

(19) Országkód:

HU



MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

SZOLGÁLATI TALÁLMÁNY

(21) A bejelentés száma: 829/89
(22) A bejelentés napja: 1989.02.21.

(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1991.06.28. SZKV 91/06

(11) Lajstromszám:

203 258 A

(51) Int. Cl.⁵

C 13 K 11/00

(72) Feltalálók:

Smelik, Andrej, Pozsony (CS)
dr. Vukov Konstantin, Budapest (HU)
dr. Bartha József, Budapest (HU)
dr. Sümegi József, Nemesnádudvar (HU)
dr. Takács István, Budapest (HU)
Beszedics Gyula, Budapest (HU)

(73) Szabadalmazók:

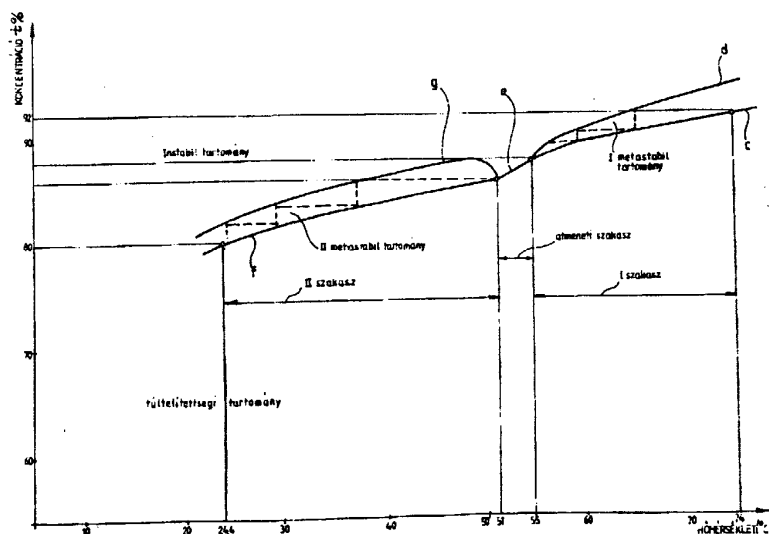
Richter Gedeon Vegyészeti Gyár Rt.,
Budapest (HU)
Hosszúhegyi Mezőgazdasági Kombinát,
Sükösd (HU)
Slovenská Vysoká Skola Technická
v. Bratislava, Pozsony (CS)

(54) **Eljárás fruktóz vizes oldatából fruktózkristályok előállítására**

(57) KIVONAT

A kristályosítást két egymástól függetlenített szakaszban – I, II – egymástól eltérő paraméterekkel végzik. A kristályosítási szakaszok – I, II – közötti átmeneti szakaszban gyorsítást alkalmaznak, ekkor a hőfokesés mintegy 8,0 °C/h. A magasabb hőmérséklet-tartományú kristályosító szakaszban – I – a hőmérséklet-változás és koncentrációváltozás viszonyát 4,8–5,5 °C/t%-

ra választják, legalább három hűtési lépcsőben hajtják végre a kristályosítást 1,5–2,0 °C/h hűtési sebességgel. A kisebb hőmérséklet-tartományú kristályosítási szakaszban – II – a hőmérséklet-változás és a koncentrációváltozás viszonyát 3,8–4,5 °C/t%-ra választják, legalább négy hűtési lépcsőt alkalmaznak, és a hűtést 1,2–1,5 °C/h sebességgel végzik.



2. ábra

A leírás terjedelme: 6 oldal (ezen belül 2 ábra)

A találmány fruktóz vizes oldatából fruktózkristályok előállítására szolgáló eljárásra vonatkozik.

A fruktóznak a táplálkozásban betöltött fontos szerepe közismert, előállítására többféle nyersanyagot használnak, nevezetesen szaharózt, vagy kristályos formában, vagy pedig oldatban, például melaszban; izomerizált keményítő szörpöt (izomerózt), valamint inulint, amelyet csicsókagumó kivonatolása után nyernek. Az ilyen inulin hidrolizátumában az összes cukor 70–85 t% fruktózból áll.

A fent felsorolt nyersanyagokból, illetve azok hidrolizátumaiból a kristályosításra alkalmas nagy tisztaságú oldatok előállítása történhet elválasztási eljárással, komplex képzési eljárással, valamint enzimes eljárással. A gyakorlatban az elválasztási eljárásoknak van jelentőségük, amelyek közül az iparban két módszer honosodott meg: a fruktóz lecsapása kalcium-fruktozát formájában, valamint az oszlopkromatográfiás szelektív elválasztás.

A kristályosításra szánt fruktózoldattól általában megkövetelik, hogy szárazanyag-tartalmának legalább a 95%-át fruktóz képezze, és ne tartalmazzon kristályosítást gátló (nagyobb molekulatömegű) szennyeződések.

Fruktózoldatból kristályosítással való kinyerésére irányuló eljárások ismerhetők meg például az 1163307. és a 2015571. számú NSZK, az 505202. számú svájci, a 407947. számú szovjet, a 4246347. számú USA, a 2154951. számú francia, valamint a 7332661. számú japán szabadalmi leírásokból. Ezek szerint az oldatot nagymértékben – általában 1–5% víztartalomig – besűrítik, majd alkohollal való összekeverés után hőkezeléssel választják ki a kristályokat. A felsorolt szabadalmi leírásokban ismertetett megoldások a besűrítés mértéke, az alkohol neme (metanol, etanol, propanol) és aránya, a kristályokkal való beoltás módja, valamint a hőmérséklet-vezetés tekintetében térnek egymástól.

A 166641. számú magyar szabadalmi leírásból megismerhető megoldás szerint megfelelő tisztaságú, és megfelelő szárazanyag-tartalomra besűrített fruktózoldathoz – amelynek a hőmérséklete ekkor az éppen telített, vagy enyhén telítetlen állapotnak felel meg – meghatározott módon számított mennyiségű oltókristály hozzáadásával indítják meg a kristályosítást. A továbbiakban a műveletet úgy folytatják, hogy a péphez újabb besűrített fruktózoldatot adagolnak, közben a pépet hűtik. Végül az anyaszörpöt a kristályokat szűrőcentrifugával választják le.

A 174513. számú magyar szabadalmi leírás tárgya a fenti módszer továbbfejlesztésének tekinthető technológia, és tartalmazza az oldat pH-jára, a fruktózoldat telítettségét előidéző hőmérséklet-tartományára, az oltókristályok mennyiségére és egyéb paraméterekre vonatkozó pontosított adatokat. A túltelítési tényezőt a hűtés során 1,1–1,2 között tartják.

A fent ismertetett megoldások hátránya, hogy a bonyolult hűtési (kristályosítási) szabályozás ellenére sem kerülhető el a pépnek a kristályosítás során a labilis tartományba kerülése, aminek az a következménye,

hogy az oldott fruktóz ellenőrizhetetlenül, robbanásszerűen válik ki, mégpedig általában a hűtőfelületre, ami a hőátadás hatékonyságát a hűtés során jelentősen rontja. A hűtőfelület csak bonyolult műszaki megoldással újítható meg. A kristályosítás időtartama (az üzemeltetési idő) meglehetősen hosszú, általában 48–72 óra között van; a kristályosító berendezések bonyolultak, általában szakaszos üzemvitelűek, az eljárások gazdaságtalanok, és meglehetősen nagy az energiaigényük. A kristályok elonytelenül kis méretűek; az átlagos kristálméret 500–600 µm között van.

A vizes oldatokból való kristályosítás nehézségeinek a kiküszöbölésére olyan technológiát is kifejlesztettek, amelynek során a fruktózt száraz, részben kristályos, szabadon gördülő szemcsékké alakítják. E technológiát főként jelentős glukóztartalmú elegyek kristályosítására alkalmazzák. A 2333513. számú NSZK szabadalmi leírás szerint erősen besűrített glukóztartalmú fruktózoldatokba fruktóz és esetleg glukózkristályokat kevernek, majd száraz levegő ráfúvatásával az oldatot mintegy „rászárítják” az „oltó” kristályokra. Hasonló eljárást tartalmaz a 2426437. számú szabadalmi leírás is. Az ilyen megoldások hátránya, hogy mind műveleti, mind eszközoldalról tekintve bonyolultabbak és drágábbak – már csak a hordozóanyag (segédanyag) szükségessége miatt is – mint az oldatból való kristálykinyerésen alapuló módszerek.

A találmány feladata, hogy olyan kristályosítási eljárást szolgáltatson, amelynek segítségével rövid idő alatt, egyszerű műszaki eszközökkel nagy szemcseméretű kristályok nyerhetők úgy, hogy a kristályosodás folyamata mindig a metastabil tartományban maradjon, tehát ne következhessek be a kristályok robbanás- és véletlenszerű kiválása, ily módon üzemzavar, valamint kisméretű kristályképződés.

A találmány azon a felismerésen alapszik, hogy a fruktóz egyensúlyiállapot-görbéjének van egy olyan hőmérséklet-tartománya, ahol nincs metastabil tartomány. Itt csak egy szakasza van a görbének, és ettől kétoldalt a metastabil tartományt határoló alsó és felső görbeszakaszok különböző alakú és méretű területeket – metastabil tartományokat – fognak közre. A kristályosítási műveletet e metastabil tartományok különbözőségének megfelelően megválasztott, egymástól eltérő paraméterekkel, a metastabil tartományokon belül maradván folytatni, ahol pedig a metastabil tartomány hiányzik, vagyis az átmeneti szakaszban a kristályosítási folyamatot meg kell szakítani, miáltal elkerülhető a kristályosodás nem kívánatos, robbanásszerű bekövetkezése.

E felismerések alapján a kitűzött feladatot a találmány értelmében olyan eljárás segítségével oldottuk meg, amelynek során az oldatot besűrítjük, a besűrített oldatot kis szemcseméretű fruktózkristályok adagolásával beoltjuk; a beoltott oldatból hűtéssel kristályokat választunk ki, és azokat a folyékony fázistól elkülönítjük, és amely eljárásra az jellemző, hogy

– a hűtéssel történő kristályosítás folyamatát megszakítva két, egymástól függetlenül különálló szakaszban hajtjuk végre a kristályok kiválasztását;

– a magasabb hűtési hőmérséklet-tartományba eső kristályosítási szakaszban a hőmérséklet-változás és koncentrációváltozás viszonyát, vagyis egy-egy hűtési lépcsőt 4,8–5,5 °C-ra* választjuk, és legalább három hűtési lépcsőt alkalmazunk;

– az alacsonyabb hűtési hőmérséklet-tartományba eső kristályosítási szakaszban a hőmérséklet-változás és a koncentrációváltozás viszonyát, vagyis egy-egy hűtési lépcsőt 3,8–4,5 °C/%-ra választjuk, és legalább négy hűtési lépcsőt alkalmazunk;

– a hűtést a magasabb hűtési hőmérséklet-tartományba eső kristályosítási szakaszban 1,5–2,0 °C/h, a kisebb hűtési hőmérséklet-tartományba eső kristályosítási szakaszban 1,2–1,5 °C/h sebességgel végezzük, az átmeneti szakaszban pedig a hőfokesést legalább 7,0 °C/h, előnyösen mintegy 8,0 °C/h értékre állítjuk be.

Az eljárás egy előnyös fogantatási módja szerint a kristályosítás első szakaszát mintegy 74 °C hőmérsékleten kezdjük meg és mintegy 55 °C hőmérsékleten fejezzük be, a második kristályosítási szakaszt pedig mintegy 51 °C hőmérsékleten indítjuk el 20–25 °C közötti hőmérsékleten fejezzük be.

A találmányt a továbbiakban a csatolt rajzok alapján ismertetjük részletesen, amelyek oldatok egyensúlyi állapotgörbéit tartalmazzák. A rajzokon az 1. ábrán oldatok szokásos egyensúlyi állapotgörbéje látható;

a 2. ábrán a fruktóz vizes oldatának az egyensúlyi állapotgörbéjét tüntettük fel.

Az 1. ábrán feltüntetett görbe oldatok koncentrációjának a hőmérséklet függvényében történő változását érzékelteti; függetlenül a mindenkori oldat anyagtól, az egyensúlyi állapotgörbe jellege az esetek túlnyomó részében az 1. ábra szerintinek megfelelő. A görbe *a* alsó szakasza az egyensúlyi állapot alsó, a *b* felső szakasza pedig a felső határt reprezentálja. A *b* alsó görbeszakasz – más szóval: a túltelítési vonal – alatti túltelítési tartományban a szilárd fázis a folyadékban oldott állapotban van. Ebben a tartományban a kristályosítás – például oltókristályok bevitelével – megindítható. A *b* felső görbeszakasz feletti tartomány instabil (labilis). Ebben a tartományban a kristályképzés nem befolyásolható, ezért a hűtési technológiával végzett kristályosítás során általában ügyelnek arra, hogy a *b* felső görbeszakasz fölé ne kerüljenek. Az instabil tartományban ugyanis a kristályosodás robbanásszerűen következik be, az anyag a berendezés falára ragad, ami üzemviteli és egyéb problémákat okoz. A kristályosítási műveletet tehát az *a* és *b* görbeszakaszok által határolt mestabil tartományban kell lefolytatni, ahol az oldatból a kristályok irányíthatóan, befolyásolhatóan választhatók ki. Az 1. ábra szerinti esetben például 60 °C-ról 40 °C-ra lehűtve az oldatot, annak koncentrációja 100 mg/l-ről 60 mg/l-re csökken, tehát a kivált kristályok mennyisége 40 mg. Mivel az 1. ábra szerinti görbe esetében a

koncentráció függése a hőmérséklettől monoton, így a hűtés folyamatosan, megszakítatlanul végezhető.

A fruktóz egyensúlyi állapotgörbéje (más szóval: oldhatósági görbéje) – amint 2. ábrán látható – az 1. ábra szerinti általános oldattelítési görbétől eltér, és – ismereteink és felismerésünk szerint – csak a fruktózra jellemző, sajátos alakokkal rendelkezik. A telített fruktózoldat koncentrációja a hőmérséklettől nem monoton függ, hanem egy szűk hőmérséklet-tartományban, nevezetesen 51 °C és 54 °C között csak egy szakasza van a görbének, amelyet a 2. ábrán *e* hivatkozási betűvel jelöltünk. Ettől jobbra és balra is két-két, *c*, *d*, illetve *f*, *g* görbeszakasz van, amelyek az I. metastabil tartományt, illetve a II. metastabil tartományt határolják, ahol az *e* görbeszakasz húzódik, nincs metastabil tartomány.

Az I. metastabil tartományokat határoló *d* és *g* felső görbeszakaszok és az *e* átmeneti görbeszakasz feletti tartomány instabil (labilis), a *c* és *f* alsó görbeszakaszok és az *e* átmeneti görbeszakasz alatt pedig túltelítési tartomány húzódik. Az I. metastabil tartományt és az instabil tartományt elválasztó *d* felső görbeszakasz – amint ez a 2. ábrán jól látható – érzékelteti, hogy a telített oldat koncentrációja a hőmérséklet csökkenésével hirtelen csökken, 55 °C-nál megy át az *e* átmeneti görbeszakaszba, majd a koncentráció 51 °C-tól ismét hirtelen emelkedik, amit a *g* felső görbeszakasz érzékeltet.

A találmány szerinti hűtési kristályosítási eljárást a 2. ábrán látható oldhatósági görbe figyelembevételével úgy hajtjuk végre, hogy annak monoton két szakaszában – a 2. ábra szerinti I. szakaszban és a II. szakaszban – az instabil (labilis) tartomány határgörbéinek, vagyis a *d* és a *g* felső görbeszakaszoknak az érintésének elkerülése biztosítva legyen. Ez a következő intézkedésekkel érhető el:

A két szakaszban a kristályosításhoz szükséges hőelvonást, vagyis a hűtést egymástól függetlenüljük, és az átmeneti szakaszban a hűtést, vagyis a kristályosítást szüneteltetjük. Ez azt jelenti, hogy a kristályosítási műveletet két különálló – egymással például hőcserélő útján összekötött – kristályosító berendezésben kell végrehajtani, vagy pedig olyan – például a 184674. számú magyar szabadalmi leírásban ismertetett berendezésben, ahol a kristályosítási szakaszok és az átmeneti szakasz egymástól különválaszthatók. Egyetlen hagyományos kristályosító berendezésben belül ugyanis nem hozhatók létre eltérő hőmérsékletű kristályosítási tartományok, illetve nincs lehetőség a kristályosítási művelet szüneteltetésére.

A 2. ábra szerinti görbéről kitűnően az optimális fruktózkristályosításnak további feltétele a hőmérséklet-változás (°C) és koncentrációváltozás (t%) viszonyának – más szóval: egy-egy hűtési lépcsőnek – az I. és II. metastabil tartományok alakjához történő igazítása, valamint a hűtési lépcsők számának megfelelő megválasztása. Eszerint:

– az I. szakaszban egy-egy hűtési lépcső 4,8–5,5 (°C/%) között van, a hűtési lépcsők száma pedig legalább három;

* A koncentráció minden esetben tömeg%-ban értendő.

- a II. szakaszban egy-egy hűtési lépcső 3,8–4,5 (°C/h) között van, a hűtési lépcsők száma pedig legalább négy.

Jelentősége van a hűtési sebesség, vagyis a hőfok-
esés (°C/h) megválasztásának – szabályozásának – is, amit a találmány értelmében a következőképpen vég-
zünk:

- az I. szakaszban: 1,5–2,0 (°C/h),
- a II. szakaszban: 1,2–1,5 (°C/h),
- az átmeneti szakaszban: legalább 7,0 (°C/h), előnyö-
sen 8,0 (°C/h). Ilyen nagy hőfokesés mellett az oldat-
ból legfeljebb minimális, az egész kristályosítási fo-
lyamatot nem zavaró mennyiségű kristály válik ki,
például a két berendezést összekötő hőcserélőben.

A hűtési lépcsőket a 2. ábrán a metastabil tartomá-
nyokba szaggatott vonallal rajzoltuk be.

A találmányt a továbbiakban példa kapcsán, a 2.
ábra szerinti oldhatósági görbére is hivatkozva ismer-
tetjük részletesen.

A fruktózoldatot – önmagában ismert módon
74 °C-ot meg nem haladó hőmérsékleten $90 \pm 2,0\%$ tö-
megkoncentrációjára sűrítjük be.

A besűrítéből kilépő metastabil túltelítettségi álla-
potban levő fruktózoldatot azonnal beoltjuk kisméretű
fruktózkristályokkal. Az oltókristályoknak az oldat-
hoz adása bármilyen, önmagában ismert módszer-
rel történhet. Célszerű a besűrítéből kifolyó sűrít-
ménybe folyamatosan bekeverni az oltókristályokat;
ilyeneként előnyösen valamely korábbi kris-
tályosítási művelet során nyert fruktózkristályok szí-
tán való osztályozása során áthullott apró frakció ke-
rülhet alkalmazásra, de felhasználhatók aprított vagy
bármely más módon előkészített fruktózkristályok is.

A beoltott tömény oldatot 74 °C-os hőmérsékleten
tartva bejuttatjuk a kristályosító berendezés első tag-
jába, ahol a 2. ábrán feltüntetett I. szakaszhoz megfe-
lelő hűtést hajtjuk végre. Az oldat hőmérsékletét itt
három lépcsőben (lásd a szaggatott vonalat az I. metas-
tabil tartományban), 12 órás időtartam alatt 55 °C-ra
csökkentjük. Egy lépcsőben a koncentráció csökkené-
sét előidéző átlagos hőfokesés mintegy 5,0 °C/%. Eb-
ben a magasabb hőmérséklet-tartományú kris-
tályosítási I. szakaszban a kristálykiválás megkezdő-
dik. Ebben az I. szakaszban már csak azért is célszerű a
hőmérséklet gyors csökkentése, mert az oldott fruktóz
nagyobb hőmérsékleten gyorsan képes bomlani, fő-
ként ha bomlást katalizáló szennyezőanyagok, például
elektrolitok, különösen hidroxilionok, valamint na-
gyobb koncentrációjú hidrogénionok vannak jelen.

E megfontolások alapján az I. szakasz kezdeti idő-
szakában – például egy több tagot tartalmazó hűtő-
kristályosító berendezés első tagjában a hűtési sebes-
séget 2,0 °C/h-ra, az I. szakasz további folyamatában
pedig 1,5 °C/h-ra állítjuk be.

Az 55 °C-ra lehűtött oldatot – ekkor már kris-
tályagyot – keresztülvezetjük egy – például hőcserélő
által alkotott – átmeneti szakaszon (lásd a 2. ábrát),
ahol olyan sebességű hűtési műveletet végzünk, ami
mellett új kristályok nem, vagy legfeljebb gyakorlati-
lag elhanyagolható mennyiségben képződnek. Ebben

az átmeneti szakaszban (gyorshűtő szakaszban) a kris-
tályagy hőmérsékletét 0,5 óra alatt 55 °C-ról 51 °C-ra
csökkentjük.

Az átmeneti szakaszból (például hőcserélőből) a
kristályagyot a kristályosító berendezés alacsonyabb
hőmérséklet-tartományú kristályosító II. szakaszába
juttatjuk, ahol az anyagot négy hűtési lépcsőben (lásd
a szaggatott vonalat a 2. ábrán a II. metastabil tarto-
mányban) 18 órás időtartamon keresztül 51 °C-ról
24,4 °C-ra hűtjük. Egy-egy lépcsőben a koncentráció-
csökkentésre vonatkoztatott hőmérsékletesés
4,0 °C/%. A II. szakaszban a kívánt méretre beállított
kristályok kiválása befejeződik.

A kristályosító berendezésből 24,4 °C hőmérsékle-
ten kilépő kristályagyot ismert módon – például szű-
rócentrifugán – kezelve elválasztjuk a kristályokat sz
oldat folyékony fázisától, majd kis mennyiségű hideg
vízzel lemoszuk a kristályokra tapadó oldatot. Ezt kö-
vetően a kristályokat levegővel szárítjuk. A szárítás-
hoz célszerűen 30%-ot meg nem haladó páratartalmú,
és kb. 45 °C hőmérsékletű levegőt használunk.

A fázisválasztási művelet eredményeként ke-
letkezett – például a szűrőcentrifugából távozó – fo-
lyadék (anyalúg) koncentrációja mintegy 80 tömeg%.
Ez az anyag pl. az élelmiszeriparban önmagában is-
mert módon felhasználható.

A kristályosítási szakaszokban az oldat túltelített-
ségének a megfelelő szabályozása a hőmérséklet, vala-
mint a koncentráció folyamatos, pontos mérésen ala-
pul. A mérések önmagában ismert módon és eszközök-
kel végezhetők. A koncentráció mérése például a tö-
résmutató mérésén alapulhat, a tömény fruktózolda-
tok törésmutatójának és a cukorrefraktométer foká-
nak a koncentrációtól való függése ismert.

A találmányhoz fűződő előnyös hatások a követke-
zőkben foglalhatók össze:

Az eljárással kapott kristályok minősége kiváló, a
végtermék átlagos szemcsemérete nagy, 600–
1200 µm között van. A kristályos fruktóz gördülé-
keny, jól adagolható, higroszkóposága kedvező. A
kristályosítási művelet időtartama a hasonló célú is-
mert eljárásokéval összevetve rövid, mintegy 30,5 óra.
E ténynek, valamint a többlépcsős hőelvonásnak kö-
szönhetően a művelet energiatakarékos, az ismert
megoldásokhoz képest mintegy 15–20%-kal kevesebb
hidegenergia felhasználására van szükség. A berende-
zés üzembiztos, mivel robbanásszerű kristályképződés
nem következhet be, anyag nem ragadhat a kris-
tályosító berendezés falára sem, ami üzemzavarokhoz
vezethetne.

A találmány természetesen nem korlátozódik a fen-
tekben részletezett példára, hanem az igénypontok ál-
tal definiált oltalmi körön belül másként is megvaló-
sítható.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás fruktóz vizes oldatából kristályok kivá-
lasztására, amely eljárás során az oldatot besűrítjük, a
besűrített oldatot kis szemcseméretű fruktózkristá-

lyok adagolásával beoltjuk; a beoltott oldatból hűtessel kristályokat választunk ki, és azokat a folyékony fázistól elkülönítjük, *azzal jellemezve, hogy*

– a hűtessel történő kristályosítás folyamatát megszakítva két, egymástól függetlenített, különálló szakaszban – I, II – hajtjuk végre a kristályok kiválasztását;

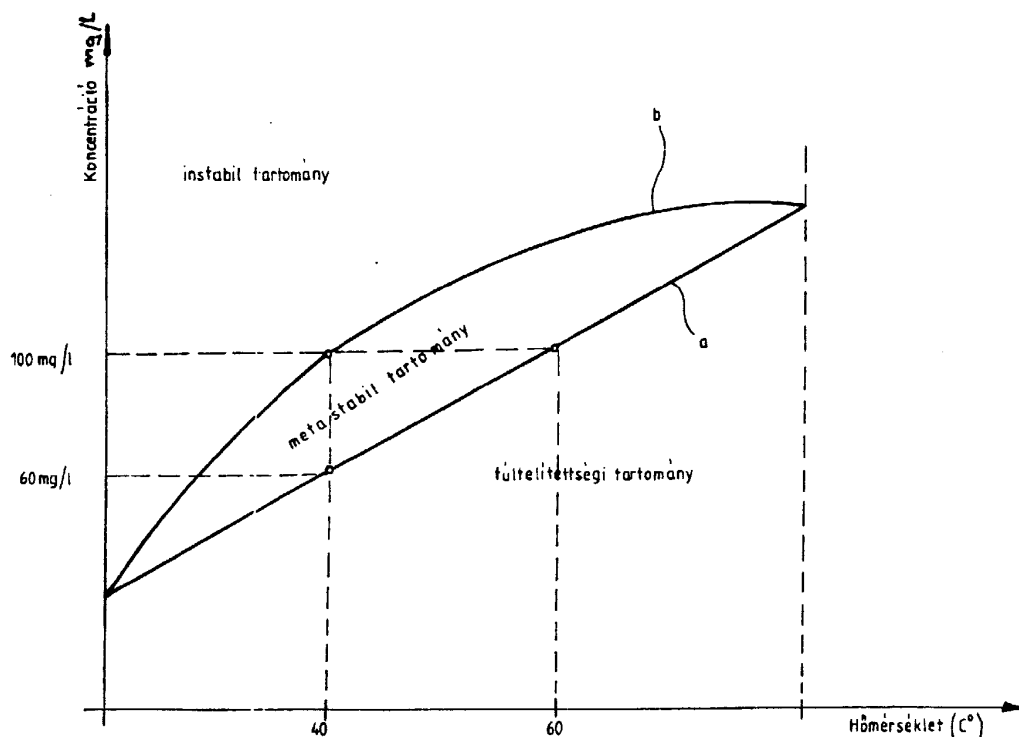
– a magasabb hűtési hőmérséklet-tartományba eső kristályosítási szakaszban – I – a hőmérséklet-csökkenés – $^{\circ}\text{C}$ – és koncentrációcsökkenés – $\text{t}\%$ – viszonyát, vagyis egy-egy hűtési lépcsőt $4,8\text{--}5,5\text{ }^{\circ}\text{C}/\%$ között tartjuk, és legalább három hűtési lépcsőt alkalmazunk;

– az alacsonyabb hűtési hőmérséklet-tartományba eső kristályosítási szakaszban – II – a hőmérséklet-csökkenés – $^{\circ}\text{C}$ – és a koncentrációcsökkenés – $\text{t}\%$ – viszonyát, vagyis egy-egy hűtési lépcsőt $3,8\text{--}4,5\text{ }^{\circ}\text{C}/\%$

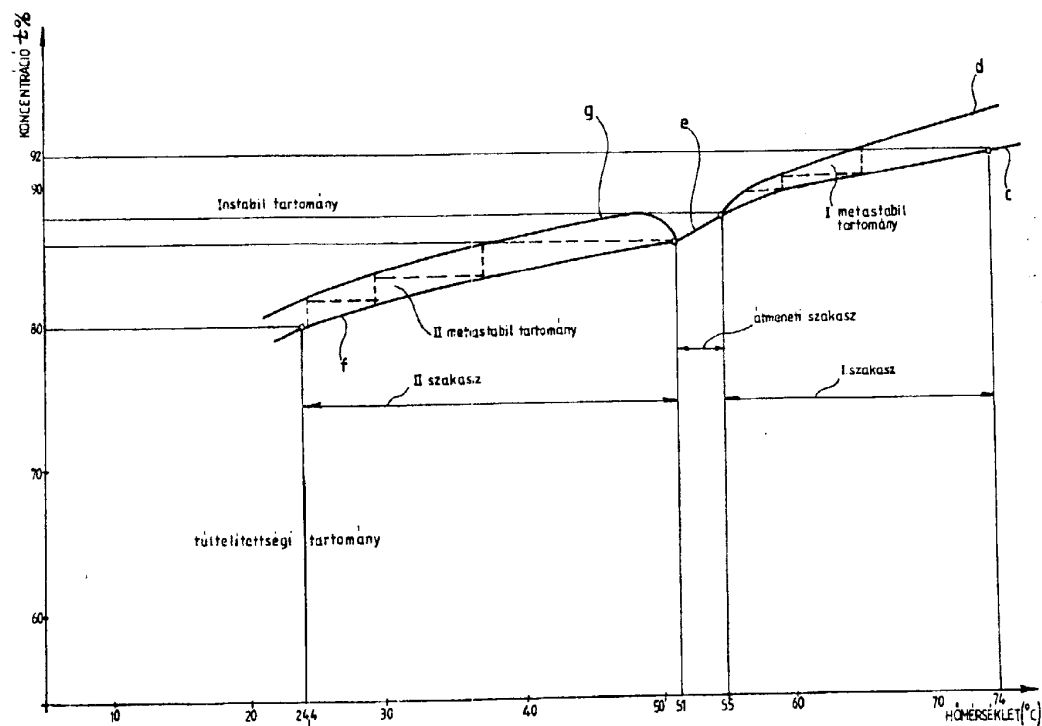
között tartjuk, és legalább négy hűtési lépcsőt alkalmazunk;

– a hűtést a magasabb hűtési hőmérséklet-tartományba eső kristályosítási szakaszban $1,5\text{--}2,0\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$, a kisebb hűtési hőmérséklet-tartományba eső kristályosítási szakaszban $1,2\text{--}1,5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ sebességgel véghez-
5 zük, az átmeneti szakaszban pedig a hőfokcsökést legalább $7,0\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$, előnyösen mintegy $8,0\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ értékre állítjuk be.

10 2. Az 1. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy a kristályosítás első szakaszát – I – $74\text{ }^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten kezdjük meg és $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten fejezzük be, a második kristályosítási szakaszt – II – pedig $51\text{ }^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten indítjuk el $20\text{--}25\text{ }^{\circ}\text{C}$ közötti hőmérsék-
15 leten fejezzük be.



1. ábra



2. ábra

Kiadja az Országos Találmányi Hivatal, Budapest
A kiadásért felel: dr. Szvoboda Gabriella osztályvezető
ARCANUM Bt. – BUDAPEST