2	9,5	9,8	18,9	18,9	22,2

Tab. 12-19: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 13.10.06

Aminosäuren (mg/100 g TS)	gereinigter Extrakt 09:30	gereinigter Extrakt 10:00	gereinigter Extrakt 10:30	eingedickte Lösung 10:30	eingedickte Lösung 11:00	eingedickte Lösung 11:30
Asparaginsäure	89,2	85,3	86,7	91,5	95,5	92,9
Threonin	26,1	24,8	25,5	22,3	23,4	22,5
Serin	59,3	56,5	58,8	54,1	57,5	55,4
Asparagin	58,2	53,6	53,1	47,3	38,2	36,6
Glutaminsäure	167,7	160,9	166,7	128,6	144,2	137,1
Glutamin	91,6	87,2	88,7	10,0	11,0	10,2
Glysin	22,2	21,2	21,6	33,0	36,1	34,5
Alanin	64,0	61,0	63,7	61,6	66,0	64,1
Valin	31,3	30,4	31,1	31,6	33,0	31,8
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	8,8	8,4	8,9	8,8	10,7	8,7
Isoleucin	50,3	47,8	49,8	49,1	51,6	49,8
Leucin	47,9	45,5	47,8	47,2	49,3	47,8
Tyrosin	108,2	102,5	108,0	103,3	107,4	105,2
Phenylalanin	7,6	7,1	7,4	6,9	7,3	7,1
Gamma Amino Butter Säure	91,3	88,0	90,9	86,0	90,3	86,5
Histidin	6,4	5,5	6,3	5,3	5,3	5,1
Lysin	3,9	4,8	4,4	8,6	4,0	3,0
Arginin	15,6	16,4	15,7	12,7	12,2	12,2

Tab. 12-20: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 07.11.06

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Extrakt 08:00	Extrakt 08:30	Extrakt 09:00	vorgekalkter Extrakt 08:30	vorgekalkter Extrakt 09:00	vorgekalkter Extrakt 09:30
Asparaginsäure	150,3	159,7	156,8	140,3	142,8	144,4
Threonin	35,3	38,2	37,9	32,2	33,5	33,9
Serin	69,7	79,6	78,4	67,0	71,0	72,6
Asparagin	91,8	102,2	101,6	83,0	85,7	86,5
Glutaminsäure	94,3	100,3	94,3	111,3	112,3	114,1
Glutamin	504,0	563,4	555,6	402,0	419,9	426,9
Glysin	8,0	9,1	8,7	12,4	12,6	13,0
Alanin	64,1	71,8	71,2	62,1	65,2	66,8
Valin	39,8	41,8	42,3	37,9	39,3	39,7
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	7,2	7,8	8,0	6,5	7,1	7,3
Isoleucin	57,6	58,5	57,5	52,8	54,2	54,6
Leucin	58,9	62,3	60,5	55,6	57,4	57,8
Tyrosin	108,1	116,6	113,6	116,5	122,1	123,9
Phenylalanin	10,4	10,5	10,5	10,0	10,2	10,1
Gamma Amino Butter Säure	107,0	114,4	116,8	101,7	105,1	106,3
Histidin	11,3	11,1	11,9	9,2	9,8	10,7
Lysin	19,9	19,2	18,7	16,1	16,1	16,4
Arginin	29,2	29,6	30,5	24,3	25,1	26,6

Tab. 12-21: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 07.11.06

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Überlauf des Dekanteurs 09:00	Überlauf des Dekanteurs 09:30	Überlauf des Dekanteurs 10:00	hauptgekalkter Extrakt 09:00	hauptgekalkter Extrakt 09:30	hauptgekalkter Extrakt 10:00
Asparaginsäure	143,5	145,0	150,0	132,7	136,7	132,5
Threonin	28,8	29,2	30,2	28,6	30,1	29,0
Serin	64,2	65,9	69,2	63,7	66,3	64,5
Asparagin	74,0	76,2	80,9	71,9	77,2	75,1
Glutaminsäure	123,1	122,5	126,6	111,5	111,5	110,3
Glutamin	238,1	241,7	253,8	315,7	332,8	310,9
Glysin	15,0	15,1	16,6	12,3	12,6	12,8
Alanin	60,5	61,7	64,9	59,1	61,0	59,6
Valin	36,2	37,0	38,7	35,6	36,3	35,7
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	7,5	7,5	7,7	7,7	7,7	7,5
Isoleucin	52,1	52,6	54,6	49,1	50,1	49,8
Leucin	54,0	54,4	56,4	51,5	52,6	52,1
Tyrosin	112,1	113,9	120,3	108,3	112,7	110,9
Phenylalanin	9,5	9,3	9,7	8,7	8,8	8,9
Gamma Amino Butter Säure	97,1	97,8	101,9	93,4	96,6	96,1
Histidin	6,7	12,0	8,3	11,8	11,4	11,1
Lysin	16,9	14,1	14,7	15,2	15,2	15,1
Arginin	18,3	15,2	17,0	22,3	23,3	21,9

Tab. 12-22: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 07.11.06

Aminosäuren (mg/100 g TS)	gereinigter Extrakt 09:30	gereinigter Extrakt 10:00	gereinigter Extrakt 10:30	eingedickte Lösung 10:30	eingedickte Lösung 11:00	eingedickte Lösung 11:30
Asparaginsäure	116,6	117,8	117,8	111,8	116,3	114,7
Threonin	28,5	28,9	28,8	22,7	24,0	23,6
Serin	66,3	69,2	70,0	57,0	61,1	60,9
Asparagin	66,2	68,1	69,0	39,4	42,3	40,7
Glutaminsäure	147,9	149,5	148,3	126,6	132,4	131,4
Glutamin	82,0	82,2	83,4	9,6	10,1	10,2
Glysin	23,6	24,0	24,3	33,5	34,7	34,9
Alanin	63,6	65,8	66,5	58,9	62,7	62,7
Valin	37,5	38,1	38,6	33,8	36,3	36,0
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	7,7	7,7	8,0	8,1	8,6	8,6
Isoleucin	55,2	55,3	55,6	50,0	52,2	51,6
Leucin	56,6	56,8	57,3	52,5	53,5	53,0
Tyrosin	115,8	118,4	119,3	102,9	108,6	107,7
Phenylalanin	9,4	9,2	9,2	8,3	8,3	8,3
Gamma Amino Butter Säure	106,0	103,5	103,6	88,6	91,8	90,8
Histidin	6,5	6,3	6,3	4,8	4,4	4,5
Lysin	11,8	11,2	10,8	7,8	7,6	7,7
Arginin	16,5	16,6	16,3	11,3	12,2	12,3

Tab. 12-23: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 14.11.06

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Extrakt 08:00	Extrakt 10:00	vorgekalkter Extrakt 08:30	vorgekalkter Extrakt 10:30	hauptgekalkter Extrakt 9:00	hauptgekalkter Extrakt 11:00
Asparaginsäure	162,7	148,9	138,9	136,2	134,7	131,0
Threonin	34,0	28,9	27,4	27,0	25,3	24,0
Serin	81,4	66,1	65,0	63,7	62,9	58,6
Asparagin	109,9	94,2	80,3	81,6	71,7	68,4
Glutaminsäure	70,8	58,3	79,7	79,7	87,8	87,1
Glutamin	571,5	498,4	371,7	391,4	283,0	264,9
Glysin	8,5	6,6	11,0	10,8	10,6	10,3
Alanin	68,3	55,6	55,2	54,5	53,2	49,7
Valin	33,6	29,7	28,9	28,8	27,0	26,4
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	7,4	6,8	6,4	5,8	5,9	5,3
Isoleucin	47,8	43,6	41,4	40,6	38,4	37,1
Leucin	50,0	46,0	42,5	42,3	39,7	38,5
Tyrosin	97,9	90,3	93,1	99,3	88,1	88,0
Phenylalanin	8,2	8,0	7,0	6,7	6,7	6,7
Gamma Amino Butter Säure	120,7	118,4	99,3	101,9	93,0	92,9
Histidin	11,1	9,1	7,6	7,5	0,0	0,0
Lysin	15,4	14,5	12,5	11,7	10,5	10,5
Arginin	23,9	23,8	19,2	18,5	16,4	17,5

Tab. 12-24: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs (Kampagne 2006)

Aminosäuren (mg/kg)	Überlauf des Dekanteurs					
	Alk. = 0,4 g CaO/100 ml	Alk. = 0,4 g CaO/100 ml	Alk. = 0,5 g CaO/100 ml	Alk. = 0,5 g CaO/100 ml	Alk. = 0,6 g CaO/100 ml	Alk. = 0,6 g CaO/100 ml
Asparaginsäure	138,6	133,6	188,9	180,5	184,8	182,5
Threonin	26,4	25,3	34,2	33,3	32,6	32,0
Serin	62,6	60,7	86,3	83,6	81,1	79,4
Asparagin	67,2	63,5	90,1	87,6	83,2	82,4
Glutaminsäure	99,4	96,7	142,7	135,7	158,0	154,5
Glutamin	179,5	168,9	178,9	174,1	144,2	142,4
Glysin	12,7	12,2	17,8	17,1	16,6	16,4
Alanin	52,6	51,1	73,8	70,5	64,2	63,3
Valin	19,9	18,9	37,6	35,2	34,6	33,3
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	4,7	4,7	6,5	6,1	6,3	6,3
Isoleucin	40,7	39,4	54,4	51,8	52,6	51,3
Leucin	41,6	39,9	56,5	53,9	54,7	53,5
Tyrosin	88,5	86,3	132,5	127,3	118,6	116,4
Phenylalanin	7,1	6,9	9,6	9,1	8,8	8,6
Gamma Amino Butter Säure	94,0	90,4	131,8	126,6	129,9	126,5
Histidin	0,0	0,0	6,7	6,2	5,6	5,3
Lysin	11,9	10,8	15,4	14,1	15,1	14,7
Arginin	16,8	13,6	19,7	18,4	19,6	20,9

Tab. 12-25: Aminosäure- und der Amidgehalt des hauptgekalktes Extraktes (Kampagne 2006)

Aminosäuren (mg/kg)	hauptgekalkter Extrakt					
	Alk. = 0,4 g CaO/100 ml	Alk. = 0,4 g CaO/100 ml	Alk. = 0,5 g CaO/100 ml	Alk. = 0,5 g CaO/100 ml	Alk. = 0,6 g CaO/100 ml	Alk. = 0,6 g CaO/100 ml
Asparaginsäure	154,1	153,0	187,1	185,1	184,7	184,4
Threonin	19,9	19,3	28,4	28,0	27,5	26,6
Serin	60,1	58,6	79,7	78,3	75,0	70,2
Asparagin	37,7	37,4	65,3	63,6	58,4	59,3
Glutaminsäure	143,5	142,5	187,2	184,1	191,8	174,7
Glutamin	37,0	33,0	26,7	27,1	22,3	20,4
Glysin	24,5	24,5	24,9	24,7	23,4	23,2
Alanin	50,9	50,5	68,1	67,1	60,0	59,3
Valin	18,9	18,8	33,0	32,3	32,5	29,7
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	5,3	5,4	5,9	5,9	5,9	6,0
Isoleucin	40,2	39,9	50,1	49,2	49,2	49,2
Leucin	40,0	39,5	51,5	50,5	50,9	50,1
Tyrosin	84,3	84,4	121,0	118,4	109,8	109,5
Phenylalanin	6,7	6,4	8,6	8,3	8,1	8,3
Gamma Amino Butter Säure	86,9	85,8	118,2	117,0	118,5	116,5
Histidin	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Lysin	7,1	7,5	11,3	10,8	12,0	12,0
Arginin	10,6	10,9	15,0	14,8	16,7	15,9

Tab. 12-26: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 15.10.2007

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Extrakt 06:00	Extrakt 06:30	Extrakt 07:00	vorgekalkter Extrakt 06:30	vorgekalkter Extrakt 07:00	vorgekalkter Extrakt 07:30
Asparaginsäure	85,3	90,7	88,3	83,2	81,6	79,0
Threonin	20,0	21,1	19,7	19,3	18,8	18,7
Serin	45,7	47,7	43,9	43,9	42,7	40,9
Asparagin	80,4	83,1	78,9	73,5	71,7	70,6
Glutaminsäure	48,3	52,8	56,0	63,0	61,3	59,8
Glutamin	550,8	558,8	536,5	361,9	363,1	372,2
Glysin	4,5	4,4	4,3	8,4	7,8	8,4
Alanin	43,3	44,1	40,6	41,4	40,0	38,2
Valin	33,8	35,1	34,0	32,5	32,2	31,6
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	6,1	6,1	5,7	5,4	5,3	5,2
Isoleucin	41,0	43,1	41,9	40,7	40,2	39,7
Leucin	44,1	47,0	45,3	42,9	42,7	42,2
Tyrosin	54,8	56,3	49,5	75,9	75,7	73,5
Phenylalanin	38,6	46,5	45,6	42,3	42,1	42,5
Gamma Amino Butter Säure	111,1	118,4	116,0	104,6	103,2	102,8
Histidin	10,3	9,9	8,7	7,6	7,5	7,6
Lysin	13,5	14,1	14,0	14,3	14,3	12,1
Arginin	15,5	17,1	15,6	10,5	11,0	11,7

Tab. 12-27: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 15.10.2007

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Überlauf des Dekanteurs 06:30	Überlauf des Dekanteurs 07:00	Überlauf des Dekanteurs 07:30	hauptgekalkter Extrakt 07:00	hauptgekalkter Extrakt 07:30	hauptgekalkter Extrakt 08:00
Asparaginsäure	88,4	86,5	84,2	67,1	64,1	62,1
Threonin	20,3	19,6	19,2	15,1	14,5	14,4
Serin	47,3	45,4	43,6	34,0	32,5	31,1
Asparagin	77,0	74,8	72,6	56,1	54,0	52,7
Glutaminsäure	71,8	70,9	69,7	56,7	55,1	52,2
Glutamin	320,9	296,5	288,1	224,7	221,2	229,4
Glysin	10,8	10,8	10,2	6,1	6,2	5,7
Alanin	44,8	43,2	42,2	32,3	31,0	29,4
Valin	35,6	34,4	33,7	25,6	25,1	24,5
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	5,8	6,0	5,5	4,4	4,1	4,2
Isoleucin	45,0	44,0	42,5	31,7	30,5	29,8
Leucin	46,7	45,5	44,2	33,6	32,7	31,9
Tyrosin	82,8	80,2	79,2	59,2	57,3	55,4
Phenylalanin	41,6	41,9	41,5	31,7	32,9	32,8
Gamma Amino Butter Säure	105,1	103,1	102,3	80,8	79,6	80,0
Histidin	5,1	5,5	5,2	6,4	5,9	6,2
Lysin	12,7	12,8	12,7	10,6	9,5	9,0
Arginin	8,0	6,5	7,8	7,9	9,4	9,1

Tab. 12-28: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 15.10.2007

Aminosäuren (mg/100 g TS)	gereinigter Extrakt 08:00	gereinigter Extrakt 08:30	gereinigter Extrakt 09:00	eingedickte Lösung 09:00	eingedickte Lösung 09:30	eingedickte Lösung 10:00
Asparaginsäure	64,6	62,4	59,1	56,0	52,7	57,8
Threonin	19,2	19,1	17,6	14,0	13,5	14,6
Serin	43,0	41,2	38,1	33,5	30,8	33,1
Asparagin	62,8	60,5	57,1	38,9	35,9	39,0
Glutaminsäure	88,6	87,0	83,4	70,8	66,3	72,9
Glutamin	98,6	96,2	91,9	12,2	11,2	12,2
Glysin	13,0	12,8	12,1	18,5	17,9	19,1
Alanin	43,0	41,0	37,5	35,2	32,5	33,9
Valin	32,4	31,9	30,1	27,7	25,9	28,0
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	5,7	5,9	5,4	4,9	4,9	5,3
Isoleucin	42,4	41,9	39,9	35,3	33,1	35,8
Leucin	44,0	43,5	41,2	36,5	34,1	36,7
Tyrosin	75,7	74,1	70,8	61,8	57,7	62,2
Phenylalanin	24,8	23,7	22,7	22,0	22,1	23,0
Gamma Amino Butter Säure	105,4	104,4	101,3	85,0	80,7	87,0
Histidin	4,7	5,3	3,9	2,8	6,4	2,9
Lysin	10,1	10,2	10,2	6,6	6,2	6,8
Arginin	7,9	7,7	7,9	5,3	4,9	5,1

Tab. 12-29: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 07.11.2007

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Extrakt 06:00	Extrakt 06:30	Extrakt 07:00	vorgekalkter Extrakt 06:30	vorgekalkter Extrakt 07:00	vorgekalkter Extrakt 07:30
Asparaginsäure	99,1	108,3	99,2	95,3	98,5	93,7
Threonin	19,9	20,8	19,1	18,5	18,8	17,9
Serin	54,9	59,6	53,4	50,5	52,3	48,6
Asparagin	77,9	85,5	77,3	72,6	78,0	72,7
Glutaminsäure	44,0	44,0	43,7	55,4	57,5	52,9
Glutamin	499,5	563,6	514,1	387,9	426,0	390,9
Glysin	4,8	4,8	4,4	7,7	7,9	7,4
Alanin	39,2	40,9	36,9	36,5	37,0	34,6
Valin	33,0	35,2	31,5	30,0	30,5	28,3
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	5,5	6,0	5,1	4,9	5,2	4,7
Isoleucin	41,1	43,9	39,3	38,9	39,9	37,1
Leucin	43,1	46,2	41,1	40,4	41,3	38,3
Tyrosin	43,8	57,3	49,8	73,3	78,2	71,4
Phenylalanin	25,1	24,6	23,1	22,4	23,0	21,8
Gamma Amino Butter Säure	115,1	117,0	111,7	99,7	102,2	97,7
Histidin	9,9	10,2	8,3	7,0	8,1	6,9
Lysin	14,3	14,0	12,5	12,4	12,2	11,3
Arginin	20,2	19,2	17,0	14,6	14,4	13,1

Tab. 12-30: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 07.11.2007

Aminosäuren (mg/100 g TS)	Überlauf des Dekanteurs 06:30	Überlauf des Dekanteurs 07:00	Überlauf des Dekanteurs 07:30	hauptgekalkter Extrakt 07:00	hauptgekalkter Extrakt 07:30	hauptgekalkter Extrakt 08:00
Asparaginsäure	95,6	92,6	96,1	78,0	73,6	71,8
Threonin	17,8	17,6	18,0	14,4	13,6	14,0
Serin	48,3	47,4	48,9	40,6	38,0	36,9
Asparagin	65,2	64,5	67,3	58,1	54,2	54,0
Glutaminsäure	67,2	65,4	67,0	53,2	50,0	56,5
Glutamin	197,7	196,4	209,9	248,6	230,3	163,1
Glysin	8,2	8,1	8,2	5,9	5,6	5,8
Alanin	35,3	34,7	35,1	29,4	27,2	26,0
Valin	28,5	28,4	29,0	24,1	22,4	21,7
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	4,9	4,9	5,1	4,2	3,9	4,1
Isoleucin	38,5	37,9	38,6	30,9	28,8	28,7
Leucin	39,2	38,6	39,3	32,0	29,9	28,9
Tyrosin	70,0	69,6	71,9	60,1	55,4	55,2
Phenylalanin	22,6	22,0	21,9	17,5	16,9	17,3
Gamma Amino Butter Säure	95,9	95,0	96,0	79,7	77,0	77,0
Histidin	3,4	6,3	6,8	6,4	5,6	4,3
Lysin	11,0	10,9	10,8	9,9	8,9	8,1
Arginin	8,7	8,7	8,7	11,0	9,5	8,6

Tab. 12-31: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 07.11.2007

Aminosäuren (mg/100 g TS)	gereinigter Extrakt 08:00	gereinigter Extrakt 08:30	gereinigter Extrakt 09:00	eingedickte Lösung 09:00	eingedickte Lösung 09:30	eingedickte Lösung 10:00
Asparaginsäure	77,6	74,3	74,5	64,5	61,7	61,0
Threonin	18,9	18,3	18,4	13,3	13,1	12,7
Serin	51,5	48,8	48,5	38,1	36,5	35,2
Asparagin	64,7	62,2	62,1	38,0	37,5	34,6
Glutaminsäure	87,5	84,1	87,1	65,0	63,4	63,9
Glutamin	93,8	87,7	92,9	10,7	10,8	9,3
Glysin	13,0	12,8	12,6	16,6	16,0	16,5
Alanin	38,1	35,8	35,2	29,6	28,1	27,2
Valin	30,9	29,6	29,4	24,3	23,2	22,9
Cystein	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Methionin	5,6	5,0	5,3	4,6	4,5	4,6
Isoleucin	41,4	39,0	39,8	32,2	30,8	30,7
Leucin	41,3	38,9	39,1	32,1	30,4	29,7
Tyrosin	75,4	71,4	72,8	57,2	54,9	54,5
Phenylalanin	14,8	14,5	14,5	13,0	12,7	12,7
Gamma Amino Butter Säure	101,5	99,8	102,6	77,4	75,7	77,1
Histidin	4,1	4,0	4,1	2,6	3,9	3,6
Lysin	9,1	8,6	8,6	5,4	5,1	4,8
Arginin	9,7	9,4	9,1	5,7	5,4	4,9

Tab. 12-32: Auswertungsergebnisse der rheologischen Untersuchungen von gereinigten Extraktproben aus den Extraktreinigungsversuchen mit unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen

	Newton ($\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$)			Ostwald ($\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$)			
Probe (Alk _{HK} / ϑ_{HK} / t_{HK})	η	r	s(n-1)	K	n	r	s(n-1)
(g CaO/100 ml/°C/min)	Pa·s	-	Pa bezogen auf τ	kg/ms ²⁻ⁿ	-	-	Pa bezogen auf τ
1 (0,4/75/20)	0,0021090	0,99884	0,0024944	0,0022052	0,96976	0,99859	0,0027509
2 (0,4/75/60)	0,0025185	0,99373	0,0065709	0,0031111	0,89024	0,98298	0,0108000
3 (0,4/85/20)	0,0025154	0,99623	0,0051935	0,0033594	0,86331	0,97125	0,0142570
4 (0,4/85/60)	0,0026196	0,99375	0,0068244	0,0030297	0,91718	0,99106	0,9821900
5 (0,4/95/20)	0,0023633	0,99444	0,0058368	0,0028741	0,89748	0,98486	0,0096135
6 (0,4/95/60)	0,00224965	0,99903	0,0027089	0,0029532	0,91662	0,98601	0,0102620
7 (0,8/75/20)	0,0024674	0,99683	0,0047023	0,0026820	0,94740	0,99609	0,0052186
8 (0,8/75/60)	0,0025566	0,99250	0,0072309	0,0033601	0,86560	0,97581	0,0129340
9 (0,8/85/20)	0,0024820	0,99687	0,0047027	0,0032557	0,87056	0,97294	0,0137390
10 (0,8/85/60)	0,0025201	0,99879	0,0030499	0,0029176	0,92423	0,98849	0,0093639
11 (0,8/95/20)	0,0025357	0,99727	0,0045094	0,0029458	0,91888	0,98853	0,0092163
12 (0,8/95/60)	0,0026258	0,99878	0,0031882	0,0030894	0,91772	0,98664	0,0105040
13 (SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren Dekanteur; 0,4/75/60 & hHK; 0,4/85/20)	0,0023801	0,99999	0,0003255	0,0024053	0,99533	0,99987	0,0009092

Tab. 12-33: Regressionswerte der rheologischen Untersuchungen von gereinigten Extraktproben aus den Extraktreinigungsversuchen mit unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (berechnet mit $M > 0,1 \mu\text{Nm}$)

Probe (Alk _{HK} /ϑ _{HK} /t _{HK}) (g CaO/100 ml/°C/min)	Newton ($\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$)			Ostwald ($\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$)			
	η Pa·s	r -	S(n-1) Pa bezogen auf τ	K kg/ms ²⁻ⁿ	n -	r -	S(n-1) Pa bezogen auf τ
1 (0,4/75/20)	0,0020563	0,99982	0,0010725	0,002144	0,98146	0,99953	0,0017321
2 (0,4/75/60)	0,0024042	0,99847	0,0034378	0,0027097	0,94442	0,99594	0,0055896
3 (0,4/85/20)	0,0024285	0,99901	0,0027818	0,0028440	0,92999	0,99229	0,0077626
4 (0,4/85/60)	0,0024920	0,99869	0,0033459	0,0027026	0,96161	0,99854	0,0035261
5 (0,4/95/20)	0,0022570	0,99878	0,0028981	0,0025489	0,94455	0,99575	0,0053987
6 (0,4/95/60)	0,0023782	0,99988	0,0010234	0,0023978	0,99871	0,99992	0,0008187
7 (0,8/75/20)	0,0023702	0,99949	0,0020391	0,0025258	0,97111	0,99898	0,0028768
8 (0,8/75/60)	0,0024648	0,99697	0,0048077	0,0029625	0,91593	0,99104	0,0082590
9 (0,8/85/20)	0,0023972	0,99930	0,0023191	0,0027003	0,94548	0,99504	0,0061861
10 (0,8/85/60)	0,0023984	0,99993	0,0007548	0,0024377	0,99461	0,99980	0,0013147
11 (0,8/95/20)	0,0024133	0,9999	0,0009292	0,0024943	0,98411	0,99955	0,0019527
12 (0,8/95/60)	0,0025018	0,99995	0,0006963	0,0025452	0,99407	0,99980	0,0013653
13 (SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren Dekanteur; 0,4/75/60 & hHK; 0,4/85/20)	0,0023858	0,99999	0,0002103	0,0023860	1	1	0,0001940

Tab. 12-34: Auswertungsergebnisse von gereinigten Extraktproben (mit und ohne Zusatzstoffen) mit unterschiedlichen Extraktreinigungsverfahren

Extraktereinigungsverfahren	D/L/P	Alk. _{HK}	Newton ($\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$)			Ostwald ($\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$)				η berechnet (Ostwald) für $\dot{\gamma} = 0,1 \text{ s}^{-1}$
			η	r	s	K	n	r	s	
			g/l	g CaO/100 ml	Pa·s	-	Pa	kg/ms ²⁻ⁿ	-	
klassisch	0	0,6	0,00182	0,9953	0,0042	0,00227	0,9367	0,9883	0,0074	2,63
klassisch	0	0,8	0,00215	0,9867	0,0066	0,00251	0,9775	0,9836	0,0096	2,64
klassisch	0	1,0	0,00198	0,9972	0,0029	0,00210	0,9889	0,9990	0,0023	2,15
klassisch	0	1,2	0,00215	0,9941	0,0056	0,00230	0,9942	0,9990	0,0022	2,30
klassisch	0,1/0,1/0,1	0,6	0,00213	0,9956	0,0047	0,00252	0,8499	0,9973	0,0040	3,56
klassisch	0,1/0,1/0,1	0,8	0,00159	0,9996	0,0013	0,00250	0,9688	0,9611	0,0094	2,70
klassisch	0,1/0,1/0,1	1,0	0,00210	0,9971	0,0037	0,00276	0,9100	0,9811	0,0104	3,40
klassisch	0,1/0,1/0,1	1,2	0,00207	0,9977	0,0033	0,00247	0,9499	0,9936	0,0061	2,77
Dextranase-Einsatz (10 ppm)	0,1/0,1/0,1	0,6	0,00204	0,9948	0,0040	0,00297	0,8914	0,9712	0,0105	4,79
Dextranase-Einsatz (10 ppm)	0,1/0,1/0,1	1,0	0,00203	0,9960	0,0035	0,00281	0,9063	0,9832	0,0089	3,49
Dextranase-Einsatz (15 ppm)	0,1/0,1/0,1	1,0	0,00190	0,9978	0,0065	0,00243	0,9208	0,9804	0,0080	2,90
Kalkungscarbonatation	0,1/0,1/0,1	1,0	0,00216	0,9982	0,0030	0,00270	0,9277	0,9861	0,0085	3,12
Kalkungscarbonatation	0,1/0,1/0,1	1,2	0,00204	0,9967	0,0039	0,00227	0,9754	0,9971	0,0039	2,40
SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren	0,1/0,1/0,1	0,6	0,00203	0,9960	0,0035	0,00214	0,9944	0,9832	0,0089	2,17
Klassisch	0,2/0,2/0,2	1,0	0,00203	0,9879	0,0079	0,00260	0,9690	0,9923	0,0071	2,79

12.1. Tabellenverzeichnis

Tab. 3-1: Isoelektrische Punkt der Aminosäuren (<i>Bohn 2000</i>)	7
Tab. 3-2: Mikroorganismen und Hydrokolloidgehalte in Frostrüben (<i>Schneider 1969</i>)	9
Tab. 3-3: Lävän- und Dextrangehalte im Extrakt und gereinigten Extrakt von gesunden und frostgeschädigten Zuckerrüben (<i>Schneider et al., 1971-a</i>)	10
Tab. 3-4: Ermittlung der Temperatur-Verweilzeit-Korrelationen nach Angaben unterschiedlicher Autoren.....	16
Tab. 3-5: Veränderung des Glutamingehalts vom Extrakt zur eingedickten Lösung in % zum Ausgangsgehalt (<i>Buchholz et al., 2000</i>).	22
Tab. 4-1: Ansatz zur Herstellung der Modelllösung (<i>Ajdari Rad 2002</i>)	36
Tab. 4-2: Simulationsparameter für den Thermostabilitätstest (<i>Urbaniec 2000</i>).....	42
Tab. 4-3: Übersicht über die eingesetzte Analytik	44
Tab. 4-4: Verweilzeitabweichungen bei der Laborextraktreinigung	45
Tab. 5-1: Vergleich der Strömungsgeschwindigkeiten längs des Sensors (<i>Kampagne 2003</i>).....	57
Tab. 5-2: Berechnete Geschwindigkeit des Extraktes in der Messzelle.....	64
Tab. 5-3: Berechnete Eintritts- und Schergeschwindigkeit des Extraktes in der Messzelle.....	70
Tab. 5-4: Einfluss der Temperatur und des Komponentengemisches (von 0 mg/l bis jeweils 600 mg/l) auf die Extraktviskosität ($20 \leq \vartheta_{\text{Ex}} \leq 80 \text{ } ^\circ\text{C}$).....	74
Tab. 5-5: Temperatureinfluss auf die Extraktviskosität ($20 \leq \vartheta \leq 40 \text{ } ^\circ\text{C}$).....	75
Tab. 5-6: Einfluss von Lävän, Dextran und Pektin auf eine Saccharoselösung (Superpositionsprinzip)	75
Tab. 6-1: Technische Daten des Versuchsdekanteurs Fa. Dorr-Oliver®	79
Tab. 6-2: Kampagnedaten des Werkes B in den Kampagnen 2005 bis 2007	81
Tab. 6-3: Untersuchungsergebnisse bei unterschiedlichen Aufenthaltszeiten (Werk B, Kampagne 2005).....	92
Tab. 6-4: Angaben zum vorgekalkten Extrakt (ohne und mit Flockungshilfsmittelzugabe), Unterlauf und Überlauf eines Dekanteurs nach der Vorkalkung in der Kampagne 2007	94
Tab. 6-5: Die Mittelwerte der Trockensubstanzgehalte im Unterlauf des Dekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007	97
Tab. 6-6: Die Mittelwerte der Temperaturen im Unterlauf des Dekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007.....	98
Tab. 6-7: Mittelwerte der pH-Werte im Unterlauf des Dekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007.....	99

Tab. 7-1: Glutamingehalt in einem Extrakt und einer Modelllösung	105
Tab. 7-2: Parameter zur Berechnung der Farbe des gereinigten Extraktes (Temperaturbereich der HK von 75 - 95 °C)	112
Tab. 7-3: Rheologische Untersuchungen von gereinigten Extraktproben aus den Extraktreinigungsversuchen bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen	114
Tab. 7-4: Parameter zur Berechnung der Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung (Alkalitätsbereich von 0,4 - 0,8 g CaO/100 ml).....	116
Tab. 7-5: Glutamiverseifung im Dekanteur und in der Hauptkalkung bei unterschiedlichen Vorkalkungs- bzw. Hauptkalkungsalkalitäten.....	119
Tab. 7-6: FK-Wert der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonation und Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Extraktvoralkalisierungen	128
Tab. 7-7: Belagbildungsfähigkeit des voralkalisierten Extraktes mit Kalkmich und Natronlauge	129
Tab. 8-1: Extraktqualität aus dem frostgeschädigten Rübenmaterial	135
Tab. 12-1: Analytische Ergebnisse von den hergestellten Modelllösungen.....	153
Tab. 12-2: Technische Daten des Online-Rheometers (PHYSICA-RHEOSWING® RSD 1-1)..	154
Tab. 12-3: Technische Daten des UDS-200 Messgerätes	154
Tab. 12-4: Amidgehalt des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Mischungen aus den Doppelbestimmungsproben)	155
Tab. 12-5: Amidgehalt des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Mischungen aus den Doppelbestimmungsproben)	156
Tab. 12-6: Eigenschaften der eingesetzten Flockungshilfsmittel	157
Tab. 12-7: Eigenschaften der eingesetzten Flockungshilfsmittel	157
Tab. 12-8: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 07.10.05.....	158
Tab. 12-9: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 07.10.05	159
Tab. 12-10: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 07.10.05	160
Tab. 12-11: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 31.10.05	161
Tab. 12-12: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 31.10.05	162
Tab. 12-13: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 31.10.05	163

Tab. 12-14: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 02.12.05	164
Tab. 12-15: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 02.12.05.....	165
Tab. 12-16: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 02.12.05	166
Tab. 12-17: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 13.10.06	167
Tab. 12-18: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 13.10.06.....	168
Tab. 12-19: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 13.10.06	169
Tab. 12-20: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 07.11.06	170
Tab. 12-21: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 07.11.06.....	171
Tab. 12-22: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 07.11.06	172
Tab. 12-23: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 14.11.06	173
Tab. 12-24: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs (Kampagne 2006)	174
Tab. 12-25: Aminosäure- und der Amidgehalt des hauptgekalktes Extraktes (Kampagne 2006)	175
Tab. 12-26: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 15.10.2007	176
Tab. 12-27: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 15.10.2007.....	177
Tab. 12-28: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 15.10.2007	178
Tab. 12-29: Aminosäure- und der Amidgehalt des Extraktes und des vorgekalkten Extraktes am 07.11.2007	179
Tab. 12-30: Aminosäure- und der Amidgehalt des Überlaufes des Dekanteurs und des hauptgekalkten Extraktes am 07.11.2007.....	180
Tab. 12-31: Aminosäure- und der Amidgehalt des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung am 07.11.2007	181
Tab. 12-32: Auswertungsergebnisse der rheologischen Untersuchungen von gereinigten Extraktproben aus den Extraktreinigungsversuchen mit unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen.....	182

Tab. 12-33: Regressionswerte der rheologischen Untersuchungen von gereinigten Extraktproben aus den Extraktreinigungsversuchen mit unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (berechnet mit $M > 0,1 \mu\text{Nm}$)	183
Tab. 12-34: Auswertungsergebnisse von gereinigten Extraktproben (mit und ohne Zusatzstoffen) mit unterschiedlichen Extraktreinigungsverfahren	184

12.2. Abbildungsverzeichnis

Abb. 3-1: Aufbau einer Rübenpektinkette.....	6
Abb. 3-2: Dextranmoleküle von <i>Leuconostoc mesanteroides</i> (van der Poel et al. 2000).....	10
Abb. 3-3: Ausschnitt eines Lävänmoleküls (Paffrath 2004).....	11
Abb. 3-4: Prinzip des klassischen Extraktreinigungsverfahrens	14
Abb. 3-5: Optimale pH-Führung in der Vorkalkung (Ajdari Rad 2002 und Ajdari Rad und Senge 2002).....	15
Abb. 3-6: Vereinfachter Chemismus des Invertzuckerabbaus	18
Abb. 3-7: Invertzuckerabbau während der Hauptkalkung (Kubadinow und Hampel 1975)	18
Abb. 3-8: Mechanismus der alkalischen Amidverseifung	19
Abb. 3-9: Abhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten k des Glutaminabbaus vom pH-Wert in technischen Saccharoselösungen bei 90 °C (Buchholz et al., 2000).....	20
Abb. 3-10: Abhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten k (beim Glutaminabbau) von der Temperatur bei verschiedenen pH-Werten (Buczys et al., 1993 und Buchholz et al., 2000).....	21
Abb. 3-11: Veränderung des Glutamingehaltes vom Extrakt zur eingedickten Lösung in % (Mittelwert).....	22
Abb. 3-12: Chemische Reaktionsmöglichkeiten eines thermostabilen sowie eines nicht thermostabilen gereinigten Extraktes während der Eindickung.....	23
Abb. 3-13: Prinzip des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens.....	27
Abb. 3-14: Schematische Darstellung der Mikro und Makro Flocculation (Frieser 2005)	29
Abb. 3-15: Aggregationsmechanismus vom Flockungshilfsmittel (Frieser 2005).....	29
Abb. 3-16: Kräftegleichgewicht am Sedimentationsteilchen.....	31
Abb. 3-17: Prinzip der Kuchenfiltration.....	33
Abb. 3-18: Filtrationsdiagramm von inkompressiblen (a) und kompressiblen (b) Filterkuchen	34
Abb. 4-1: Diskontinuierliche Extraktreinigungsanlage im Labormaßstab	37
Abb. 4-2: Schematische Darstellung der Laborextraktreinigungsversuche	39
Abb. 4-3: Schematische Darstellung der Laborversuchsanlage zur Bestimmung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes (Eigenbau ZAFES)	41
Abb. 4-4: Laborversuchsanlage zur Bestimmung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes	42
Abb. 4-5: Versuchsanlage zur Ermittlung der Extraktviskosität mit dem Meßsystem RHEOSWING® RSD 1-1 im Labor	43

Abb. 4-6: Temperierbare Laborversuchsanlage mit eingebautem Krählwerk zur Ermittlung des Absetzverhaltens (Fa. Dorr-Oliver).....	43
Abb. 4-7: Abhängigkeit der Farbe des gereinigten Extraktes vom pH-Wert.....	47
Abb. 5-1: Rübenhof im Werk A (Kampagne 2002)	48
Abb. 5-2: Geschädigtes Rübenmaterial mit schleimigen Substanzen (Kampagne 2002)	49
Abb. 5-3: Infrarotaufnahme (rechts) von gesunden bzw. kranken Rüben.....	49
Abb. 5-4: Drücke der 1. Filtration im Werk A	50
Abb. 5-5: Versuchsanlage zur Erfassung der dynamischen Viskosität mit Hilfe des Online-Viskosimeters RHEOSWING® RSD 1-1	51
Abb. 5-6: Kontinuierliche Viskositätsbestimmung bei unterschiedlichen Trockensubstanzgehalten mit Hilfe eines Online-Viskosimeters (RHEOSWING® RSD 1-1)	52
Abb. 5-7: Extraktviskosität vor und nach Dextran- sowie Dextranasezusatz	52
Abb. 5-8: Aufbau der Versuchsanlage zur kontinuierlichen Bestimmung der Extraktviskosität im Werk A in der Kampagne 2003	53
Abb. 5-9: Kontinuierliche Viskositätsmessung des Extraktes im Werk A (Kampagne 2003).....	54
Abb. 5-10: Aufbau der Versuchsanlage zur kontinuierlichen Bestimmung der Extraktviskosität im Werk B in der Kampagne 2003	55
Abb. 5-11: Einfluss von Grobpülpe und Sand auf die Messung der Extraktviskosität (Kampagne 2003).....	56
Abb. 5-12: Extraktviskosität innerhalb von 60 min (Kampagne 2003).....	57
Abb. 5-13: Vereinfachtes Schema der Versuchsanlage.....	59
Abb. 5-14: Versuchsanlage zur kontinuierlichen Bestimmung der Extraktviskosität im Werk B in den Kampagnen 2004 und 2005	60
Abb. 5-15: Behälter zur Grobentpülung und Grobentsandung des Extraktes vor dem Viskositätsmessgerät (Siebposition 1).....	61
Abb. 5-16: Kontinuierliche Messung der Extraktviskosität am 27.Oktober.04	61
Abb. 5-17: Behälter zur Entpülung und Entsandung des Extraktes vor dem Viskositätsmessgerät (Siebposition 2).....	62
Abb. 5-18: Grobteilchen im Extrakt sowie im Über- und Unterlauf des Abscheidebehälters	63
Abb. 5-19: Schaumbildung auf dem Abscheidebehälter.....	64
Abb. 5-20: Standzeit des Messsystems/Drift durch Belagbildung	66
Abb. 5-21: Messsensor vor und nach der Reinigung.....	66

Abb. 5-22: Stabile Messwerterfassung nach Optimierung der Versuchsanlage und der Reinigungsmodalitäten.....	67
Abb. 5-23: Inline-Online-Viskositätsmessung des Extraktes vom 15. bis 22. November 2004.....	68
Abb. 5-24: Druckerhöhung in der 1. Filtration bei konstanter Extraktviskosität am 30.10.2004	69
Abb. 5-25: Extraktviskosität in Abhängigkeit vom Volumenstrom	70
Abb. 5-26: Temperaturinduzierte Viskositätsänderung in der Kampagne 2003	71
Abb. 5-27: Extraktviskositätsverhalten ($w_{TS} = 17,5 \%$ und $20 \leq \vartheta \leq 40 \text{ }^\circ\text{C}$).....	72
Abb. 5-28: Viskosität eines Extraktes unterschiedlicher Temperaturen und Zusatzmengen von Dextran, Lävan und Pektin (* von 0 mg/l bis jeweils 600 mg/l)	73
Abb. 5-29: Trockensubstanzgehalt und Extraktviskosität im relevanten Bereich.....	74
Abb. 5-30: Superpositionsprinzip von Lävan, Dextran und Pektin in einer Saccharoselösung ..	76
Abb. 5-31: Diagramm zur Auswertung von Viskositätsdaten im Werk B.....	77
Abb. 6-1: Dorr-Oliver [®] Dekanteur mit Picket fence Krählwerk (zwei Kammern).....	78
Abb. 6-2: Versuchsanlage im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007	78
Abb. 6-3: Versuchsdekanteur (Fa. Dorr-Oliver [®]) und innerer Aufbau (eine Kammer)	79
Abb. 6-4: Herstellungs- und Dosierungsstation der Flockungshilfsmittellösung	80
Abb. 6-5: pH-Verlauf in der Vorkalkung des Werkes B in den Kampagnen 2005 bis 2007	82
Abb. 6-6: Sedimentationsversuche mit 2 ppm bei 60 °C.....	83
Abb. 6-7: Versuche mit 1 – 3 ppm Praestol 2540 TR und 1 – 3 ppm Magnafloc LT 27 bei 60 °C (Kampagne 2004).....	84
Abb. 6-8: Versuche mit 1 – 3 ppm Praestol 2540 TR und 1 – 3 ppm Clarflok AN 945 bei 60 °C (Kampagne 2005).....	84
Abb. 6-9: Sedimentationsversuche mit unterschiedlichen Temperaturen.....	85
Abb. 6-10: Sedimentationsversuche bei unterschiedlichen Temperaturen und Alkalitäten des vorgekalkten Extraktes.....	85
Abb. 6-11: Sedimentationsversuche mit 2 ppm Praestol 2540 TR und 2 – 10 ppm Defofloc 24 CG und 26 CG (Temperatur von 60 °C; Alkalität von 0,18 g CaO/100 ml)	86
Abb. 6-12: Sedimentationsversuche mit 2 ppm Praestol 2540 TR und 2 – 10 ppm Defofloc 24 CG und 26 CG (Temperatur von 60 °C; Alkalität von 0,4 g CaO/100 ml)	87
Abb. 6-13: Sedimentationsversuche mit 2 ppm Praestol 2540 TR und 2 – 12 ppm ZFT 1220 (Temperatur von 60 °C; Alkalität von 0,18 g CaO/100 ml).....	87
Abb. 6-14: Sedimentationsversuche mit 2 ppm Praestol 2540 TR und 2 – 12 ppm ZFT 1220 (Temperatur von 60 °C; Alkalität von 0,4 g CaO/100 ml).....	88

Abb. 6-15: FK-Werte der Calciumcarbonatsuspensionen der 1. Carbonatation nach der Zugabe von unterschiedlichen Flockungshilfsmitteln.....	88
Abb. 6-16: FK-Werte der Calciumcarbonatsuspensionen der 1. Carbonatation nach der Zugabe von unterschiedlichen Flockungshilfsmitteln.....	89
Abb. 6-17: FK-Werte der Calciumcarbonatsuspensionen der 1. Carbonatation nach der Zugabe von unterschiedlichen Flockungshilfsmitteln im Werk A in der Kampagne 2007.....	89
Abb. 6-18: Sedimentationsversuche mit dextranshaltigen vorgekalkten Extrakten bei 60 °C.....	90
Abb. 6-19: Extinktion im vorgekalkten Extrakt aus unterschiedlichen Dekanteurebenen bei unterschiedlichen Dekantationszeiten (Werk C, Kampagne 2004)	91
Abb. 6-20: Trübstoffe im Überlauf des Versuchsdekanteurs bei unterschiedlichen Volumenströmen (Werk C, Kampagne 2004).....	91
Abb. 6-21: Extinktion im vorgekalkten Extrakt aus unterschiedlichen Dekanteurebenen bei unterschiedlichen Dekantationszeiten (Werk B, Kampagne 2005).....	92
Abb. 6-22: Proben der unterschiedlichen Dekanteurebenen von unten (Probe 1) nach oben (Probe 5) und Überlauf (Klarsaft) bei unterschiedlichen Zulaufmengen	93
Abb. 6-23: Mikroskopische Aufnahme von Aggregatteilchen im vorgekalkten Extrakt ohne Flockungshilfsmittelzugabe	94
Abb. 6-24: Mikroskopische Aufnahmen von Aggregatteilchen im Unterlauf und Überlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2007.....	95
Abb. 6-25: Extinktion im Überlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2005	95
Abb. 6-26: Extinktion im Überlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2006	96
Abb. 6-27: Extinktion im Überlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in der Kampagne 2007	96
Abb. 6-28: Trockensubstanzgehalte im Unterlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007	97
Abb. 6-29: Die Temperaturen im Unterlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007	98
Abb. 6-30: pH-Werte im Unterlauf des Versuchsdekanteurs im Werk B in den Kampagnen 2005 bis 2007	99
Abb. 7-1: Invertzuckergehalt im gereinigten Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen.....	100
Abb. 7-2: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Alk _{HK} = 0,8 g CaO/100 ml)	101
Abb. 7-3: Glutaminverseifung eines Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Alk _{HK} = 0,8 g CaO/100 ml)	102

Abb. 7-4: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,6 \text{ g CaO/100 ml}$)	103
Abb. 7-5: Glutaminverseifung eines Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,6 \text{ g CaO/100 ml}$)	103
Abb. 7-6: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$)	104
Abb. 7-7: Glutaminverseifung eines Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$)	104
Abb. 7-8: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{hHK}} = 20 \text{ min}$)	106
Abb. 7-9: Glutaminverseifung eines Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{hHK}} = 20 \text{ min}$)	106
Abb. 7-10: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{hHK}} = 40 \text{ min}$)	107
Abb. 7-11: Glutaminverseifung des Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{hHK}} = 40 \text{ min}$).....	107
Abb. 7-12: Glutaminverseifung einer Modelllösung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{hHK}} = 60 \text{ min}$)	108
Abb. 7-13: Glutaminverseifung des Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen ($t_{\text{hHK}} = 60 \text{ min}$).....	108
Abb. 7-14: Glutaminverseifung nach dem SZ-RT-Extraktreinigungsverfahren sowie nach dem klassischen Extraktreinigungsverfahren.....	109
Abb. 7-15: Kalksalzgehalt im gereinigten Extrakt bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Modelllösung)	110
Abb. 7-16: Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Modelllösung)	111
Abb. 7-17: Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen (Extrakt).....	111
Abb. 7-18: Thermostabilität des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen.....	112
Abb. 7-19: Vergleich der Thermostabilitätswerte des klassischen Extraktreinigungsverfahrens (unterschiedliche Hauptkalkungsalkalität) mit dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren.....	113
Abb. 7-20: Temperatur-Verweilzeit-Korrelation in der Hauptkalkung	115
Abb. 7-21: Amidgehalte in technischen Lösungen aus der Extraktreinigung	117
Abb. 7-22: Glutaminverseifung bei unterschiedlichen Alkalisierungen des vorgekalkten Extraktes	118

Abb. 7-23: Glutaminverseifung bei unterschiedlichen Alkalisierungen des vorgekalkten und hauptgekalkten Extraktes.....	119
Abb. 7-24: Der Amidgehalt in technischen Lösungen.....	120
Abb. 7-25: Prinzip des weiterentwickelten SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens.....	121
Abb. 7-26: Farbe des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungstemperaturen und Hauptkalkungsdauern.....	122
Abb. 7-27: Umstellung der Kalkmilchzugabe von der heißen zur kalten Hauptkalkung im Werk C (exemplarisch).....	123
Abb. 7-28: Senkung der Farbe im gereinigten Extrakt und in der eingedickten Lösung durch Erhöhung der Alkalität in der kalten Hauptkalkung im Werk D (exemplarisch)....	123
Abb. 7-29: Einfluss der Extraktvoralkalisierung auf die Farbe des gereinigten Extraktes	124
Abb. 7-30: Einfluss der Extraktalkalisierung auf den Kalksalzgehalt des gereinigten Extraktes	125
Abb. 7-31: Einfluss der Extraktvoralkalisierung auf die Invertzuckerzunahme im Extrakt vor der Vorkalkung	126
Abb. 7-32: Einfluss der Extraktalkalisierung auf den FK-Wert der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonatation.....	126
Abb. 7-33: Bilder aus der Extraktvoralkalisierung im Werk C in der Kampagne 2006.....	127
Abb. 7-34: pH-Verlauf in der Vorkalkung vor und nach der Extraktvoralkalisierung ...	128
Abb. 7-35: Flockenbildung bei pH-Werten über 7,5	129
Abb. 7-36: Reduzierung der D-Milchsäurebildung während der Anwärmung durch Extraktvoralkalisierung.....	130
Abb. 8-1: FK-Werte unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten (Zusatz von Dextran, Lävan und Pektin jeweils 100 mg/l).....	131
Abb. 8-2: FK-Werte unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten bei Anwendung unterschiedlicher Extraktreinigungsverfahren (Zusatz von Dextran, Lävan und Pektin jeweils 100 mg/l).....	132
Abb. 8-3: Fließindex des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten und Extraktreinigungsverfahren	133
Abb. 8-4: Dynamische Viskosität des gereinigten Extraktes bei unterschiedlichen Hauptkalkungsalkalitäten und Extraktreinigungsverfahren.....	133
Abb. 8-5: Frostgeschädigtes Rübenmaterial	134
Abb. 8-6: FK-Werte unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten	135
Abb. 8-7: FK-Werte unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten bei Anwendung unterschiedlicher Extraktreinigungsverfahren	136

Danksagung

Herrn Prof. Dr. *B. Senge* (Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie FG Lebensmittelrheologie der TU Berlin) danke ich herzlich für die Überlassung des Themas und die kritischen Diskussionen zur Arbeit. Modernste rheologische Meßmethoden wurden mir zur Verfügung gestellt.

Des Weiteren möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. *E. Manzke* für die Übernahme des Korreferates und seine fachliche Unterstützung und bei Herrn Prof. Dr. L. W. *Kroh* für die Übernahme des Vorsitzes beim Promotionsausschuss danken.

Der Firma Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurt, insbesondere Herrn Dr. *A. Reinefeld* von der Zuckerfabrik Offstein sowie den Herren Dr. *M. Moser* und Dr. *D. Grill* von der Zentralabteilung Forschung, Entwicklung und Services (ZAFES) danke ich für die Themenstellung und die Unterstützung der Durchführung der analytischen und betrieblichen Versuche. Herrn Prof. Dr. *M. Kunz* danke ich für die wissenschaftliche Unterstützung.

Mein besonderer Dank gilt für die Unterstützung und Diskussionsbereitschaft den Herren Dr. *S. Frenzel* und Dr. *M. Ajdari Rad* sowie den Mitgliedern der Abteilung Allgemeine Verfahrenstechnik/Zuckertechnologie der ZAFES, insbesondere Herrn *G. Merkel*.

An dieser Stelle möchte ich den Herren *M. Weibel*, Dr. *S. Hammer*, Dr. *S. Mondel*, Dr. *S. Strampe* und *E. Aßmann* sowie den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der Zuckerfabrik Offstein für die Bereitstellung von Materialien und Laboreinrichtungen und für die Unterstützung der betrieblichen Untersuchungen danken.

Weiterhin danke ich Frau Dr. *S. Ehrhardt* und Herrn *H. G. Dattge* für die Durchführung der Analysen und allen Kolleginnen und Kollegen des FG Lebensmittelrheologie der TU Berlin, insbesondere Herrn Dr. *R. Blochwitz* für die technischen Untersuchungen.

Nicht zuletzt möchte ich ganz besonders herzlich meiner Familie danken. Ohne Ihre Unterstützung wäre es nicht möglich gewesen, diese Arbeit anzufertigen.

Lebenslauf

Personalangaben

Name und Vorname	Shahidizenouz Azar
Geburtsdatum	23.07.1960
Geburtsort	Karaj
Staatsangehörigkeit	Deutsch
Familienstand	Verheiratet, Mutter von zwei Kindern
Wohnsitz	Wormserstraße 1 67283 Obrigheim/Neuoffstein Tel: 06359-949503

Ausbildung

1966-1971	Grundschule in Karaj
1971-1974	Sekundärschule in Karaj
1974-1978	Gymnasium in Karaj
1979-1992	Studium an der Universität Teheran Lebensmitteltechnologie
12.07.1992	Abschluss des Studiums als Lebensmittelingenieur

Vorberufliche Praktika

09.1989-03.1990	Praktikum in der Zuckerfabrik Schirin
04.1990-06.1990	Praktikum im staatlichen Labor für Lebensmittelqualitätskontrolle
06.1990-08.1990	Praktikum in der Milchfabrik
08.1990-10.1990	Praktikum in der Konservierungsfabrik
10.1990-02.1991	Praktikum in der Zuckerfabrik Karaj

Berufserfahrungen

1992-1994	Mitarbeit im Labor für Lebensmittelqualitätskontrolle Universität Teheran
-----------	--

Fortbildungen

04.1996-09.1996	Deutschkurs im Herder-Institut der Universität Leipzig mit dem Abschluss der DSH Prüfung
09.1996-09.1997	Zuckertechnologisches Aufbaustudium an der TU Berlin
09.1997	Abschluss des zuckertechnologieschen Aufbaustudiums
10.1997-07.2002	Studium der Lebensmittel- und Gärungstechnologie mit der Vertiefung im Fachgebiet Zuckertechnologie an der TU Berlin
25.07.2002	Abschluss des Studiums als Dipl.-Ing. für Lebensmitteltechnologie
1997, 1998, 1999, 2000, 2001 & 2002	Praktikum bei der Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurt Werk Offstein
10.1998-09.2002	Tutor im Fachgebiet Zuckertechnologie der TU Berlin mit Unterrichtsaufgaben
01.2003	Beginn der Promotion an der TU Berlin
04.2003	Arbeit bei der Südzucker AG Mannheim/ Ochsenfurt Werk Offstein

-Thesen-

**Vorgelegt von
Dipl.-Ing. Azar Shahidizenouz
geboren im Iran**

**von der Fakultät III-Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -
genehmigte Dissertation**

Promotionsausschuss:

**Vorsitzender: Prof. Dr. rer. nat. L. W. Kroh
Gutachter: Prof. Dr. sc. techn. B. Senge
Gutachter: Prof. Dr. sc. techn. E. Manzke**

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 26.06.2008

Berlin 2008

D 83

1. Große Anstrengungen werden für die Einsparung des Kalkverbrauches und des Energieträgers (z. B. Koks) in der Extraktreinigung bei der Zuckerherstellung unternommen. Neuere Forschungsarbeiten zur Kalkeinsparung in der Extraktreinigung spielten in den letzten Jahren eine große Rolle.
2. Untersucht werden sollte das Applikationsverhalten des Messsystems (RHEOSWING® RSD 1-1) als Inline-Online-Sensor zur Erfassung der Extraktviskosität. Fehlmessungen entstehen durch Sensorblockade infolge Aufprall und Nichtaustrag von Grobteilchen und die Belagbildung auf dem Messsensor. Mit Hilfe eines Abscheidebehälters konnte die Abtrennung der Grobteilchen aus dem Extrakt (Rohsaft) vor dem Messsystem durchgeführt werden. Das erforderliche Reinigungsprogramm des Sensors konnte mit Hilfe von Warmwasser (je 4 h) erfolgreich durchgeführt werden. Damit sind der Abscheidebehälter und die Reinigung des Sensors für die Stabilität und Präzision der Messwertaufnahme von großer Bedeutung.
3. Der Einfluss von Strömungsgeschwindigkeit, Trockensubstanzgehalt, Temperatur und Kolloidgehalt auf die Viskosität wurden beim Extrakt ermittelt. Die ermittelten Extraktviskositäten bei unterschiedlichen Strömungsgeschwindigkeiten bestätigen das nicht-Newtonsche Verhalten des Extraktes bei geringerer Strömungsgeschwindigkeit. Es wurde anhand der ermittelten Viskositätsdaten aus der technischen Anlage und den Labordaten sowie den Untersuchungsergebnissen aus den Laborextraktreinigungsversuchen ein Auswertediagramm zur Interpretation des Viskositätssignals dargestellt. Mit Hilfe des Auswertediagramms ist es möglich, die unkritischen und kritischen Extraktviskositäten zu erkennen und für die Einbindung der Viskositätsdaten als Führungsgröße in das Prozessleitsystem zur Technologieführung in der Extraktgewinnung und Extraktreinigung zu nutzen. Das Viskositätssignal kann als mögliche Führungsgröße im Prozessleitsystem zur automatischen Kalkmilchdosierung für die Hauptkalkung verwendet werden. Es kann auch in Verbindung mit anderen Kalkmilch-Dosierungssystemen, z. B. LIMOS-Verfahren, eingesetzt werden.
4. Es wurde ein Superpositionsprinzip durch Zugabe von Lävän und Dextran in einer Saccharose-Pektin-Matrix festgestellt. Mit Hilfe von Laborextraktreinigungsversuchen mit einem Komponentengemisch von Lävän, Dextran und Pektin (je 100 mg/l) konnten die kritischen Hydrokolloidmengen für die unterschiedlichen Extraktreinigungsverfahren mit unterschiedlicher Hauptkalkungsalkalitäten festgestellt und zur Ermittlung des kritischen Viskositätslevels des Extraktes verwendet werden.

5. Die Optimierung der Sedimentation des vorgekalkten Extraktes wurde bei unterschiedlichen Temperaturen, Alkalitäten und Flockungshilfsmittelarten und -mengen im Labor- und technischen Masstab durchgeführt. Aus den ermittelten Ergebnissen konnte das Praestol 2540 TR (2 ppm) als optimales Flockungshilfsmittel für die Sedimentation des vorgekalkten Extraktes ermittelt werden. Eine akzeptable Trübung (Extinktion < 1 bei 530 nm) im Überlauf des Dekanteurs wird mit dem Einsatz der natürlichen Flockungshilfsmittel Defofloc 26 CG und ZFT 1220 allerdings erst bei einer 3-4fachen Dosierungsmenge gegenüber Praestol 2540 TR erreicht.
6. Unter Berücksichtigung einer Zeitreserve von ca. 20 % beträgt die erforderliche Sedimentationszeit im Werk B mit einer nicht optimalen Vorkalkung ca. 58 min und im Werk C mit einer optimalen Vorkalkung ca. 48 min. Diese erforderlichen Verweilzeiten sollen für die Berechnung eines großtechnischen Dekanteurs in den Werken mit einer optimalen oder nicht optimalen Vorkalkung berücksichtigt werden.
7. Die Sedimentationsversuche mit dem hochalkalisierten vorgekalkten Extrakt (Alk. = 0,4 g CaO/100 ml) zeigten eine Reduzierung der Extinktion (Trübung) im Überlauf des Dekanteurs. Die Hochalkalisierung des vorgekalkten Extraktes vor dem Dekanteur kann eine Reduzierung der Kontaminationsgefahr im Dekanteur, eine Erhöhung der Amidverseifung, eine Verbesserung der Qualität des gereinigten Extraktes und der eingedickten Lösung (Dicksaft) und eine Reduzierung des Kalkverbrauches hinsichtlich der Thermostabilität des gereinigten Extraktes verursachen.
8. Der Einfluss der Hauptkalkungstemperaturen ($\vartheta_{HK} = 75 - 95 \text{ }^\circ\text{C}$, ohne Einhaltung einer kalten Hauptkalkung) und der Hauptkalkungsdauer ($t_{HK} = 20 - 60 \text{ min}$) auf die Farbe des gereinigten Extraktes wurde quantifiziert. Bei einer Hautkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml und bei ausreichender Hauptkalkungstemperatur (von mindestens $85 \text{ }^\circ\text{C}$) und -dauer (von 60 min) kann ein guter Extraktreinigungseffekt erzielt werden.
9. Die rheologischen Untersuchungen mit gereinigten Extrakten aus den Extraktreinigungsversuchen mit unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen zeigten, dass bei einer Hautkalkungsalkalität von 0,8 g CaO/100 ml und bei höheren Hauptkalkungstemperaturen (von $95 \text{ }^\circ\text{C}$) und -dauer (von 40 und 60 min) die Reinigungseffekte im Vergleich zu einer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml bei geringeren Temperaturen (von $75 \text{ }^\circ\text{C}$) verbessert werden können.
10. Aus den Untersuchungen zur Amidverseifung bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen konnte die erforderliche Temperatur-Verweilzeit-

Korrelation in der Hauptkalkung mit geringerem Kalkeinsatz ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,4 - 0,8 \text{ g CaO/100 ml}$ und $\vartheta_{\text{HK}} = 75 - 95 \text{ }^\circ\text{C}$) für einen optimalen Invertzuckerabbau und eine optimale Amidverseifung ermittelt und mathematisch quantifiziert werden. Aus den ermittelten Ergebnissen hinsichtlich der Erhöhung der Amidverseifung innerhalb des Dekanteurs wurde eine neue Entwicklungsidee für das SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren entwickelt.

11. Der Dekanteur wird hinter die kalte Hauptkalkung und einem Hauptkalkungsanwärmer, der den hauptgekalkten Extrakt auf $75 \text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt, verschoben. Damit erfüllt der Dekanteur eine Doppelfunktion: Zum einen erfüllt er seine organische Aufgabe des Absetzens der eiweißhaltigen Fraktion, zum zweiten bietet er die erforderliche Verweilzeit, die für eine optimale Amidverseifung bei einer Hauptkalkungsalkalität von $0,4 \text{ g CaO/100 ml}$ notwendig ist. Der Gesamtkalkverbrauch des bisherigen Konzeptes ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,6 \text{ g CaO/100 ml}$) des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens kann (siehe Kapitel 7.9) um ca. 5 kg/t R. ($\text{Alk}_{\text{HK}} = 0,4 \text{ g CaO/100 ml}$) reduziert werden. Diese neue Entwicklungsidee für die Optimierung des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens wurde patentiert („Rohsaftreinigung mit reduziertem Kalkverbrauch“, Erteilung am 20.12.2007, Patent-Nr. DE 102006004103 B4, siehe Seite 152).
12. Es wurde eine Glutaminverseifung von ca. $20,2 \%$ in der heißen Hauptkalkung des Werkes B ($\text{Alk}_{\text{hHK}} = 0,86 \text{ g CaO/100 ml}$, $t_{\text{hHK}} = 18 \text{ min}$) festgestellt. In dem Dekanteur, trotz geringerer Alkalität ($\text{Alk}_{\text{VK}} = 0,26 \text{ g CaO/100 ml}$) wurde eine Glutaminverseifung von ca. $21,1 \%$ ermittelt. In dem Dekanteur mit einer Alkalität von $0,40 \text{ g CaO/100 ml}$ wurde eine Glutaminverseifung von ca. $38,9 \%$ ermittelt.
13. Nach der Durchführung einer heißen Hauptkalkung ($\text{Alk}_{\text{hHK}} = 0,40 \text{ g CaO/100 ml}$, $\vartheta_{\text{hHK}} = 85 \text{ }^\circ\text{C}$ und $t_{\text{hHK}} = 20 \text{ min}$) mit dem Überlauf aus dem Dekanteur wurde eine Gesamtglutaminverseifung von ca. $93,5 \%$ ermittelt. Diese Ergebnisse bestätigen die Laborextraktreinigungsversuche zur Optimierung der Hauptkalkung bei geringerem Kalkverbrauch hinsichtlich des Invertzuckerabbaus und der Amidverseifung (siehe Kapitel 7.1, 7.2.1 und 7.2.2).
14. Der Thermostabilitätstest mit den gereinigten Extrakten aus den Laborextraktreinigungsversuchen bei unterschiedlichen Hauptkalkungsbedingungen zeigte, dass die Thermostabilität des gereinigten Extraktes beim klassischen Extraktreinigungsverfahren von der Hauptkalkungsalkalität abhängig ist und sich mit steigenden Hauptkalkungsalkalitäten verbessert.

15. Die vorhandene Dekantationszeit ($t_{\text{Dek}} = 60 \text{ min}$; $\vartheta_{\text{Dek}} = 75 \text{ °C}$) im SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren führte zur Verstärkung der Amidverseifung (siehe Kapitel 7.2) und der Verbesserung der Thermostabilität des gereinigten Extraktes bei geringer Hauptkalkungsalkalität von 0,4 g CaO/100 ml.
16. Es konnte ein signifikanter Einfluss der Extraktvoralkalisierung auf die Farbe des gereinigten Extraktes festgestellt werden. Der einzustellende optimale pH-Wert des Extraktes vor der Anwärmung ist temperaturabhängig. Diese Abhängigkeit wurde quantifiziert. Das Verfahren erleichtert die Einbringung der erforderlichen Alkalität bei „überfahrenen“ (zu kleinen) Vorkalkungsanlagen und reduziert die mikrobiologischen Tätigkeiten im Bereich der Extraktwärmeaustauscher.
17. Die Extraktvoralkalisierung kann mit Hilfe des hauptgekalkten Extraktes, der Kalkmilch oder Natronlauge durchgeführt werden. Die höheren pH-Werte (über 7,5 - 8,0) beim Einsatz von Kalkmilch oder hauptgekalktem Extrakt führen zur Flockenbildung mit Verschlechterung der Sedimentations- und Filtrationseigenschaften der Calciumcarbonatsuspension der 1. Carbonation. Die Extraktvoralkalisierung mit Hilfe der Natronlauge führte zu keiner Flockenbildung.
18. Die Laborextraktreinigungsversuche mit Extrakten aus gezielt frostgeschädigtem Rübenmaterial bestätigen der Effizienz des SZ/RT-Extraktreinigungsverfahrens im Vergleich mit anderen Maßnahmen (wie z. B. der Dextranaseinsatz, die Erhöhung des Kalkverbrauches sowie die Kalkungscarbonation). Mit dem SZ/RT-Extraktreinigungsverfahren ist es möglich, bei verlängerten Rübenkampagnen alteriertes Rübenmaterial erfolgreich zu verarbeiten.