



F10000939708



SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen(B) (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLAGGNINGSSKRIFT 93970C (15) Patentti myönnetty
Patent meddelat 26 06 1995

(51) Kv.1k.6 - Int.cl.6

C 13K 11/00

(21) Patentihakemus - Patentansökning	895842
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	07.12.89
(24) Alkuperäpäivä - Löpdag	07.12.89
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	13.06.90
(44) Nähtävaksipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	15.03.95
(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet	
12.12.88 US 283188 P	

(71) Hakija - Sökande

1. Archer Daniels Midland Company, Box 1470, Decatur, Ill. 62525, USA, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Binder, Thomas P., 2231 13th Avenue N, Clinton, Ia. 52732, USA, (US)
2. Logan, Robert M., 553 Scenic Drive, Clinton, Ia. 52732, USA, (US)

(74) Asiamies - Ombud: Oy Kolster Ab

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä fruktoosin jatkuvaksi kiteyttämiseksi
Förfarande för kontinuerlig kristallisering av fruktos

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee menetelmää fruktoosin kiteyttämiseksi veteen ja alkoholin seoksista. Menetelmän ensimmäisessä vaiheessa syötetään kuuma, fruktoosia sisältävä syöttövirta haihdutuslaitteeseen, joka välittömästi jäädyttää syöttövirran kiteytymisprosessin aloittamiseksi. Tämän jälkeen sekoitetaan alkoholia kiteytyvään syöttövirtaan eli magmaan ja saatu seos jäädytetään lineaarisesti pitkäkhön ajanjakson kuluessa. Kiteytetty aine kootaan tämän jälkeen, suodatetaan ja kuivataan. Saadut kiteet lajitellaan sen jälkeen koon mukaan. Järjestelmässä ei tarvita lainkaan ymppeystä tai tuotteen kierrättämistä kiteytymisprosessin aloittamiseksi.

Uppfinningen avser ett förfarande för kristallisering av fruktos ur blandningar av vatten och alkohol. I ett första steg av förfarandet matas en varm fruktosström in i en avdunstningsmaskin, vilken omedelbart avkyler den inmatade strömmen för inledande av kristallisationsprocessen. Sedan inblandas alkohol i den kristalliserande, inmatade strömmen eller magman och den resulterande blandningen avkyls linjärt över en längre tidrymd. Därefter uppsamlas, filtreras och torkas det kristalliserade materialet. De resulterande kristallerna sorterar sedan efter storlek. För inledande av kristallisationsprocessen behövs varken ympning eller returmatning av produkten.

Menetelmä fruktoosin jatkuvaksi kiteyttämiseksi

Tämä keksintö koskee menetelmää fruktoosin kiteyttämiseksi ja erityisemmin jatkuvaa menetelmää käyttämällä alkoholia vesipitoisen syöttövirran sisältämän fruktoosin kiteyttämiseen.

Vielä tarkemmin määriteltynä tämä keksintö käsittää alkoholin sekoittamisen osittain kiteytyneen, runsaasti fruktoosia sisältävän vesipitoisen siirapin ("MAGMA") kanssa seoksen saamiseksi, joka kiteytyy helposti ja nopeasti suurin saannoin.

Viime aikoina on fruktoosia kiteytetty jaksottaiten käsittelymenetelmien avulla, joista menetelmistä on eräitä esitetty ja kuvattu sellaisissa patenteissa kuten: US 2 357 838; 3 607 392; 3 704 168; 3 883 365; 4 199 374; 4 710 231; 4 724 006; ja brittiläinen patentti 1 117 903. C.A. Browne'n kirja, jonka nimi on "A Handbook of Sugar Analysis", kustannusosikeus 1912 ja julkaisija John Wiley & Sons, selostaa alkoholin käyttämistä kiteytysprosessissa (sivu 618).

Alalla on ilmoitettu "parannetuista" kiteytysmenetelmistä, jotka suurentavat kiteiden saantoa. Useimpiin jaksottaisiin menetelmiin on kuitenkin kuulunut ympäysvaihe, jossa osa tuotosta johdetaan takaisin aikaisempaan vaiheeseen tarkoituksella tuoda ympäyskiteitä kiteytymisprosessin saamiseksi alulle. Tämän vuoksi olisi parempi puhua nettotuotosta, jolloin takaisin kiertoon palautettu ympäysmateriaali vähennetään kokonaistuotosta. Tämän vähennyksen jälkeen todetaan, että nettotuotto on enemmän tai vähemmän sidoksissa kiteytyvän materiaalin fysikaalisiin ominaisuuksiin. Lähtömateriaali sisältää tietyn määrän mahdollista kidemateriaalia ja tämä määrä vähennettynä systeemillä häviöllä on kutakuinkin likimainen tuotto kaikilla järjestelmillä.

Niinpä arvosteltaessa kiteytysjärjestelmää ovat sellaiset tarkastelut tärkeämpiä kuten kustannukset, soveltuvuus, tarvittavien tärkeimpien laitteistojen määrä ja

luonne ja näiden kaltaiset. Tältä etunäkökohdalta katsoen paras järjestelmä on jatkuva järjestelmä, jossa käsittelyjärjestelmässä raaka-aine virtaa jatkuvasti järjestelmän toiseen päähän ja valmis tuote virtaa oleellisesti jatkuvasti ulos sen toisesta päästä. Materiaalin etenevän siirtymisen tulee olla verraten tasaista lopputuotetta muodostettaessa ja takaisin kierto on johdetun määrän tulee olla minimissään. Jokainen kuumennusjakso tulee suorittaa verraten tasaisessa ja häiriintymättömässä lämpötilassa käyttämällä minimimäärä kuumennusta ja jäähtymistä lämpötilan kohottamiseen ja alentamiseen, jolloin energiaa ei tarpeettomasti tuhjata. Tuotteen virtauksen tulee olla jatkuvaa, jolloin automaattiset säätölaitteet voivat ylläpitää ahtaita toleransseja ilman että täytyy toistuvasti säätää uudelleen käynnistystyksiä ja keskeytyksiä, joita esiintyy jaksottaisessa käsittelyssä.

Niinpä tämän keksinnön tarkoituksena on aikaansaada jatkuva fruktoosin kiteytysmenetelmä, joka on yksinkertainen ja helposti toteutettavissa ja joka ei vaadi ympäyskiteiden palauttamista takaisin kierto.

Keksintö koskee menetelmää fruktoosin jatkuvaksi kiteyttämiseksi. Menetelmälle on tunnusomaista, että

(a) fruktoosin vesipitoinen syöttövirta johdetaan haihdutuslaitteeseen, jonka sisälämpötila on noin 105 - 130 °F (40,5 - 54 °C);

(b) haihdutusta jatketaan haihdutuslaitteessa kunnes kiteytyminen on noin 5 - 40 % (paino/paino), laskettuna syöttövirrassa olevan fruktoosin kokonaiskiintoainemäärästä;

(c) haihdutuslaitteen osittain kiteytynyt magmasisältö poistetaan sekoituslaitteeseen ja sekoituslaitteeseen lisätään alkoholia niin, että alkoholin sekoitussuhde osittain kiteytyneeseen fruktoosin syöttövirtaan on noin 3:1 - noin 1:3, laskettuna painosta;

(d) seos poistetaan sekoituslaitteesta ainakin yhteen säilytyssäiliöön;

(e) seosta jäähdytetään säilytyssäiliössä noin 10 - 24 tunnin ajan niin että lopullinen lämpötila on noin 60 - 80 °F (15,6 - 26,7 °C); ja

5 (f) säilytyssäiliön sisältö poistetaan ja kuivataan.

Eräs edullinen menetelmä keksinnön mukaisen prosessin suorittamiseksi esitetään oheisessa piirustuksessa, jossa:

10 Kuvio 1 on lohkokaavio, joka esittää ensimmäisessä fruktoosin kiteytysprosessissa käytettyä laitteistoa;

kuvio 2 on lohkokaavio, joka esittää toisessa fruktoosin kiteytysprosessissa käytettyä laitteistoa; ja

15 kuvio 3 on graafinen ja kaaviomainen diagrammi, joka kuvaa kolmea eri prosessia, joita voidaan käyttää jatkuvasti fruktoosikiteitä valmistavassa tehdaslaitoksessa.

Fruktoosin kiteyttäminen pelkästään vedestä on vaikeata suorittaa korkean viskositeetin johdosta, jota esiintyy jäähdytettäessä siirappia eli magmaa. Tämä korkea viskositeetti vaatii sekä hidasta jäähdyttämistä että vaikeuttaa magman sekoittamista. Toisaalta siirapissa olevien kiteiden väliset törmäykset ovat rajoitetut magman korkean viskositeetin johdosta ja sen vuoksi tapahtuu hyvin vähän heterogeenistä kidealkioiden muodostumista. On myös olemassa suhteellisen leveä ylikyllästysvyöhyke, jossa ei tapahdu lainkaan primääristä kidealkioiden muodostumista.

25 Nämä vastakkaiset viskositeettitekijät voidaan sovittaa keskenään pitämällä tyhjökiteytyslaitetta käynnissä jatkuvasti korkeassa lämpötilassa. Näissä, korkeassa lämpötilassa tapahtuvan jatkuvan operaation olosuhteissa ei magman viskositeetti tule liian korkeaksi silmälläpitäen käyttöä imutorvityyppisessä tyhjökiteytyslaitteessa. Tästä on tuloksena, että tapahtuu vain nopeudeltaan kohtuullista heterogeenistä kidealkioiden muodostumista, mikä tuottaa kaupallisesti sopivia kidekokoja.

35 Kun kuiva-aineen kokonaismäärä kasvaa tai lämpötila alenee, muuttuu kuitenkin epäonneksi magman viskositeetti

liian suureksi tämän tyyppisen tyhjäkiteytyslaitteen kan-
nalta. Tällöin magma siirretään tavanomaisempaan jaksot-
taiskäyttöiseen kiteytyslaitteeseen, jossa käytetään hi-
dasta jäähdystystä tarkoituksella saada hyvä saanto tuotet-
ta.

5 Keksinnön mukaan voidaan saada alhaisviskoosista
magmaa sekoittamalla osittain kiteytyneeseen magmaan al-
koholia. Tässä alhaisviskoosisessa magmassa on riittävästi
kidepinta-alaa aikaansaamaan kiteiden jatkuvan kasvun tar-
vitsematta lisätä ympäyskiteitä. Tästä on tuloksena, että
10 valuva kide tuotetta voidaan saada sekoittamalla alkoholia
syötetyn vesipitoisen magmavirran kanssa. Keksinnön mukai-
nen prosessi ei muodosta sakkaa eikä liejua. Tämä tulos
eroaa jyrkästi siitä menetelmästä, joka on selostettu US-
15 patentissa 4 724 006 (Gary A. Day), jossa esitetään, että
magman ja alkoholin sekoittaminen on hyvin arka vaihe,
joka vaatii alkoholin lisäämisen kohotetussa lämpötilassa,
joka on välillä 50 °C - 80 °C (122 °F - 176 °F) saostumisen
ja liejun muodostumisen estämiseksi.

20 Keksinnön mukaan voidaan alkoholia lisätä magmaan
kuitenkin oleellisesti missä tahansa kohtuullisessa lämpö-
tilassa, joko kuumassa tai kylmässä. Saatu keksinnön mu-
kainen seos voidaan jäädyttää suhteellisen lyhyen ajan-
jakson kuluessa kiteisen fruktoosin saamiseksi oivallisin
25 tuotoin.

 Keksinnön mukainen menetelmä magman kiteyttämiseksi
jatkuvatöimimisessä tyhjäkiteytyslaitteessa vaatii syöttö-
virran, joka sisältää siirappia, jossa on suunnilleen 85 %
- 95 % ja edullisesti 87 - 93 % kiinteitä aineita (paino/
30 paino). Näiden kuivien kiinteiden aineiden fruktoosipuh-
tauden tulee olla välillä noin 85 % - 100 % fruktoosia,
edullisesti välillä 93 % - 98 %. Oleellisesti kaikkien
muiden jäljellä olevien kiinteiden aineiden tulee olla
muita sokereita. Sisääntulevan syöttövirran tulee edul-
35 lisesti olla lämpötilassa, joka on 150 °F:n tienoilla (66

⋮

°C), vaikkakin voidaan käyttää laajaa lämpötila-aluetta, kuten esimerkiksi väliä noin 130 - 180 °F (54 - 88 °C).

Sisääntulevalla syöttövirralla voi olla lähtö-pH, jonka määräävät fruktoosin fysikaaliset ominaisuudet ja
5 fruktoosin aikaisemmat vaiheet. Yksityiskohtaisemmin ilmaistuna kytkeytyy pH-arvo fruktoosin kiteytysprosesseissa tavallisesti säilytysajan keston. Jos se on pitkähkö ajanjakso, niin melkein jokaisen fruktoosisiirapin pH tasapainottuu luonnostaan suunnilleen välille 4,0 - 5,0. pH-
10 arvolla on kuitenkin hyvin vähäinen merkitys tai sillä ei ole oleellisesti mitään merkitystä, jos fruktoosiliuos johdetaan suoraan haihdutuslaitteeseen ilman sitä edeltävää säilytysaikaa. Niinpä voidaan kohtuuden puitteissa käyttää melkein jokaista luonnostaan esiintyvää pH-arvoa,
15 mutta välillä noin 4 - 4,5 oleva luonnostaan esiintyvä alue on edullinen.

Tyhjökiteytyslaitteen lämpötila pysytetään oleellisesti välillä 105 °F - 130 °F (40,5 °C - 54 °C) ja edullisemmin välillä 110 °F - 120 °F (43 °C - 49 °C). Kiteytyslaitteessa ylläpidetään lämpötilan, kuiva-aineen, tyhjän
20 ja syöttönopeuden tasapaino tarkoituksella saada kiteytyslaitteesta jatkuvasti ulosvirtaava tuote sellaiseksi, että se sisältää kiteytynyttä fruktoosia suunnilleen 5 % - 40 %, ja edullisesti 15 - 25 %.

Tyhjökiteytyslaitteen jälkeen sekoitetaan ulosvirtaavaan tuotteeseen alkoholia ja seos syötetään jaksottaisesti toimivaan kiteytyslaitteeseen, jonka lämpötila on oleellisesti välillä 100 °F - 125 °F (38 °C - 51,5 °C), ja edullisemmin välillä 105 °F - 110 °F (40,5 °C - 43 °C). Pannos jäädytetään jaksottaisesti toimivassa kiteytyslaitteessa tai sarjassa jaksottaisesti toimivia kiteytyslaitteita edullisesti lineaarisesti alempiin lämpötiloihin. Jaksottaisesta kiteytyslaitteesta ulosvirtaavan tuotteen
30 lopullinen lämpötila voi olla oleellisesti välillä 60 °F -
35 80 °F (15,6 °C - 26,7 °C) ja edullisesti välillä 65 °F - 75

°F (18,3 °C - 23,9°C). Jäähdytyksen tulee tapahtua ajanjakson kuluessa, joka on suuruusluokkaa 10 -24 tuntia.

Laitteistoon (kuvio 1) keksinnön mukaisen menetelmän toteuttamiseksi käytännössä kuuluu jatkuvasti syötet-
5 tävän raaka-aineen sisäänsyöttöjohto 10, alkoholin sisään-
syöttöjohto 12, tyhjöhaihdutustaite 14, sekoitustaite 16,
jakolaatikko 18 ja sopiva lukumäärä säilytyssäiliöitä 20-
24. Järjestelmästä saatu tuotto otetaan säilytyssäiliöstä
20-24 ja poistojohtoa on merkitty numerolla 26. Tasaussäi-
10 liöitä (ei esitetty) voidaan tarvittaessa käyttää kiteyty-
vän virran virtauksen tasoittamiseksi.

Kidealkioiden kiteytystaite 14 voi olla jokin sopi-
va laite, kuten imutorvityyppinen tyhjökiteytystaite. Ki-
dealkioiden kiteytystaite on sellaista tyhjän alaista imu-
15 torvityyppiä, joka sallii nesteen sisäpuolisen kiertämisen
torven keskustan läpi. Kiehuminen tapahtuu nesteen yläpin-
nassa. Nesteen korkeus astiassa on noin 1,5 kertaa halkai-
sija. Nesteen pinnan yläpuolella on riittävästi tilaa sal-
liakseen erottumisen pisaraloukkuun ja höyryn poistamisen.
20 Imutorvi on noin 50 % astian halkaisijasta. Lämpötila sää-
detään kohdistetun tyhjän määrän avulla. Höyry lauhdute-
taan ja voidaan poistaa haluttaessa astiasta.

Tämän haihdutustaitteen valmistaja on toiminimi
Swenson Process Equipment Inc. of Harvey, Illinois, 60426.
25 Tämä haihdutin toimii siten, että sen lämpötila sisäpuo-
lella on suuruusluokkaa noin 105 °F - 130 °F (40,5 °C - 54
°C), edullisen alueen ollessa välillä noin 110 - 120 °F (43
- 49 °C). Tullessaan haihduttimeen tulee sisäänsyötetylle
fruktoosivirrälle tapahtua melkein hetkellinen lämpötilan
30 aleneminen noin 20 - 40 °F (12 - 23 °C) tarkoituksella ai-
kaansaada liuksen osan oleellisesti välitön kiteytyminen.
Ylläpidettävä lämpötilan, kuiva-aineen, tyhjän ja jatkuvan
syöttönopeuden sopivaa tasapainoa kiteytyy haihduttimessa
noin 5 - 40 % fruktoosista. Edullinen kiteytymismäärä
35 haihduttimessa on 15 - 25 % koko fruktoosista. Haihdut-

timesta poistuvan tuotevirran tulee sisältää kylliksi vettä kyetäkseen virrata ja ollakseen pumpattavissa. Tarvittaessa voidaan lisätä vettä.

5 Kiteytyslaitteesta 14 poistuva ja sekoituslaitteeseen 16 tuleva tuote sekoitetaan alkoholin kanssa, jota voidaan lisätä suoraan magmaan samalla säädetysti sekoittaen tai sekoittamatta. Jotain sopivaa, laadultaan nautittavaksi kelvollista alkoholia voidaan käyttää, mutta etanolia pidetään parhaana. Alkoholin suhteen magmaan tulee 10 olla välillä noin 3:1 - noin 1:3, edullisen suhteen ollessa 1:1. Tuotteen sekoittaminen alkoholin kanssa tapahtuu lämpötilavälillä noin 100 - 125 °F (38 - 51,5 °C) ja edullisesti välillä noin 105 °F - 110 °F (40,5 - 43 °C). Voi olla toivottavaa jäähdyttää alkoholi etukäteen sekoittamisen toteuttamiseksi tällä lämpötila-alueella. 15

Tämän jälkeen syötetään alkoholin ja fruktoosin seos jakolaatikon 18 kautta jäähdytys- ja säilytyssäiliöihin 20, 22 ja 24 (kuvio 1). Jakolaitteen toimintajärjestelmä on sellainen, että aina täytetään yhtä säiliötä, kun taas toisessa säiliössä säilytetään ja kolmatta säiliötä tyhjennetään niin, että tapahtuu oleellisesti jatkuvaa ja keskeytymätöntä tuotteen virtausta säiliöihin ja niistä ulos. Säiliöissä 20, 22 ja 24 tapahtuu jäähdytys edullisesti lineaarisesti, jolloin lopullinen ulosvirtauslämpötila johdossa 26 on suuruusluokkaa noin 60 - 80 °F (15,6 - 26,7 °C), jolloin väli 65 - 75 °F (18,3 - 23,9 °C) on edullinen. Tuotteen kokonaisjäähdytysaika sen siirtyessä säiliöiden 20 - 24 kautta on suuruusluokaltaan noin 10 - 24 tuntia. 25

30 Kuvion 2 mukaisessa suoritusmuodossa ovat eri lämpötilat ja säilytysajat likimain samat kuin ne ovat kuviossa 1. Järjestelmä on kuitenkin erilainen siinä suhteessa, että jäähdytyssäiliöt 20a - 24a on kytketty yhteen peräkkäisesti siten, että tuote liikkuu säiliöstä toiseen 35 oleellisesti jatkuvana virtauksena, jolloin suunnilleen

kolmas osa lämpötilan lineaarisesta kokonaismuutoksesta tapahtuu kussakin säiliössä. Kuhunkin säiliöön tulevan tuotevirran lämpötila on noin 110 - 115 °F (43 - 46 °C) säiliön 20a kohdalla, 90 - 100 °F (32,2 - 38 °C) säiliön 22a kohdalla ja 70 - 80 °F (21,1 - 26,7 °C) säiliön 24a kohdalla. Kuvion 2 suoritusmuodossa tapahtuu tuotteen virtaus suoraan sekoituslaitteesta 16a jäähdytys säiliöön 20a ilman että tarvitaan kuvion 1 mukaista jakolaatikkoa.

Keksinnön mukaisessa järjestelmässä ja menetelmässä ei tarvita lainkaan ympäystä alkuperäisen syöttövirran sisääntulopäässä. Tämän vuoksi kaikki saantona saadut kiteet ulostulopäässä 26 ovat tallella lopullisessa tuotteessa, joka on säädetty sellaiseksi, että se on suuruusluokaltaan 60 % - 65 % sisäänvirtaavassa syöttövirrassa saatavissa olevasta fruktoosista. Varsinainen saantomäärä riippuu loppulämpötilasta, pitempien jäähdytysaikojen ylläpitämisestä aiheutuneista kustannuksista ja materiaalin pumpattavuudesta verrattuna muihin materiaalin käsittelymuotoihin. Tällöin voidaan saavuttaa suurempia saantoja, mutta kustannukset voivat olla toivottua suuremmat. Keksinnön mukaista prosessia muuttamatta voidaan saannot säätää myös eri tasoille, koska eri parametrien kustannukset voivat vaihdella aika ajoin.

Keksinnön mukaisessa järjestelmässä ei yritetä säätää kidekokoa, koska edulliset markkinat on olemassa ja tarvitaan kaikenkokoisia kiteitä, joita järjestelmän avulla saadaan. On kuitenkin todettu toivottavaksi lajitella kiteet koon mukaan, koska joku kuluttaja haluaa tavallisesti erityistä kidekokoa erityisiin tarkoituksiinsa. On huomattu, että keksinnön mukaista järjestelmää käytettäessä noin 40 % kiteistä ei läpäise 40 mesh'in seulaa, 37 % ei läpäise 80 mesh'in seulaa; ja 20 % läpäisee 80 mesh'in seulan.

Esimerkki 1

Tässä ensimmäisessä esimerkissä saatiin tuotantomittakaavasta 800 g magmaa, jolloin jatkuvatoiminen imutorvityyppinen tyhjökiteytyslaite toimi 116 °F:ssa (46,6 °C) ja manometrityhjän arvo oli 29,2 tuumaa (741,7 mm). Sen ajanjakson kestäessä, jonka aikana magmaa koottiin, se sisälsi kaikkiaan 90,6 % kiinteitä aineita (paino/paino), mikä käsitti 95,3 % fruktoosia, josta 21,4 % oli kiteytynyttä fruktoosia. Magmaan lisättiin 800 g 95 %:ista etanolia 110 °F:ssa (43 °C). Saatu seos pantiin kiteytyslaitteeseen 100 °F:ssa (38 °C). 16 tunnin pituisen ajanjakson kuluessa annettiin seoksen lämpötilan aleta lineaarisesti arvoon 75 °F (23,9 °C). Tuote koottiin suodattamalla ja kuivattiin. Saanto oli 491 g, josta 71 % oli kiteytynyttä fruktoosia.

Esimerkki 2

Fruktoosi kiteytettiin esimerkissä 1 kuvatulla tavalla, jolloin olosuhteet ja tulokset olivat seuraavanlaiset:

Kokonais- %-määrä fruktoo- sia	Kiinteiden aineiden %-määrä paino/paino	Haihdutti- messa ki- teytynyttä fruktoosia %	Fruktoosi- magma grammoja	95%:ista EtOH, grammoja	Lämpötila alussa °F (°C)	Lämpötila lopussa °F (°C)	Aika tun- teja	Saanto
95,4	90,6	21	800	800	116 (46,6)	75 (23,9)	20	65,0
94,8	90,4	17,9	800	800	116 (46,6)	90 (32,2)	20	58,0
95	90,6	19,5	800	800	110 (43)	75 (23,9)	16	68,0
96,3	90,6	17	800	800	110 (43)	75 (23,9)	16	69,6
97,4	91,1	31,6	800	480*	110 (43)	75 (23,9)	16	74,4
98	92,9	43	800	800	110 (43)	70 (21,1)	16	73,5

* 100 % EtOH

Esimerkki 3

800 g EtOH, jonka lämpötila oli 40 °F (4,44 °C), lisättiin 800 g:an tyhjäkiteytyslaitteen tuotetta (89,5 % kiinteitä aineita, 97 % fruktoosia (paino/paino), josta 17,35 % oli kiteytynyt, 100 °F (38 °C)) ja sekoitettiin dekantterilasissa. Sekoittamisen jälkeen lämpötila oli 65 °F (18,3 °C). Seosta hämmennettiin 75 °F:ssa (23,9 °C). Tuote kiteytyi ilman että muodostui öljyä tai sakkaa.

Esimerkki 4

Määritettiin fruktoosin likimainen liukoisuus etanoli-vesiliuoksiin tarkoituksella todeta fruktoosin saanto käytettäessä erilaisia määriä alkoholia ja fruktoosisiirappia. Eri tavalla kyllästettyjä fruktoosin liuoksia valmistettiin 75 °F:ssa (23,9 °C). Niiden koostumus määritettiin nestekromatografian avulla.

	% etanolia paino/paino	Grammaa fruktoosia/100 g EtOH-H ₂ O-seosta
20	50	180
	60	137.5
	70	91
	80	59
	90	15.43

25

Kuvio 3 esittää gaafisesti ja kaaviomaisesti kolme erilaista prosessia, joita voidaan käyttää tehdaslaitoksessa fruktoosin suuressa mittakaavassa tapahtuvaan tuotantoon. Jokaisessa näistä kolmesta esimerkistä sisältää sisääntuleva syöttövirta noin 90 % kiinteitä aineita ja 10 % vettä lämpötilan ollessa noin 140 °F (60 °C). Kiinteistä aineista on noin 95 % fruktoosia ja 5 % muita sokereita. Syöttövirta eli magma lisätään tyhjäkiteytyslaitteeseen noin 117 °F:n (47,2 °C) lämpötilassa.

35

Kohdassa 50 kuvatussa ensimmäisessä prosesissa se-

koitetaan kiteytyslaitteesta poistuva virta eli magma 95
%:isen etanolin kanssa ja johdetaan ensimmäiseen säilytys-
säiliöön 52. Tämän jälkeen lämpötila jäähtyy 100 °F:sta(38
°C) noin 65 °F:seen (18,3 °C). Sen jälkeen kun säiliö 52 on
5 täyttynyt, lasketaan magmavirta säiliöön 54. Kun se on
täynnä, poikkeutetaan virta säiliöön 56. Säiliön 56 täyt-
tyessä tyhjennetään säiliö 52. Tämän johdosta tapahtuu
koko ajan tuotteen ulosvirtausta. Jokaisessa säilytys-
liössä tuote jäähtyy noin 110 °F:sta (43 °C) 65 °F:seen
10 (18,3 °C).

Kohdassa 60 esitettyssä toisessa prosessissa lisä-
tään etanolia kiteytyslaitteesta ulosjohdettuun magmavir-
taan ennen kuin magma johdetaan säiliöihin 62, 64 ja 66,
jotka on sovitettu peräkkäin. Seos jäähtyy 100 °F:seen (38
15 °C) säiliössä 62, 90 °F:seen (32,2 °C) säiliössä 64 ja 65
°F:seen (18,3 °C) säiliössä 66.

Kohdassa 70 kuvatussa prosessissa on sovitettu pe-
räkkäin kolme säiliötä 72, 74 ja 76 ja lämpötilat ovat
samat kuin kohdassa 60 esitettyssä prosessissa. Kohdassa 70
20 esitettyssä prosessissa lisätään etanoli kuitenkin siten,
että kolmannes sen tilavuudesta lisätään kuhunkin säiliöön
72, 74 ja 76. Koska etanoli lisätään kolmeen säiliöön vas-
taavasti lämpötiloissa 100 °F (38 °C), 90 °F (32,2 °C) ja 65
°F (18,3 °C), tämän pitäisi olla energian kannalta tehok-
25 kain prosessi, koska tällöin tarvitsee tuoda vähemmän läm-
pöä etanolin saattamiseksi kyseisiin lämpötiloihin toises-
sa ja kolmannessa säiliössä.

Alan ammattimiehet ymmärtävät helposti miten keksin-
nön mukaista menetelmää voidaan modifioida. Tämän vuok-
30 si ovat oheiset patenttivaatimukset laaditut sisältämään
kaikki ekvivalenttiset menetelmät, jotka kuuluvat keksin-
nön piiriin ja sen idean puitteisiin.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä fruktoosin jatkuvaksi kiteyttämiseksi,
t u n n e t t u siitä, että

5 (a) fruktoosin vesipitoinen syöttövirta johdetaan haihdutuslaitteeseen, jonka sisälämpötila on noin 105 - 130 °F (40,5 - 54 °C);

10 (b) haihdutusta jatketaan haihdutuslaitteessa kunnes kiteytyminen on noin 5 - 40 % (paino/paino), laskettuna syöttövirrassa olevan fruktoosin kokonais-
kiintoainemäärästä;

15 (c) haihdutuslaitteen osittain kiteytynyt magma-sisältö poistetaan sekoituslaitteeseen ja sekoituslaitteeseen lisätään alkoholia niin, että alkoholin sekoitussuhde osittain kiteytyneeseen fruktoosin syöttövirtaan on noin 3:1 - noin 1:3, laskettuna painosta;

(d) seos poistetaan sekoituslaitteesta ainakin yhteen säilytyssäiliöön;

20 (e) seosta jäähdytetään säilytyssäiliössä noin 10 - 24 tunnin ajan niin että lopullinen lämpötila on noin 60 - 80 °F (15,6 - 26,7 °C); ja

(f) säilytyssäiliön sisältö poistetaan ja kuivataan.

25 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että haihdutuslaitteen sisälämpötila on noin 110 - 120 °F (43 - 49 °C).

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että syöttövirran lämpötila on noin 130 - 180 °F (54 - 82 °C).

30 4. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaiheen (b) kiteytymisen on 15 - 20 % (paino/paino), laskettuna kiintoaineiden kokonaismäärästä.

35 5. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (c) alkoholin suhde osittain kiteytyneeseen fruktoosimagmaan on 1:1.

6. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lopullinen lämpötila vaiheessa (e) on noin 65 - 75 °F (18,3 - 23,9 °C).

5 7. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että syöttövirta sisältää noin 85 - 95 % (paino/paino) kiintoaineita ja kiintoaineiden fruktoosipuhtaus on noin 85 - 100 %.

10 8. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että syöttövirta sisältää noin 87 - 93 % (paino/paino) kiintoaineita.

9. Patenttivaatimuksen 7 tai 8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kiintoaineiden fruktoosipuhtaus on noin 93 - 98 %.

15 10. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (d) on ainakin kolme säilytyssäiliötä sekä laitteet ainakin yhden säiliön täyttämiseksi jatkuvasti, ainakin yhden säiliön tyhjentämiseksi jatkuvasti ja mainitun seoksen säilyttämiseksi kolmannessa säiliössä.

20 11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen menetelmä ja laitteet vaiheen (d) poiston sovittamiseksi mainittujen ainakin kolmen säilytyssäiliön kesken siten, että seos viipyy yhdessä mainituista säiliöistä vaiheen (e) koko jäähdytysajan.

25 12. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 11 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että siinä on ainakin kolme peräkkäin sovitettua säilytyssäiliötä, niin että mainittu seos virtaa yhteen säilytyssäiliöistä ja sen jälkeen toisen säiliön läpi, josta se vuorostaan virtaa kolmanteen säiliöön niin, että seos viipyy kussakin säilytyssäiliössä noin kolmasosan vaiheen (e) vaatimasta kokonaisjäähdytysajasta.

30

13. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 12 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että alkoholi on etanoli.

14. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 13 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että

5 vaiheissa (a) haihdutuslaite on tyhjöimukiteytyslaite, joka toimii noin 29,2 tuuman (741,7 mm) tyhjössä, jolloin syöttövirrassa on kaiken kaikkiaan keskimäärin noin 90,6 % (paino/paino) kiintoaineita, joista oleellisesti 95,3 % on fruktoosia,

10 vaiheessa (b) noin 21,4 % fruktoosista kiteytyy, vaiheessa (c) alkoholin lämpötila on oleellisesti 110 °F (43 °C) ja sen paino on suunnilleen yhtä suuri kuin osittain kiteytyneen syöttövirran paino, ja

15 vaiheessa (e) saatu alkoholin ja osittain kiteytyneen syöttövirran seos jäädytetään lineaarisesti noin 16 tunnin ajan noin 75 °F:seen (23,9 °C).

15 15. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 14 mukainen menetelmä t u n n e t t u siitä, että kiteet lajitellaan koon mukaan vaiheessa (f) suoritettun kuivauksen jälkeen.

Patentkrav

1. Förfarande för kontinuerlig kristallisering av fruktos, k ä n n e t e c k n a t därav, att

5 (a) en vattenhaltig matningsström av fruktos leds till en indunstningsanordning med en inre temperatur av 105 - 130 °F (40,5 - 54 °C);

10 (b) indunstningen fortsätts i indunstningsanordningen tills kristalliseringen är 5 - 40 % (vikt/vikt), beräknat på den totala fastämnesmängden fruktos i matningsströmmen;

15 (c) det delvis kristalliserade magmainnehållet i indunstningsanordningen avlägsnas till en blandningsanordning och till blandningsanordningen sätts alkohol så, att alkoholens blandningsförhållande till den delvis kristalliserade matningsströmmen av fruktos är ca 3:1 - ca 1:3, beräknat på vikt;

(d) blandningen avlägsnas från blandningsanordningen till minst en uppbevaringsbehållare;

20 (e) blandningen avkyls i uppbevaringsbehållaren till under ca 10 - 24 timmar så, att sluttemperaturen är ca 60 - 80 °F (15,6 - 26,7 °C); och

(f) innehållet i uppbevaringsbehållaren avlägsnas och torkas.

25 2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att indunstningsanordningens inre temperatur är ca 110 - 120 °F (43 - 49 °C).

30 3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att matningsströmmens temperatur är ca 130 - 180 °F (54 - 82 °C).

4. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 3, k ä n n e t e c k n a t därav, att kristalliseringen i steg (b) är 15 - 20 % (vikt/vikt), beräknat den totala mängden fastämnen.

5. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att i steg (c) alkoholens förhållande till den delvis kristalliserade fruktosmagman är 1:1.

5 6. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att sluttemperaturen i steg (e) är ca 65 - 75 °F (18,3 - 23,9 °C).

10 7. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att matningsströmmen innehåller ca 85 - 95 % (vikt/vikt) fastämnen och fastämnenas fruktosrenhet är ca 85 - 100 %.

8. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 7, k ä n n e t e c k n a t därav, att matningsströmmen innehåller ca 87 - 93 % (vikt/vikt) fastämnen.

15 9. Förfarande enligt patentkravet 7 eller 8, k ä n n e t e c k n a t därav, att fastämnenas fruktosrenhet är ca 93 - 98 %.

20 10. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 9, k ä n n e t e c k n a t därav, att i steg (d) ingår minst tre uppbevaringsbehållare samt anordningar för kontinuerlig fyllning av minst en behållare, för kontinuerlig tömning av minst en behållare och för uppbevaring av blandningen i en tredje behållare.

25 11. Förfarande enligt patentkravet 10 och anordningar för anpassning av avlägsnandet i steg (e) mellan nämnda minst tre uppbevaringsbehållare så, att blandningen stannar i en av nämnda behållare under hela avkylningstiden i steg (e).

30 12. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 11, k ä n n e t e c k n a t därav, att däri ingår minst tre efter varandra anordnade uppbevaringsbehållare så, att nämnda blandning strömmar till en av behållarna och därefter genom en andra behållare, från vilken den i sin tur strömmar till en tredje behållare så, att blandningen
35 stannar i varje uppbevaringsbehållare under en tid, som är

⋮

ca en tredjedel av den totala avkylningstiden, som krävs i steg (e).

13. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 12, k ä n n e t e c k n a t därav, att alkoholen är etanol.

5 14. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 13, k ä n n e t e c k n a t därav, att

i steg (a) indunstningsanordningen är en vakuumsug-kristalliseringsanordning, som fungerar under ett vakuum av ca 29,2 tumm (741,7 mm), varvid matningsströmmen innehåller allt som allt i medeltal ca 90,6 % (vikt/vikt) fastämnen, av vilka väsentligen 95,3 % är fruktos,

i steg (b) ca 21,4 % av fruktos kristalliseras, i steg (c) alkoholens temperatur är väsentligen 110 °F (43 °C) och dess vikt är ungefär lika stor som den delvis kristalliserade matningsströmmens vikt, och

15 i steg (e) blandningen av alkohol och delvis kristalliserad matningsström avkyls lineärt under ca 16 timmar till ca 75 °F (23,9 °C).

20 15. Förfarande enligt något av patentkraven 1 - 14, k ä n n e t e c k n a t därav, att kristallerna sorteras enligt storlek efter den i steg (f) utförda torkningen.

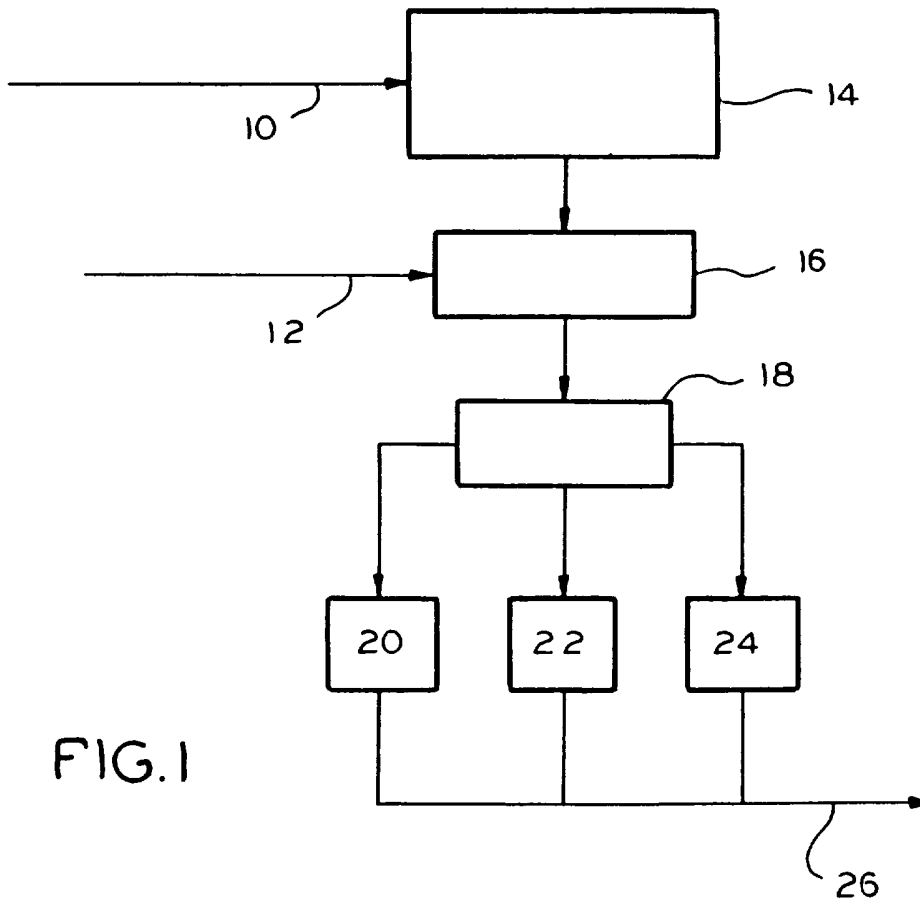


FIG. 1

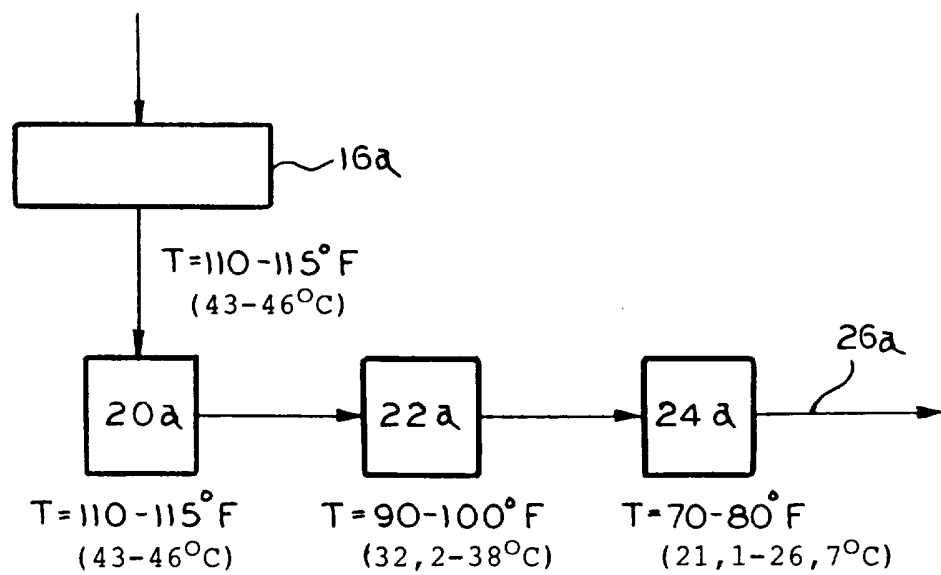


FIG. 2

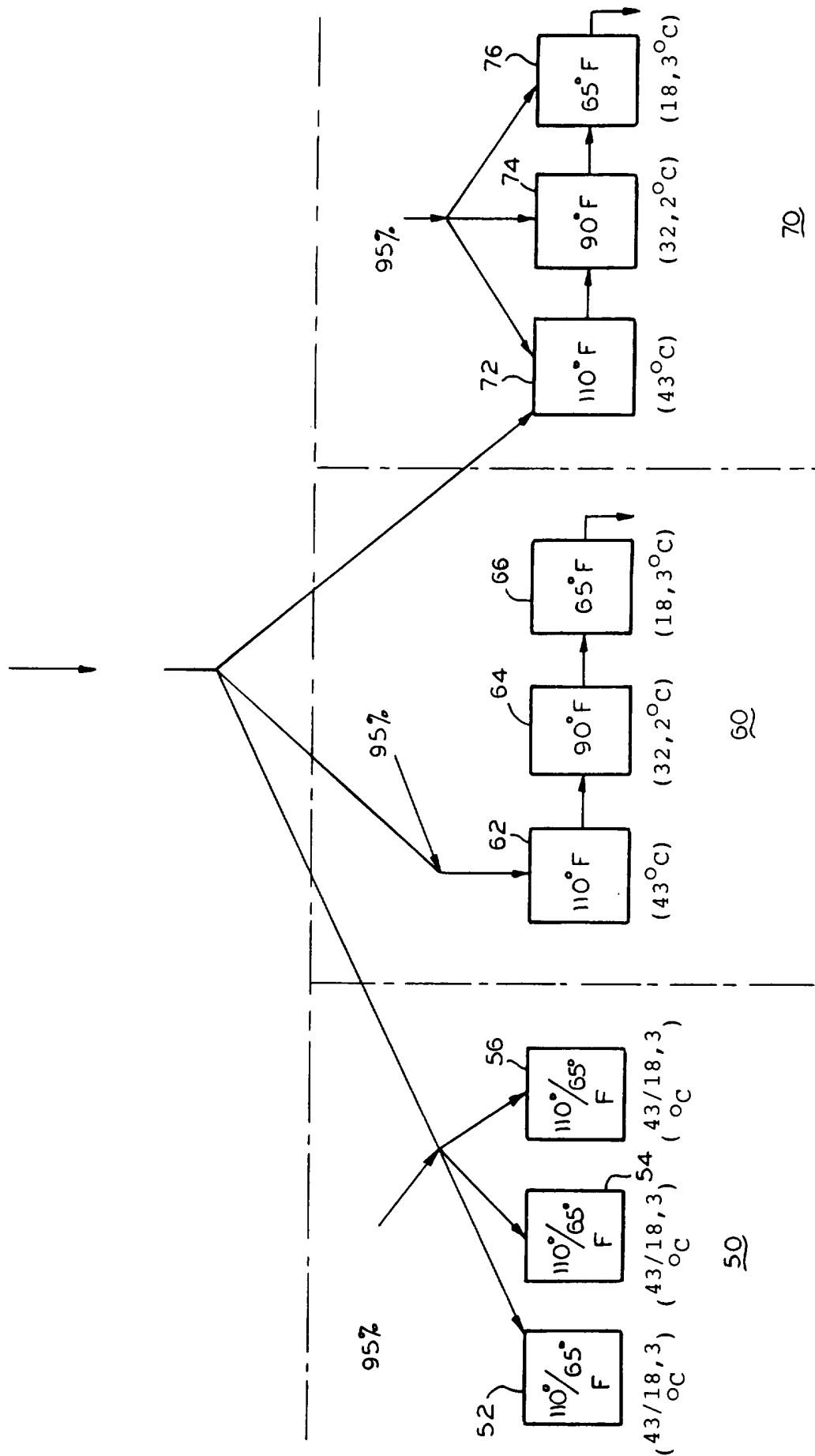


FIG.3