

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 834825 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **834825**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C13D 3/00

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **28.12.1983**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **28.12.1983**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **30.06.1984**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

29.12.1982 US 454188

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Union Sugar Company, 2820 West Betteravia Road, Santa Maria, Kalifornia, United States, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Voit, David Edward, United States, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 • Chadwick, Thomas Carl, United States, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Berggren Oy Ab, Antinkatu 3 C, 00100 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä sakkaroosin talteenottamiseksi.

Förfarande för utvinning av sackaros.

Menetelmä sakkaroosin talteenottamiseksi

Tämä keksintö liittyy yleisesti sokerin puhdistamiseen ja erityisesti menetelmään sakkaroosin talteenottamiseksi vesiliuoksesta.

Sokerijuurikasmehujen tavanomaisessa puhdistuksessa ja mehujen sisältämän sakkaroosin talteenotossa, kalkkimaitoa lisätään juurikkaiden diffuusiomehuun ja sitten saostetaan liuoksesta hiilidioksidilla. Kalkkimaidon ja hiilidioksidin lisäyksen aiheuttamat kemialliset ja fysikaaliset muutokset ja sitä seurannut selkeytys tai suodatus aiheuttavat mehun sisältämien epäpuhtauksien 20-40 %:sen poistumisen. Tämä puhdistusvaihe tunnetaan ensimmäisenä karbonointina. Hiilidioksidin ja kalkin määrä valitaan siten, että saavutetaan optimaalinen värin ja muiden epäpuhtauksien poistuminen ja saavutetaan tuotetun lietteen optimaalinen suodatettavuus.

Tavallinen alkaliniteettialue tässä prosessissa on 0,065-0,140 % CaO. Ensimmäistä karbonointia seuraa toinen karbonointi. Toisen karbonoinnin tarkoitus on minimoida mehuun jääneen liuenneen kalsiumin (kalkkisuolojen) määrä. Tämä tehdään laitteiden ja linjojen kattilakiven muodostumisen minimoimiseksi, kuten myös kalsiumionin poistamiseksi, joka muutoin edistäisi melassin muodostumista.

On olemassa useita prosessivariaatioita, jotka ovat tunnettuja ja käytetään sokerijuurikasmehun puhdistuksessa, jotka käyttävät hyväksi kalkkia ja kalkkia plus magnesiumoksidia tai magnesiumkarbonaattia. Nämä käsittävät variaatiot, joita käytetään sekä ensimmäisessä että toisessa karbonointivaiheessa. Eräitä prosessivariaatioita ovat:

- a) Esikalkitus karbonoinnilla;
- b) Esikalkitus ilman karbonointia;
- c) Defekaatio-karbonointi; *2* *juurikasta*
- d) Esikalkkilietteen erotus;
- e) Esikarbonointilietteen erotus;

- f) Ensimmäisen karbonoinnin käytetyn kalkin kierrätys;
- g) Välikalkitus;
- h) Varsinainen kalkitus;
- i) Varsinainen karbonointi;
- j) Ylikarbonointi ennen varsinaista kalkitusta;
- k) Ylisaturointi toisessa karbonoinnissa, jota seuraa uudelleen alkalointi magnesiumoksidilla; ja
- l) Saturointi toisessa karbonoinnissa optimi alkaliniteettiin, jota seuraa vasta valmistetun magnesiumkarbonaatin lisäys.

Puhdistusprosessin kyky ottaa talteen valkoista sokeria sokerijuurikkaista riippuu prosessitappioiden määrästä. Nämä käsittävät leikkeen hävikin diffuusiassa, kalkin huuhtoutumahävikin, inversion prosessissa, kontrolloimattoman vuodon, ja hävikin sokerina, joka on prosessin tuottamassa melassissa. Suurin hävikki on melassissa oleva sakkaroosi ja melassin sisältämän sokerin määrä riippuu suuresti karbonoinnilla tapahtuvan epäpuhtauksien poistamisen tehokkuudesta prosessissa.

Useita menetelmiä on kehitetty ja käytetty parantamaan sakkaroosin talteenottoa sokerijuurikkaista. Yleisin menetelmä sakkaroosin selektiiviseksi talteenotoksi melassista on Steffensin menetelmä, joka käyttää kalkkia alhaisessa lämpötilassa sakkaroosin saostamiseen. Sakkaroosi voidaan myös erottaa kromatografisesti ioninvaihtokolonneilla. Toinen pääasiallinen tekniikka käsittää mehun koostumuksen muuttamisen ioninvaihdolla. Eräs lähestymistapa on Quentinin menetelmä, jossa kationit vaihdetaan selektiivisesti magnesiumiin. Toinen lähestymistapa on osittainen tai täydellinen ionisten epäpuhtauksien poistaminen melassin muodostumisen vähentämiseksi tai eliminoimiseksi.

Toinen menetelmä sakkaroosin talteenottamiseksi sokerijuurikasmelassista käsittää melassin väkevöimisen hyvin korkeaan kuiva-aineeseen ja sitten sen sekoittamisen liuottimien

kanssa. Tuloksena on sakkaroosin saostuminen kun taas oleellisesti kaikki epäpuhtaudet jäävät liuokseen. Työ tämän menetelmän parissa jatkui läpi 1920-luvun, mutta kaupallinen sovellutus ei koskaan toteutunut. Menetelmää ei koskaan sovellettu muuhun substraattiin kuin melassiin.

Kaksifaasinen liuotinuuttosysteemi on myös suunniteltu sakkaroosin talteenottoon. Esimerkiksi eräässä tunnetussa prosessissa sokerimehu on saatettu vastavirtaan kontaktiin sekoittumattoman liuottimen kanssa, joka liuotin koostuu kahdesta toisiinsa liukenemattomasta faasista. Happolisäys tarvitaan säätämään pH 1,3-1,5, väli, joka suuresti kiihdyttää sakkaroosin inversiota ja täten vähentää talteenotetun sakkaroosin määrää. Prosessia ei ole koskaan sovellettu kaupallisesti.

Sokeriruo'osta uutetut mehut täytyy myös käsitellä yhdellä tai useamman prosessin kombinaatiolla joko valkean tai raakasokerin tuottamiseksi. Kalkki tai magnesia on tavallinen käytetty puhdistusaine, ja käsittelyvaihetta kutsutaan defekaatioksi. Muut käytetyt vaiheet käsittävät käsittelyn rikkihapokkeella (rikitys), fosforihapolla (fosfointi), ja hiilidioksidilla (karbonointi). On myös sovellettu prosesseja, joissa käytetään flokkulointi- tai vaahdotusapuvaihteita värillisen aineen poistamiseksi.

Kaikki menetelmät, joita käytetään sokeriruokoteollisuudessa puhdistuksessa ovat kemiallisesti hellävaraisia. Tätä vaaditaan taloudellisista ja laatusyistä, koska sokerijuurikkaan tuotannossa vaadittavat aggressiiviset kemialliset olosuhteet voivat johtaa inverttisokerin hajoamiseen ja luoda suuria määriä värillisiä epäpuhtauksia sokeriruo'on jalostusprosessissa. Inverttisokerit tässä prosessissa ovat edullisia, koska ne alentavat sakkaroosin liukoisuutta lopullisessa melassissa, ja värjäävä aines on haitallista, koska se alentaa tuotetun sokerin laatua. Kuitenkin hellävaraiset olosuhteet eivät pysty poistamaan merkittäviä määriä epäpuhtauksia ja hyöty on yleensä välillä 0,5-2 puhtauspistettä.

Sakkaroosin talteenotto sokeriruokomehuista on näin ollen rajoitettua. Epäpuhtauksien poistuminen sokeriruo'on prosessoinnissa on huomattavasti vähäisempää kuin epäpuhtauksien poistuminen sokerijuurikkaan prosessoinnissa, mutta ruokosokerin prosessoinnin kyky kiteyttää sakkaroosia ja tuottaa alhaisen puhtauden omaavaa melassia kompensoi huonomman epäpuhtauksien poistumisen.

Tämän keksinnön mukainen menetelmä käsittää väkevöidyn (noin 55-96 Brix) sakkaroosin vesiliuoksen saattamisen kontaktiin valitun alifaattisen karboksyylihapon, jolla on keskimääräinen hiiliketjun pituus n. 2-6, kanssa edullisesti lisäämällä liuos nopeasti ja nopeasti dispergoimalla se happoon, jotta voidaan taata suurten sakkaroosikiteiden nopea maksimikasvu niiden selektiivisen talteenoton helpottamiseksi. Liuoksessa olevan veden ja hapon painosuhte on n. 0,02-0,2:1. Liuos sisältää myös tavallisesti ei-sokerikiintoaineita painosuhteessa happoon n. 0,1-1:1. Sakkaroosisakka erotetaan sitten liuoksesta suodattamalla, sentrifugoinnilla tai vastaavilla muilla menetelmillä ja otetaan talteen puhdistetussa muodossa. Sakkaroosista erotettu^a/karboksyylihappoa sisältävä^a liuos^a voidaan kierrättää, jos halutaan, tai vapautetaan karboksyylihapposta.

Tämän keksinnön olennainen periaate on sakkaroosin saostamisen tekemällä liuottimen muutos. Sakkaroosilla ja ei-sokereilla sokeria sisältävissä mehuissa on erilaiset liukoisuudet eri liuottimissa. Tavallisen vesisysteemin kaikki epäpuhtaudet kuten myös sakkaroosi ovat erittäin liukoisia. Jos liuottimen muutos tehdään riittävästi alentamaan sakkaroosin liukoisuutta, sakkaroosi saostuu liuoksesta. Alifaattisilla karboksyylihapoilla, joilla on keskimääräinen hiiliketju n. 2-6, on erinomaiset ominaisuudet tähän tarkoitukseen siinä, että sakkaroosilla on hyvin alhainen liukoisuus niihin, kun taas kaikki epäpuhtaudet, jotka normaalisti liittyvät sakkaroosia sisältäviin kasvimehuihin, ovat erittäin liukoisia sellaisiin happoihin. Vastakohtana tähän sakkaroosi on erittäin liukoinen muurahaishappoon. Epäpuhtauksien

saostuminen sakkaroosin mukana ei ole toivottavaa, koska se aiheuttaa sakkaroosin alentuneen talteenoton tätä seuraavissa puhdistusprosessin vaiheissa. Valittujen karboksyylihappojen tapauksessa potentiaalisesti myyntilaatuista sakkaroosia voidaan tuottaa suoraan esikalkitusta väkevöidystä sokerijuurikasmehusta.

Liuottimen muutos suoritetaan mehuissa, jotka ensin on väkevöity korkeaan kiintoaineepitoisuuteen. Liuotinsysteemi voi koostua puhtaasta tai jossain määrin laimennetusta valitusta haposta, kierrätetystä liuotinvirrasta tai näiden kahden seoksesta. Sellainen happo on edullisesti etikkahappo, propionihappo, voi happo, valeriaanahappo, kapronihappo tai näiden seokset, ~~paitsi milloin liuos on melassi tai melassista johdettu, jossa tapauksessa, jos yhtään etikkahappoa on mukana, mutta alifaattisista karboksyylihapoista on myös mukana.~~ Ymmärretään myös, että valittu happo voi olla seos, joka sisältää alifaattisia karboksyylihappoja, joiden hiiliketjun pituus on yli 6 tai alle 2, edellyttäen, että keskimääräinen hiiliketjun pituus on n. 2-6. Näin ollen muurahaishappoa voi olla mukana, mutta vain seoksena muiden alifaattisten karboksyylihappojen kanssa niin, että happoseoksen keskimääräinen sakkaroosin liukoisuus on hyväksyttävän alhainen.

Sen sakkaroosin puhtautta, joka on tuotettu saattamalla liuos kontaktiin hapon kanssa, voidaan parantaa esikäsitteilyvaiheilla kuten niillä, joita normaalisti käytetään sokerimehujen yhteydessä. Sakkaroosin kiteytyminen paranee suuresti valitulla happoliuotinsaostuksella verrattuna vesisysteemiin, ja tasapainoa lähestytään tarkasti huoneen lämpötilassa alle kahdessa tunnissa useimmissa laboratorio-olosuhteissa.

Tapauksessa, jossa sokerimehu puhdistetaan tavanomaisella tekniikalla, kuten on aiemmin kuvattu, mehu väkevöidään korkeaan kiintoaineeprocenttiin välille 55-96 ^{Brix} %. Väkevöity vesiliuos syötetään sitten esimerkiksi etikkahappoon tai kierrätettyä etikkahappoa sisältävään liuokseen, jossa sakkaroosi saostuu korkealla saannolla ja hyvin puhtaana. Kiteiden ja

liuoksen muodostaman lietteen viskositeetti on hyvin alhainen ja kiteet voidaan ottaa talteen tavanomaisilla suodatusmenetelmillä, kuten pyörivällä imusuodattimella. Erottamisesta saatu emäliuos sisältää pieniä määriä liuonnutta sakkaroosia, sakkaroosin pitoisuuden ollessa vesimäärän, epäpuhtauksien määrän ja etikkahapon pitoisuuden funktio.

Veden ja valitun karboksyylihapon painosuhte kontaktivyöhykkeessä on tavallisesti välillä 0,02-0,2:1 ja ei-sokereiden ja valitun hapon painosuhte on tavallisesti välillä 0,1-1,0:1.

Valittu happo täytyy ottaa talteen sokerin puhdistusprosessin taloudellisinta toimintaa varten. Etikkahapon tapauksessa on oltava huolellinen, koska etikkahappoliuoksesta veden poistaminen keittämällä pyrkii aiheuttamaan huomattavan hajoamisesta johtuvan etikkahapon tappion niin, että prosessia täytyy käyttää olosuhteissa, jotka takaavat riittävän vesimäärän tappion minimoimiseksi. Vaihtoehtoisesti voidaan käyttää tekniikoita, kuten talteenottoa liuotinuutolla, jossa käytetään nestemäistä hiilidioksidia tai jotain muuta liuotinta, johon karboksyylihapolla on hyvä liukoisuus.

Huomattavasti nopeampi ja laajempi sakkaroosikiteiden kasvun hallinta voidaan saavuttaa lisäämällä sakkaroosia sisältävä vesiliuos valittuun happoon, jota seuraa nopea dispergoiminen happoon. Sakkaroosia sisältävän liuoksen hidas dispergoiminen happoon tai hapon lisäys vesiliuokseen aiheuttaa paikallista ylikyllästymistä ja tuottaa pienten sakkaroosikiteiden muodostumista tehden sakkaroosin talteenoton vaikeammaksi.

Tapauksessa, missä tavanomaista liuoksen puhdistamista ei ole suoritettu ennen sekoittamista, huomattava taloudellinen etu saavutetaan useasta syystä. Ensinnä, tavallisen puhdistuksen kustannus eliminoidaan sokerin tuotantokustannuksista; toiseksi myytävien ei-sokereiden tuotanto lisääntyy 50 %:iin asti; ja kolmanneksi, uutto paranee huomattavasti, koska vain saatuun melassiin jää alhainen sakkaroosipitoisuus.

Huomattavat vähennykset energiatarpeessa ovat mahdollisia tapauksessa, missä sakkaroosi myydään sellaisena kuin se tuotetaan tai missä se liuotetaan ja myydään liuoksena. Jos halutaan tavallista kiteistä sakkaroosia, energian tarve on edelleen vähentynyt, koska sokerin puhdistusprosessin väli- ja raakakäsittelyvaiheita ei tarvita nykyisessä muodossa johtuen sokerin korkeasta puhtaudesta ja kyvystä palauttaa käsittelytehtaalle alhaisen puhtauden omaavia siirappeja, jotka lopulta saatetaan liuotinsaostusvaiheeseen.

Menetelmää voidaan soveltaa monissa vaihtoehtoisissa kohteissa sokerijuurikastehtaalla, riippuen halutun sokerin laadusta ja halutusta epäpuhtauksien tuotannosta. Esimerkit näistä mahdollisuuksista on esitetty alla:

Vaihtoehto 1:

Tavallinen käsittelemätön sokerijuurikkaan diffuusiomehu väkevöidään välille 55-96 Brix, jonka aikana pH:ta säädetään. Mehu syötetään sitten halutun karboksyylihapon kontaktivyöhykkeeseen, jossa sakkaroosi saostuu liuoksesta. Sakkaroosi erotetaan ja otetaan talteen suodattamalla tai muilla kiinteiden aineiden erotustekniikoilla. Erotettu sokeri sisältää sokerijuurikasmehuun suspendoituneen kiintoaineen ja osan kolloidaalisesta materiaalista.

Vaihtoehto 2:

Tavallinen sokerijuurikasmehu käsitellään esikalkitustekniikalla tai defekaatiotekniikalla suspendoituneen kiintoaineen ja proteiinipitoisen materiaalin poistamiseksi sekä mehun kirkastamiseksi ja stabilisoimiseksi. Mehu väkevöidään sitten säädetyssä pH:ssa 55-96 Brix:iin ja syötetään valitun karboksyylihapon sekoitusvyöhykkeeseen, missä sakkaroosi eroaa emäliuoksesta. Tässä tapauksessa liuotinsaostuksen olosuhteiden huolellisella hallinnalla voidaan tuottaa korkean puhtauden omaavaa sakkaroosia suoraan myytäväksi. Sakkaroosi voidaan erottaa emäliuoksesta suodattamalla tai muilla tekniikoilla, ja jäljelle jäänyt etikkahappo poistaa ilmakuivauksella, liuotinuutolla tai jollain toisella tekniikalla.

Vaihtoehto 3:

Sokerijuurikkaan diffuusiomehu puhdistetaan ensin tavanomaisin keinoin ja sitten väkevöidään 55-96 % (Brix) kiintoaineeseen. Saatu mehu syötetään valitun karboksyylihapon kontaktivöhykkeeseen, jossa sakkaroosi eroaa emäliuoksesta. Tässä tapauksessa liuotinsaostukseen liittyvien olosuhteiden huolellisella valvonnalla voidaan tuottaa hyvin puhdasta sakkaroosia myyntiin. Sakkaroosi voidaan erottaa emäliuoksesta suodattamalla tai jollain toisella kiinteä-neste-erotustekniikalla ja jäännösetikkahappo poistaa ilmakeivauksella, liuotinuutolla tai jollain toisella tekniikalla.

Vaihtoehto 4:

Sokeritehdasta voidaan käyttää tavallisella tavalla raakasokeriliuoksen käsittelyyn asti. Tässä tapauksessa raakakiteytymisen täyttömässä väkevöidään niin korkeaan Brix-lukuun kuin sitä voidaan käsitellä ja materiaali syötetään sen jälkeen valitun hapon kontaktivöhykkeeseen, jossa sakkaroosi saostuu emäliuoksesta. Saostettu sakkaroosi palautetaan tavallisella tavalla korkeasulattimeen, missä se käytetään tavallisella tavalla valkean sokerin tuottamiseen.

Vaihtoehto 5:

Ruokosokerin tuotannossa mehu, missä tahansa prosessivaiheessa, joka on analoginen niille vaiheille, jotka on lueteltu vaihtoehtoisissa 1, 2, 3 ja 4, väkevöidään 55-96 Brix:iin ja syötetään valitun hapon kontaktivöhykkeeseen, missä sakkaroosi saostuu liuoksesta ja otetaan talteen joko myyntiä tai edelleen uudelleenprosessointia varten.

Vaihtoehto 6:

Raaka ruokosokeri liuotetaan veteen 55-96 Brix:in liuoksen valmistamiseksi ja syötetään edelleen valitun karboksyylihapon kontaktivöhykkeeseen, missä sakkaroosi erotetaan emäliuoksesta, kuten on aikaisemmin kuvattu.

Vaihtoehto 7:

Tietty sakkaroosia sisältävät jätevirrat, kuten ne, jotka liittyvät säilöntäoperaatioihin, väkevöidään pH-säädöllä

55-96 Brix välille ja syötetään valitun karboksyylihapon kontaktivyyhykkeeseen kuten yllä on kuvattu sakkaroosin saostamiseksi siitä.

Vaihtoehto 8:

Melassi voidaan saattaa kontaktiin valitun karboksyylihapon kanssa saatavilla olevan sakkaroosin poistamiseksi.

Seuraavat spesifiset esimerkit kuvaavat edelleen tämän keksinnön tiettyjä luonteenomaisia piirteitä.

Esimerkki 1

Sakkaroosin talteenotto (raa'asta) sokerijuurikasmehusta

1700 ml:n näyte sokerijuurikasmehusta (13,87 paino-% kiintoainetta, 86,7 paino-% puhtaus) käsiteltiin 35 ml:lla noin 30° Brix kalkkimaitoa niin että pH:ksi tuli 10,3 50°C:ssa. Erottunut liete poistettiin suodattamalla ja suodos karbonoitettiin tavanomaisesti pH-arvoon 7,6 35°C:ssa. Suodos kuumennettiin sitten 90°C:een ja suodatettiin kalsiumkarbonaatin poistamiseksi.

Yllä kuvatulla tavalla saatu 745,0 g:n käsitelty mehunäyte laitettiin taarattuun 2 litran imupulloon, joka oli varustettu ilmastusputkella ja mehunäytteen vesi haihdutettiin ilmavirrassa. Lämpö tuotiin vesihauteella. Kun jäljelle jäänyt siirappi oli saavuttanut 89,0 paino-% kiintoainetta, pullo poistettiin vesihauteesta, kytkettiin pois ilmalähteestä ja 127 ml jääetikkaa lisättiin kuumaan siirappiin. Sakkaroosi saostui välittömästi. Liuoksen annettiin jäähtyä huoneen lämpötilaan ja tuote kerättiin imusuodatuksella. Suodatin-kakku pestiin kolmella 30 ml:n erällä jääetikkaa ja neljällä 25 ml:n erällä asetonia ja kuivattiin sitten 80°C:ssa yhden tunnin ajan. Saanto oli 81,7 g sakkaroosia, jonka pol oli 97,9° S. Saanto, joka perustui saatuun sakkaroosiin ja korjattiin tuotteen puhtaudella, oli 89,3 %. Vastaavasti tämän menetelmän osoitettiin olevan nopea ja käytännöllinen antaen suuren välittömän sakkaroosin talteenoton sokerin puhdistusvirrasta.

Esimerkki 2Sakkaroosin talteenotto laimeasta mehusta

Laitteisto, jota käytettiin tässä ajossa, oli identtinen sen kanssa, jota käytettiin esimerkissä 1. 677,2 g:n erä laimeaa mehua (13,08 paino-% kiintoainetta, 88,8 paino-% puhtaus) laitettiin taarattuun 2 litran imupulloon ja poistettiin vettä kunnes siirapin kiintoainepitoisuus saavutti 89,9 paino-%. 110 ml:n erä jääetikkaa lisättiin kuumaan siirappiin ja sakkaroosi saostui nopeasti. Punnitus ja kuivaus suoritettiin kuten esimerkissä 1. Yhteensä saatiin 71,39 g 97,7° S pol sakkaroosia. Saanto perustuen saatuun sakkaroosiin ja korjattuna tuotteen puhtaudella oli 88,6 paino-%.

Esimerkki 3Sakkaroosin talteenotto paksusta mehusta

205,0 g:n erä paksua mehua (67,72 paino-% kiintoainetta, 87,4 paino-%:n puhtaus) laitettiin esimerkissä 1 kuvattuun haihdutuslaitteeseen ja poistettiin vettä tavallisella tavalla. Kun kiintoainepitoisuus saavutti 91,0 paino-%, lisättiin etikkahappoa (170 ml) kuumaan siirappiin ja sakkaroosi saostui nopeasti. Tuotteen eristys esimerkin 1 menetelmän kanssa analogisella tavalla antoi 112,61 g 98,0°S pol sakkaroosia. Saanto perustuen saatuun sakkaroosiin ja korjattuna tuotteen puhtaudella oli 90,9 paino-%.

Esimerkki 4Raa'an ruokosokerin puhdistaminen

100,0 g näyte raakaa ruokosokeria (96,3°S pol) sekoitettiin 25,0 g:n erän kanssa vettä ja vesi haihdutettiin kunnes kiintoainepitoisuus oli saavuttanut 88,5 paino-%. 125 ml:n erä jääetikkaa lisättiin kuumaan kiteiden ja siirapin muodostamaan lietteeseen ja sakkaroosi saostui tavallisella tavalla. Yhteensä saatiin 88,63 g 97,2°S pol sokeria. Saanto perustuen saatuun sakkaroosiin ja korjattuna tuotteen puhtaudella oli 89,4 paino-%.

Esimerkki 5Sakkaroosin talteenotto 55 Brix:iin karboroidusta sokerijuurikasmehusta

250,00 g:n näyte karbonoitua sokerijuurikasmehua (55,0 paino-% kiintoainetta, 87,0 paino-% puhtaus) sekoitettiin 25°C:ssa 1750 g:n erän kanssa jääetikkaa ja kiteytymisen annettiin tapahtua 25°C:ssa. Alussa olleen 0,5 tunnin induktiojakson jälkeen sakkaroosi saostui pieninä kiteinä. Kiteet eristettiin, pestiin ja kuivattiin tavallisella tavalla antaen 83,22 g 97,6°S pol sokeria (67,9 %:n saanto korjattuna pol:lla).

Esimerkki 6

Sakkaroosin talteenotto 96 Brix:iin täyttömässasta (emäliuoksen ja kiteiden seos)

100,20 g:n erä täyttömässaa (96,0 paino-% kiintoainetta, 89,6 paino-%:n puhtaus) kuumennettiin vesihauteella ja sekoitettiin 129,00 g:n kanssa kuumaa (noin 100°C) jääetikkaa. Sakkaroosi saostui nopeasti. Jäähdyttämisen jälkeen tuote kerättiin ja pestiin tavallisella tavalla antaen 77,53 g 99,4°S pol sokeria (88,2 %:n saanto korjattuna pol:lla).

Esimerkki 7

Sakkaroosin talteenotto paksusta mehusta propionihapolla

200,13 g:n erä juurikas pohjaista mehua (65,4 % kiintoainetta, 90,8 %:n puhtaus) laitettiin 1 litran pulloon ja vesi haihdutettiin ilmvirrassa kunnes kiintoainepitoisuus saavutti 88,4 %. 253,44 g:n erä n-propionihappoa kuumennettiin noin 100°C:een ja sitten lisättiin kaikki kerrallaan k^uumaan väkevöityyn mehuun sekoittamalla. 45 sekunnissa sakkaroosi alkoi kiteytyä. Jäähdyttämisen, suodattamisen ja pesun neljällä 150 ml:n erällä metanolia jälkeen, tuote kuivattiin uunissa. Saanto oli 109,0 g (99,0°S pol) sakkaroosia (91,7 %:n talteenotto korjattuna pol:lla).

Esimerkki 8

Sakkaroosin talteenotto paksusta mehusta n-voihapolla

141,84 g:n näyte paksua mehua (67,4 % kiintoainetta, 90,5 %:n puhtaus) käsiteltiin samalla tavalla kuin esimerkissä 7. 193,00 g:n erä n-voihappoa 100°C:ssa lisättiin kaikki yhdellä kertaa kuumaan väkevöityyn mehuun (90,0 % kiintoainetta).

Jäähdyttämisen, suodattamisen, pesun ja kuivauksen jälkeen sakkaroosin saanto oli 79,56 g ja pol oli 95,6^oS (91,9 %:n talteenotto korjattuna pol:lla).

Rinnakkaisessa kokeessa n-voihappo korvattiin muurahaishapol-la. Sakkaroosia ei kuitenkaan saostunut yhtään. Muurahaishap-po piti sakkaroosin liuoksessa.

Esimerkki 9

Sakkaroosin talteenotto paksusta mehusta happoseoksella
200,00 g:n näyte paksua mehua (68,06 % kiintoainetta, 90,0 %:n puhtaus) kuumennettiin vesihauteessa, jonka aikana vesi haihdutettiin ilmavirralla pienentämällä se 150,41 g:aan (136,12 g kiintoainetta). Se saatettiin sitten kontaktiin 100^oC:ssa seoksen kanssa, jossa oli 120-10 g etikkahappoa ja 144,16 g n-propionihappoa (vähennettynä 15,00 g:n erällä happoseosta, joka oli heitetty pois ennen kontaktiin saattamista), happo lisättynä kaikki yhdellä kertaa sokeriliuokseen sekoittaen. Saatu seos jäähdytettiin sitten huoneen lämpötilaan. Saostunut sakkaroosituote kerättiin suodattamalla ja pestiin 75 ml:lla n-propionihappoa ja sitten metanolilla ja sitten kuivattiin. Kuivattu tuote painoi 105,40 g antaen 86,0 %:n saannon (99,0^oS pol).

Esimerkit 1-9 kuvaavat selvästi, että kun juurikassokerin raaka (diffuusio)mehu, ohut mehu tai paksu mehu tai raaka ruokosokeriliuos väkevöidään noin 55-96 Brix:iin, sitten saatetaan kontaktiin 2-6 hiilen ketjunpituuden omaavan, valitun alifaattisen karboksyylihapon kuten etikkahapon, propionihapon, voihapon tai niiden seoksen kanssa, sakkaroosi saostuu välittömästi siitä korkealla saannolla ja otetaan helposti mehusta talteen suodattamalla, sentrifugoimalla tai vastaavilla menetelmillä. Samanlaisia tuloksia on saatu ruokosokerimehulla. Vastakohtana muurahaishappo liuottaa sakkaroosin.

Samansuuntaiset kokeet ovat osoittaneet, että mehut ja muut liuokset, jotka sisältävät sakkaroosia, kuten on kuvattu

vaihtoehtoissa 1-7 yllä, jotka liuokset on väkevöity 55-96 Brix:iin, voidaan helposti saostaa saattamalla kontaktiin etikkahapon, propionihapon, voihiapon, valeriaanahapon, kapronihapon tai alifaattisen karboksyylihiapon, jolla on keskimääräinen hiiliketjun pituus noin 2-6, seoksen kanssa pitoisuudessa, joka on riittävä antamaan veden ja valitun karboksyylihiapon painosuhteen noin 0,02-0,2:1. Saostamisen ja sakkaroosin talteenoton jälkeen valitun karboksyylihiapon liuos voidaan kierrättää sellaisenaan tai siinä oleva valittu karboksyylihappo voidaan ottaa talteen eri tavoilla uudelleen käyttöä varten.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä sakkaroosin talteenottamiseksi vesipitoisesta sakkaroosia sisältävästä liuoksesta, joka on kasvimehua tai johdettu siitä, ja jonka kiintoainepitoisuus on 55-96 paino-%, jossa menetelmässä käytetään alifaattista karboksyylihappoa sakkaroosin selektiiviseksi saostamiseksi mainitusta liuoksesta ja saostunut sakkaroosi erotetaan ja otetaan talteen, **tunnettu** siitä, että alifaattinen karboksyylihappo on ainoa saostava aine ja se on happo, joka sisältää 2-6 hiiliatomia tai se on alifaattisten karboksyylihappojen seos, joiden keskimääräinen hiiliketjun pituus on 2-6, ja happoa käytetään sellaisessa määrässä, että veden ja hapon painosuhte mainitussa liuoksessa on alueella 0,02:1 - 0,2:1, ja ei-sakkaroosimateriaalin ja hapon painosuhte mainitussa liuoksessa on alueella 0,01:1 - 1,0:1.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että happoa käytetään ylimäärä verrattuna vesipitoisen sakkaroosia sisältävän liuoksen määrään.
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että mainittu happo on etikkahappoa, edullisesti jäädetikkaa.
4. Jonkin patenttivaatimuksen 1-3 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että vesipitoinen sakkaroosia sisältävä liuos on sokerijuurikasmehua, sokeriruokomehua tai on johdettu niistä tai on niiden seos.
5. Jonkin patenttivaatimuksen 1-4 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että vesipitoinen sakkaroosia sisältävä liuos on käsittelemätöntä sokerijuurikasmehua; sokerijuurikasmehua, joka on esikalkittu ja/tai esidefekaatioitu suspendoituneiden kiintoaineiden ja proteiinipitoisen materiaalin poistamiseksi ja mehun selkeyttämiseksi; sokerijuurikasmehua, joka on puhdistettu tavanomaisin menetelmin; liuotettua raakasokeria; tai sokeripitoista liuosta purkitusoperaatiosta.

6. Jonkin patenttivaatimuksen 1-5 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että liuoksesta saostetun sakkaroosin erottamisen ja talteenottamisen jälkeen saatua liuosta käsitellään hapon talteenottamiseksi.

7. Minkä tahansa patenttivaatimuksen 1-6 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että yhteensaattamista hapon kanssa tehostetaan lisäämällä sakkaroosia sisältävä liuos happoon ja dispergoimalla liuos happoon suurten sakkaroosikiteiden nopean kasvun edistämiseksi.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer,
utläggnings- och patentskrifter:

FI _____

CH _____

DE *p 20595 (89)*

DK _____

FR _____

GB _____

NO _____

SE _____

US _____

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron
eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

EP

WO

BE 5218 22

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Terttu Piipponen

Allekirjoitus