



(B) (11) **KUULUTUSJULKAISU
UTLAGGNINGSSKRIFT**

86684

C (40) **Patenttihallitus**
Patenttihallitus 12 10 1982

(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5

A 23L 1/22, A 23J 3/14, 3/32

SUOMI-FINLAND

(FI)

**Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen**

(21) Patenttihakemus - Patentansökning	864489
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	05.11.86
(24) Alkupäivä - Löpdag	05.11.86
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	26.05.87
(44) Nähtäväsipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	30.06.92
(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet	
25.11.85 CH 5013/85 P	

(71) Hakija - Sökande

1. Societe des Produits Nestle S.A., Vevey, Switzerland, (CH)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Faesi, Roland, Saentisstrasse 1 A, 8311 Bruetten, Switzerland, (CH)
2. Werner, Giancarlo, Rosenbuehlstrasse 31, 8044 Zürich, Switzerland, (CH)
3. Wolfensberger, Ursula, Zelglistrasse 11, 8320 Fehraltorf, Switzerland, (CH)

(74) Asiamies - Ombud: Leitzinger Oy

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

**Menetelmä ja laitteisto mausteiden valmistamiseksi
Förfarande och anordning för framställning av kryddor**

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

AU A 441069 (C 11b), DE B 1057435 (53 i 2/02), US A 4073961 (A 23J 1/18),
US A 3503854 (B 01d 3/10), US A 3322650 (203-1),
Seifen-Öle-Fette-Wachse, vol. 105, nro 18, 1979, H. Stage, "Heutiger Entwicklungsstand der
Anlagen zur physikalischen Raffination pflanzlicher Öle", p. 531-533,
Chemical Abstracts, vol. 95 (1981) 40937d, J. Assoc. Off. Anal. Chem. 1981, vol. 64 (3),
p. 769-771

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Menetelmä, jossa kasvikunnan proteiinit hydrolysoidaan käyttämällä väkevää kloorivetyhappoa, hydrolysaatti neutraloidaan, minkä jälkeen ensiksi liukenemattomat aineet erotetaan niistä pois ja viipymisajan jälkeen toiset liukenemattomat aineet erotetaan pois. Sen jälkeen kun ensimmäiset ja toiset liukenemattomat aineet ovat erotetut toisistaan, hydrolysaatti saatetaan höyrytislauksittelyn alaiseksi alennetussa paineessa, jolloin ylläpidetään hydrolysaatin tiheys olennaisesti arvoltaan samansuuruisena, jotta täällöin voitaisiin eliminoida seoksessa läsnäoleva 1,3-dikloori-propaani-2-oli.

Förfarande, i vilket växtproteiner hydrolyseras med koncentrerad klorvätesyra, hydrolysatet neutraliseras, varefter en första olöslig substans bortsepareras och efter att ha fått stå, bortsepareras en andra olöslig substans. När den första och den andra olösliga substansen bortseparerats ångdestilleras hydrolysatet under sänkt tryck, medan hydrolysatets täthet hålles vid ett väsentligen konstant värde för att eliminera närvarande 1,3-diklorpropan-2-ol.

Menetelmä ja laitteisto mausteiden valmistamiseksi -
Förfarande och anordning för framställning av kryddor

- 5 Tämän keksinnön kohteena on menetelmä mausteiden valmistamiseksi, jossa kasvikunnasta saadut proteiinit hydrolysoidaan väkevällä kloorivetyhapolla, hydrolysaatti neutraloidaan, minkä jälkeen ensiksi liukenevat aineet erotetaan niistä pois ja viipymisajan jälkeen toiset liukenevat aineet erotetaan niistä erilleen, sekä myöskin höyrytislauslaitteisto tämän menetelmän toteuttamiseksi.
- 10
- Äskettäin suoritetuissa tutkimuksissa on todettu, että sellaiset ei-vaalennetut nestemäiset mausteet, jotka ovat valmistetut hydrolysoimalla kasvikunnan proteiineja käyttämällä väkevää kloorivetyhappoa, sisältävät huomattavan 15 suuressa määrin kloorihydriinejä, joihin kuuluu monissa tapauksissa hallitsevana suhteellisena määränä aine 1,3-dikloori-propaani-2-oli. Tämän johdosta syntyy pulma näiden aineiden poistamiseksi. Monia menetelmiä on ehdotettu 20 näiden komponenttien poistamiseksi.
- Nyt on todettu, että tahnat, jotka aikaansaadaan väkevöimällä näitä mausteita haihduttamalla tai niiden mausteiden aktiivihiilellä värittömiksi tehdyt muodot, sisältävät 25 olennaisesti pienempiä pitoisuuksia kloorihydriinejä. Väkevöinti haihduttamalla vaatii kuitenkin suhteellisen suuren määrän energiaa. Samoin värin poistamiseen aktiivihiilellä esimerkiksi suodatinpuristimissa ei ainoastaan liity suuria toiminto- ja laitekustannuksia vaan se myöskin 30 olennaisesti muuttaa mausteen organoleptisiä laatuominaisuuksia, minkä jälkeen seurauksena sille tunnusomainen maku muuttuu, jolloin kuitenkin sen aromia muuttava vaikutus säilyy.
- 35 Eräs toinen mahdollisuus hydrolysoida lähtöaine, joka ei lainkaan sisällä rasvoja, on se, että glyserolia käytetään hyvin tarkkaan prekursorina, minkä johdosta kloorihydriinien

syntyminen tulee mahdolliseksi kloorivetyhapon kanssa. Toisaalta tämän kaltaiset lähtöaineet ovat kaupallisesti hankalasti saatavissa ja toisaalta ne voivat olennaisesti muuttaa mausteen organoleptidisä laatuominaisuuksia.

5

Hydrolyysi voidaan suorittaa myöskin käyttämällä kloorittomia mineraalihappoja kuten rikkihappoa tai fosforihappoa. Kuitenkin tällainen traditionaalisten prosessien modifiointi voi myös vaikuttaa haitallisesti täten saatavan mausteen organoleptisiin laatuominaisuuksiin.

10

Eräs toinen mahdollisuus erottaa kloorihydriinejä sisältävä hydrolysaattijae on rektifiointi eli jakotislaus. Joka tapauksessa tämän kaltaiseen prosessiin kuuluu ainakin kaksi erotusvaihetta, mikäli toivotaan aikaansaada varsinkin sellaista lopputuotetta, jonka komponentit muodostavat tärkeän organoleptisen funktion mutta jotka ovat suuremmissa määrin haihtuvampia kuin kloorihydriinit.

15

20

Esillä olevan keksinnön tarkoituksena on aikaansaada sellainen menetelmä mausteiden valmistamiseksi, jolla on mahdollista eliminoida kloorihydriinit ja varsinkin yhdiste 1,3-diklooripropaani-2-oli yksinkertaisella ja tehokalla tavalla ilman, että täten vaikutettaisiin mausteiden tiheyteen tai niiden aminohappokompositioon tai niiden organoleptisiin ominaisuuksiin.

25

Tämän päämäärän saavuttamiseksi on esillä olevan keksinnön mukaiselle menetelmälle tunnusomaista se, että ensimmäisten tai toisten liukenemattomien aineiden poiserottamisen jälkeen hydrolysaatti saatetaan höyrytislauskäsittelyyn lämpötiloissa 45 - 70°C paineissa 100 - 321 mbar pitämällä hydrolysaatin tiheys olennaisesti vakiosuuruisena 1,250 - 1,265 g/cm³ tarkoituksena eliminoida siinä oleva 1,3-dikloori-propan-2-oli.

30

35

Esillä oleva keksintö kohdistuu myöskin keksinnön mukaisen menetelmän toteuttamiseksi tarkoitettuun höyrytislauslaitteistoon, johon kuuluu tislauskolonne, jossa on yläosa, lieriömäinen runko-osa, joka on täytetty täyte­kappaleilla sekä sump­pu, kaasunpumppausyksikkö, joka on kytketty tähän yläosaan, putki hydrolysaatin johtamiseksi, joka putki on liitetty kolonniin rungon ja yläosan väliin, höyryn syöttöputki, joka on kytketty tähän kolonniin sumpun ja rungon väliin sekä putki hydrolysaatin poistamiseksi sumpusta.

Tällä laitteistolle on tunnusomaista se, että

i) yläosan halkaisija on olennaisesti suurempi kuin rungon halkaisija, yläosa on liitetty runkoon katkaistun kartion muotoisella kaulalla, jolloin lieriömäinen paisuntakaulus, jossa on ainakin yksi virtausaukko, on sijoitettu konsentrisesti kaulan sisäseinämää vastaan, ja jolloin putki hydrolysaatin syöttämistä varten päättyy rengasmaiseen tilaan, jonka katkaistun kartion muotoinen kaula ja paisuntakaulus muodostaa ja jakoelin hydrolysaattia varten on sijoitettu paisuntakauluksen alapuolelle,

ii) se lisäksi käsittää järjestelmän hydrolysaatin lämpötilan säätämiseksi, joka on kytketty syöttöputkeen ja sähköisesti kytketty elektronisella lämpötilan säätöyksiköllä kennoon hydrolysaatin tiheyden mittaamiseksi, joka kenno on kytketty poistoputkeen.

Nyt on tehty se yllättävät havainto, että on mahdollista eliminoida olennaisesti kaikki 1,3-dikloori-propaani-2-oli hydrolysaatista yksinkertaisessa työvaiheessa, joka seuraa mainitun ensimmäisen ja mainitun toisen liukenemattoman aineen erottamista, että tämä eliminointi voidaan suorittaa pitämällä hydrolysaatin tiheys olennaisesti vakioarvoisena, ja että näin saadun aminohapposeoksen pitoisuus ja mausteeneste­en organoleptiset laatuominaisuudet pysyvät olennaisesti muuttumattomina verrattuna tavanomaisilla menetelmillä saatuihin mausteisiin.

Jäljempänä olevassa patenttiselityksen tekstissä lyhennys DCP tarkoittaa 1,3-dikloori-propaani-2-olia. Kuten edellä on mainittu, kasvikunnan proteiinien hydrolyysillä valmistettu mauste, käyttämällä väkevää kloorivetyhappoa, voi
5 sisältää muita kloorihydriinejä kuin yhdistettä DCP, varsinkin lähinnä 3-kloori-propaani-1,2-diolia ja 2,3-dikloori-propaani-1-olia. Toisaalta kuitenkin näiden kloorihydriinien pitoisuudet mausteissa ovat yleensä pienemmät kuin yhdisteen DCP, koska toisaalta on todettu, että nämä muut
10 kloorihydriinit saadaan myös olennaisesti eliminoiduiksi samanaikaisesti kuin yhdiste DCP tämän keksinnön mukaista menetelmää toteutettaessa. Täten on riittävää määrittää aineen DCP pitoisuus mausteissa sillä tarkoituksella, jotta voitaisiin määrittää onko mausteessa olevan kloorihydriinin
15 pitoisuus tietyissä rajoissa vai eikö se ole.

Lisäksi tässä patenttiselityksessä sanontaa "eliminoida" käytetään sellaisissa ilmaisuissa kuin "eliminoida aine DCP mausteista ja höysteistä" tarkoittamaan sitä, että suurin
20 osa tästä aineesta poistetaan siten, että jäljelle jää sitä vain olennaisesti vähämerkityksellinen suhteellinen osa. Tässä suhteessa on huomattava, että se analyyttinen menetelmä, jota käytetään aineen DCP määrittämiseksi mausteissa so. aineen DCP pitoisuus mausteissa, on osuudeltaan olennaisesti ratkaiseva suhteessa tulosten toistettavuuteen.
25 Täten erityisen luotettava menetelmä, joka varmistaa kymmenesmiljoonasosien suuruisten pitoisuuksien varman määrittäksen, on kehitetty esillä olevan keksinnön tarkoitusten saavuttamiseksi. Tämä menetelmä on selostettu yksityiskohdaisesti jäljempänä juuri ennen esimerkkejä.
30

Esillä olevan keksinnön mukaisen menetelmän toteuttamiseksi voidaan käyttää eri lähteistä saatavia lähtöaineita. On esimerkiksi mahdollista käyttää öljysiemenkakkuja, vilja-gluteenia tai rasvatonta soijajauhetta.
35

Niinpä voidaan hydrolyysissä käyttää väkevää kloorivetyhappoa. Niinpä on esimerkiksi mahdollista käyttää pitoisuudeltaan 4N - 8N ja edullisemmin 6N kloorivetyhappoa, so. sellaista kloorivetyhappoa, jonka pitoisuus on suunnilleen 15 - 25 % ja sopivimmin 20 paino-%. Hydrolyysi voidaan toteuttaa emaljoiduissa säiliöissä sekoittamalla lähtöainetta hitaasti happoon lämpötilassa 70 - 120°C useiden tuntien pituisina ajanjaksoina, esimerkiksi 6 - 13 tuntia. Tumman väristä hydrolysaattia, joka sisältää suuren suhteellisen määrän niin sanottuja liukenemattomia humusaineita, joita tässä patenttiselityksessä kutsutaan ensimmäisiksi liukenemattomiksi aineiksi, saadaan yleensä prosessin tässä vaiheessa. Hydrolysaatti voidaan neutraloida väkevällä emäksellä, sopivimmin natriumkarbonaatilla joko kuivana tai tahnamaisessa muodossa, jolloin saadaan pH-arvo suunnilleen 5,0 - 6,0. Neutraloitu hydrolysaatti voidaan tämän jälkeen suodattaa ensimmäisten liukenemattomien aineiden eliminoimiseksi siitä. Hydrolysaatti voidaan saattaa edellä selostetun höyrytislauksittelyn alaiseksi tässä toisessa käsittelyvaiheessa tai sen jälkeen, kun se on saanut seistä. Hydrolysaatti voidaan jättää seisomaan pitemmäksi tai lyhyemmäksi ajaksi, esimerkiksi muutamiksi päviksi tai muutamiksi viikoiksi riippuen siitä tarkoituksesta, johon se on kohdistettu, tarkoituksena aikaan saada hitaasti kiteytyvien aineiden erottuminen ja kolloidaalisten hiukkasten agglomerointi hitaasti, joita aineita kutsutaan tässä patenttiselityksessä toisiksi liukenemattomiksi aineiksi. Nämä toiset liukenemattomat aineet voidaan poistaa suodattamalla. Lopuksi hydrolysaatille voidaan suorittaa edellä selostettu höyrytislauksittely tässä kolmannessa vaiheessa, ellei sitä suoriteta ensiksi mainittujen liukenemattomien aineiden poistamisen jälkeen. Tällöin saadaan tumman väristä nestemäistä hydrolysaattia, jonka laatua arvostellaan sitä paremmaksi kuta suurempi on sen tiheys. Tämän johdosta prosessin edellä mainitut vaiheet toteutetaan edullisimmin sillä tavoin,

että saadaan sellaista hydrolysaattia, jonka tiheys on 1,250 - 1,265 g/cm³.

5 Edellä mainittujen ensimmäisten tai toisten liukenemattomien aineiden erottamisen jälkeen hydrolysaatille suoritetaan höyrytislauksäsitely alennetussa paineessa, jolloin pidetään hydrolysaatin tiheys olennaisesti vakiosuuruisena tarkoituksena eliminoida aine DCP siitä pois. On todettu, että on tärkeää toteuttaa tämän höyrytislauksäsitelyvaihe 10 kohtuullisissa lämpötilaolosuhteissa, jolloin hydrolysaatin organoleptiset ominaisuudet pysyvät muuttumattomina ja sellaisissa työolosuhteissa joissa olennaisesti ei tapahdu hydrolysaatin laimennusta, millä seikalla edistetään aineen DCP poistamisprosessin mahdollisimman hyvää tehokkuutta.

15 Tämän höyrytislauksprosessi toteutetaan edullisimmin lämpötiloissa 45 - 70°C paineissa 100 - 320 mbar saattamalla ylös-nousevan höyryn 10 - 20 paino-osaa/tunti höyryä kosketuksiin hydrolysaatin 100 paino-osaa/tunti kanssa kontakti- 20 vyöhykkeessä kautta, jonka korkeus on 5 - 15 m ja joka on täytetty kontaktielementeillä eli täytekappaleilla. On todettu, että tisleen lämpötilan ei sallita nousevan yli 70°C, mikäli on tarkoitus olla vaikuttamatta millään tavoin hydrolysaatin organoleptisten ominaisuuksien muuttumiseen. 25 On edullista toimia edellä mainitun lämpötila-alueen yläosassa, jotta ei tarpeettomasti lisättäisi energian kulu- tusta, jota energiaa tarvitaan toisaalta kolonnin paineen alentamiseksi ja toisaalta DCP-sisältävän höyryn kondensoi- miseksi.

30 Edellä mainittu paine 100 - 320 mbar vastaa olennaisesti höyryn painetta lämpötiloissa 45 - 70°C. Tämän johdosta on edullista toimia sellaisissa olosuhteissa, joissa hydrolysaatti ja tislauks-höyry ovat olennaisesti termaalisessa 35 tasapainossa mainitun kontaktivyöhykkeen koko korkeudelta, jolloin hydrolysaatin kiehumispiste ei osoita mitään oleellista nousua suhteessa veteen.

Hydrolysaatin ja höyryn ne vastaavat määrät, jotka saate-
taan toistensa kanssa kosketuksiin, riippuvat nimenomaan
jäljelle jääneestä DCP pitoisuudesta hydrolysaatissa, joka
on toivottu saatavaksi, kontaktivyöhykkeen korkeudella ja
5 tämän vyöhykkeen käytettävissä olevalla kontaktipinnalla.
Hydrolysaatin ja höyryn keskeinen suhde kontaktivyöhykkeen
korkeudella edellä mainitun mukaisesti mahdollistaa aineen
DCP pitoisuuden mausteessa vähennettäväksi kertoimella
suunnilleen 10 - 100. Toisin sanoen nämä seikat mahdollis-
10 tavat aineen DCP pitoisuuden hydrolysaatissa, joka on
1 - 10 ppm, vähentämisen esimerkiksi arvoihin
0,2 - 0,5 ppm. Toivottua reduktiokerrointa varten on tällä
tavoin mahdollista käyttää vain mahdollisimman pieni määrä
höyryä ja tällä tavoin kuluttaa ainoastaan vain mahdolli-
15 simman pieni määrä energiaa. Toistensa kanssa kosketuksiin
saatettavien höyryn ja hydrolysaatin absoluuttiset arvot
tuntia ohti, toisin sanoen virtaamat voidaan valita siten,
että DCP-virtaamistaso lähestyy optimaalista tasoa suhteel-
lisen laajalla alueella, jonka yläpäättä rajoittaa vaara
20 huomattavien hydrolysaattimäärien poistumisesta ylivoimak-
kaan höyrynvirtauksen myötä.

Mitä tulee käytettävissä olevaan kontaktipintaan tässä vyö-
hykkeessä, on edullista niin suuressa määrin kuin mahdol-
25 lista ja on tarkoituksenmukaisesti todettu, estää ennakolta
arvaamattomat kulkutiet höyryn suhteen, jotta aikaansaatai-
siin hydrolysaatin suora ja vapaa virtaus. Tätä tarkoitusta
varten on täten kontaktivyöhyke täytetty kontaktielemen-
teillä eli täytekappaleilla. Vaikkakin tähän tarkoitettut
30 kontaktikappaleet ovat mieluiten löysästi järjestetyt,
kuten kierukat tai putkikappaleet, on myöskin edullisinta
käyttää sellaisia kontaktikappaleita, jotka ovat ennakolta
määrätyssä järjestyksessä, kuten esimerkiksi poimutettuja
metallilevyjä, joihin on porattu reikiä ja joita käytetään
35 toistensa kesken poikittain poimutusten suhteen. Käyttämäl-
lä tämän kaltaisia kosketuskappaleita on mahdollista ai-
kaansaada sellainen kosketuspinta kosketusvyöhykkeen tila-

vuusyksikköä kohti joka on niinkin suuri kuin $250 \text{ m}^2/\text{m}^3$ esimerkiksi. Nämä myöskin mahdollistavat välttämättömän paine-eron aikaansaamisen kolonnin yläosan ja alaosan kontaktivyöhykkeiden välillä, so. kolonnin pään ja pohjan välillä, joka voidaan rajoittaa niinkin pieneksi kuin 5 muutamiksi kymmeniksi millibaareiksi. Tämän eron ei edullisesti tulisi olla suurempi kuin noin 100 mbar sen johdosta, että jos hydrolysaatin ja höyryn lämpötila on esimerkiksi 60°C kosketusvyöhykkeen yläosassa, se ei ylitä arvoa 70°C 10 kosketusvyöhykkeen alaosassa.

Tämän keksinnön mukaisen prosessin erään edullisen toteutusmuodon mukaan hydrolysaatin lämpötila ennen höyrytislausta pidetään arvossa, joka on $1 - 5^\circ\text{C}$ suurempi kuin 15 hydrolysaatin lämpötila kosketusvyöhykkeen yläpuolella. On todettu, että täten on mahdollista kompensoida hydrolysaatin pieni laimen tuminen, mikä johtuu pienen höyrymäärän kondensoitumisesta pitkin kosketusvyöhykettä. Tämä kondensoituminen on vaikeasti poistettavissa täydellisesti, koska 20 joka tapauksessa tietty määrä lämpöenergiaa häviää huolimatta siitä lämpöeristyskerroksesta, joka on valmistettu kosketusvyöhykkeen ja ulkopuolen välille.

Tämän keksinnön erään edullisen suoritusmuodon mukaan 25 hydrolysaatin tiheys pidetään olennaisesti vakiosuuruisena säätämällä hydrolysaatin lämpötila ennen tislauksista riippuen hydrolysaatin tiheydestä tislauksen jälkeen. Tämä toteutusmuoto on erityisesti tarkoitettu sitä tapausta varten, jossa hydrolysaatti saatetaan tämän höyrytislauksen alaiseksi sen jälkeen, kun edellä mainitut toiset liukene- 30 mattomat aineet ovat poistettut. Tämä on tässä tapauksessa syy siihen, että hydrolysaatin tiheys voi vaihdella erityisesti riippuen siitä ajasta, joksi se jätetään seisomaan. Jos hydrolysaatti otetaan eri säiliöistä sopivan seoksen 35 aikaansaamiseksi ennen pullotusta esimerkiksi, tämä toteutusmuoto tekee mahdolliseksi sen, että tiheys tulee automaattisesti säädetyksi täs mallisesti toivotun arvon ai-

kaanssaamiseksi. Niissä tapauksissa, jolloin kaikissa olo-
suhteissa on pyrkimyksenä säätää hydrolysaatin lämpötila
ennen tislauksista, tämä lämpötilan säätäminen voidaan
suorittaa haluttuihin arvoihin, jotka automaattisesti
5 säätäytyvät riippuen hydrolysaatin tiheydestä tislauksen
jälkeen. Mikäli mitattu tiheys on hieman liian pieni,
haluttu lämpötila on hieman nostettavissa sillä tavoin,
että hydrolysaatille suoritetaan pieni konsentroiminen
haihduttamalla tässä alennetussa paineessa. Mikäli päin
10 vastoin mitattu tiheys on liian suuri, haluttua lämpötilaa
voidaan hieman alentaa sillä tavoin, että hydrolysaatille
tapahtuu pieni laimennus kondensoimalla suorittamalla
höyrytislauks mainituksessa alennetussa paineessa. Tämä säätö-
periaate on todettu erityisen yksinkertaiseksi, varmaksi ja
15 tehokkaaksi käytännössä, mikäli nestemäisen mausteen sen
vähittäismyyntimuodossa on täytettävä erittäin tiukat
vaatimukset.

Mikä koskee höyrytislaukslaitteistoa tämän keksinnön mukai-
20 sen menetelmä toteuttamiseksi, on se valmistettu sillä
tavoin ja sillä ovat tunnusomaisia ne seikat, jotka ovat
edellä selostetut. Mitä tislaukskolonniin tulee, siihen
kuuluu kolonnin pää eli yläosa, lieriömäinen runko-osa,
joka on täytetty kontaktielementeillä eli täytekappaleilla
25 ja pohjaosa. Edullisimmin sitä ympäröi täydellisesti eris-
tysvaippa, jonka tarkoituksena on tehdä mahdollisimman
pieniksi lämpöhäviöt sisäpuolelta ulkopuolelle. Lieriömäi-
nen osa rajoittaa tätä kosketusvyöhykettä. Se voidaan
täyttää täytekappaleilla, jotka ovat sijoitetut toisiinsa
30 nähden löysästi, kuten kierukoilla tai putken kappaleilla
esimerkiksi. Se täytetään sopivimmin täytekappaleilla,
jotka ovat järjestetyt ennakolta määrättyyn järjestykseen.

Kolonnin yläpään halkaisija on olennaisesti suurempi kuin
35 sen rungon halkaisija. Tämä johtuu siitä seikasta, että
kolonnin pään suurempi halkaisija ratkaisee hydrolysaatin

vaahtoamisesta aiheutavan pulman poistamisen, mikä aiheutuu juuri siitä, että kolonnin yläpään täytyy olla suurempi.

5 Jos kolonnin yläpää olisi halkaisijaltaan sama kuin itse kolonni, se vaahto, joka muodostuu paisuvista kaasusta ja joka poistuu hydrolysaatista sen kulkiessa kolonnia pitkin tässä alennetussa paineessa, aikaansaisi sellaisen vaaran, että tämä vaahto nousisi liian korkealle kolonnin yläpäässä höyryn poistuessa kolonnissa, mistä johtuisi myöskin sel-
10 lainen vaara, että sen mukana poistuisi huomattavan suuri määrä hydrolysaattia.

Tämän johdosta tämän keksinnön mukaisen laitteiston kolon-
nin pää on liitetty katkaistun kartion muotoiseen kaula-
15 osaan, jossa lieriömäisessä paisuntakauluksessa on ainakin yksi virtaussuutin järjestettynä konsentrisesti tämän kau-
luksen sisäpinnan suhteen, jolloin tämä putki hydrolysaatin johtamiseksi avautuu rengasmaiseen tilaan, jota tämä kat-
kaistun kartion muotoinen kaula rajoittaa sekä myöskin
20 paisuntakaulus ja myöskin hydrolysaatin jakaja on järjes-
tetty tämän paisutuskauluksen alapuolelle. Tässä suoritus-
muodossa on myöskin se parannus, joka edesauttaa hydroly-
saatin vaahtoamisen aiheuttaman ongelman ratkaisua. Näin
vaahdolle ei ainoastaan ole laajempi tila hajota nousematta
25 liian korkealle, vaan myös hydrolysaatti, joka johdetaan
kolonniin saa suuremman tilan, joka edistää kaasujen vähem-
män rajun laajenemisen ja näin muodostuu vähemmän vaahtoa.
Paisuntakauluksessa on ainakin yksi virtaussuutin, jonka
kautta oleellisesti kaasusta vapautettu hydrolysaatti
30 pääsee virtaamaan hajoittimeen, jonka tarkoituksena on
hajoittaa se tasaisesti kaikkiin kontaktikappaleisiin yli
koko lieriömäisen osan poikkileikkauksen.

Tämä kaasunpumppausyksikkö on tarkoitettu aikaansaamaan ja
35 ylläpitämään edellä mainittua alennettua painetta ja se on
edullisesti liitetty tähän päähän sen yläosasta sillä
tarkoituksella, jotta se ei päästä kolonniin johdetussa

hydrolysaatissa olevien kaasujen paisumisesta aiheutunutta
vaahtoa poistumaan. Tähän pumppausyksikköön liittyy edulli-
sesti lisäksi myöskin mekaaninen pumppu kuten esimerkiksi
siipipumppu ilman poistamista varten sekä lauhdutin sen
5 höyryn lauhduttamista varten, joka perättäin kytkettynä
poistuu aineesta DCP. Erään edullisen toteutusmuodon mukaan
tämän keksinnön mukaiseen laitteistoon kuuluu järjestelmä
tämän alennetun paineen säätämiseksi, johon kuuluu paine-
mittari, joka on sijoitettu kolonnin yläpäähän, venttiili
10 lisäilman apuvirtaamisen aikaansaamiseksi, joka on kytketty
kaasupumppausyksikköön tämän lauhduttimen jälkeen ja ennen
tätä mekaanista pumppua, sekä lisäksi elektroninen säätöyk-
sikkö joka on kytketty tähän mittariin ja tähän venttii-
liin. Tämä laitteisto on todettu erityisen edulliseksi kos-
15 ka sen reaktioaika on paljon lyhyempi kuin laitteen, joka
perustuu lauhduttimen lämpötilan säätöön. Lisäksi laite DCP
poistamiseksi kondensaatista voidaan liittää lauhduttimeen.
Tämän kaltainen laite voi yksinkertaisesti muodostua pusku-
riastiasta, joka on sijoitettu lauhduttimen ja pesuveden
20 kerääjän väliin, jonka tarkoituksena on kerätä lauhdutti-
mesta poistuva lauhde ja mahdollistaa täten sen ylineutra-
loitumisen. Tämä johtuu siitä, että 30 - 50 ppm ainetta
DCP, jonka lauhde voi sisältää, voi tuhoutua ylineutraloin-
nin vaikutuksesta, varsinkin silloin kun lisätään natrium-
25 hydroksidia.

Kolonnin alaosa eli niin sanottu sumppu on kolonnin alin
osa. Sen tarkoituksena on kerätä se hydrolysaatti, joka on
kulkenut lieriömäisen osan lävitse, joka on täytetty täyte-
30 kappaleella. Höyryn syöttöputki on liitetty kolonnin sen
alaosaan ja sen rungon väliin ja se voi olla auki suutti-
mella, jonka tarkoituksena on jakaa sitä tasaisesti täyte-
kappaleiden kesken yli lieriömäisen rungon poikkileikkauk-
sen alan. Hydrolysaatin poistoputki on liitetty sumppuun,
35 sopivimmin sen alimpaan kohtaan. Erään edullisen suoritus-
muodon mukaan tämän keksinnön mukainen laitteisto käsittää
myöskin laitteen hydrolysaatin pinnan tason säätämiseksi

sumpussa, joka on liitetty poistoputkeen. Tämä laite voi sisältää esimerkiksi pinnan korkeuden säätödetektorin sumpussa höyryn syöttöputken alapuolella, virtauksen säätöventtiiliin, joka on kytketty sarjaan poistoputken kanssa, ja elektronisen säätövirtapiiriin, joka on elektronisesti
5 kytketty tähän detektoriin ja tähän venttiiliin.

Edellä mainitun mukaisesti tämän keksinnön mukaiseen laitteistoon kuuluu myöskin järjestelmä hydrolysaatin lämpötilan säätämiseksi, joka on liitetty putkeen, jolla johdetaan hydrolysaattia kolonniin. Tähän järjestelmään voi sinänsä kuulua lämmönvaihdin, joka on kytketty sarjaan toisaalta mainitun syöttöputken kanssa ja toisaalta lisävirtapiiriin lämmönsiirtonesteen kierrättämiseksi, höyryä lämmittävään
15 virtapiiriin lämmönkiertonestettä varten, joka on liitetty suljettuun virtapiiriin, venttiili lämmityshöyryn virtauksen säätämiseksi, elementti hydrolysaatin lämpötilan mittaamiseksi, joka on järjestetty lämmönvaihtimen putken alavirtasuuntaan johtamiseksi ja sähköinen virtapiiri
20 hydrolysaatin lämpötilan säätämiseksi, joka on elektronisesti kytketty tähän elementtiin ja tähän venttiiliin. Tähän hydrolysaatin lämpötilan säätövirtapiiriin voi sähköisesti olla kytketty elektroninen lämpötilan säätövirtapiirikenno, jolla mitataan sen hydrolysaatin tiheys, joka
25 on liitetty poistoputkeen.

Erään edullisen toteutusmuodon mukaan tämän keksinnön mukaiseen laitteistoon kuuluu myöskin järjestelmä hydrolysaatin virtauksen säätämiseksi, joka on liitetty syöttöputkeen ja on elektronisesti kytketty elektroniseen virtauksen säätöpiiriin höyryn virtauksen säätämiseksi sekä liitetty injektioputkeen. Näihin virtauksen säätölaitteisiin voi jokaiseen kuulua virtauksen mittauskennno, mittauksen säätöventtiili ja elektroninen säätövirtapiiri, joka on
30 elektronisesti kytketty tähän kennoon ja tähän venttiiliin. Tässä elektronisessa säätövirtapiirissä voi myöskin olla ennakolta säädetty säätöarvo sitä höyrynvirtaamaa varten,

jolla säädetään hydrolysaatin virtausnopeutta. Ennakolta säädetty suhteitusarvo on ylläpidettävissä näiden virtausnopeuksien kesken ja sitä voidaan käsin säätää tässä säätövirtapiirissä sen jälkeen, kun ennakolta määrätty arvo
5 aineen DCP pitoisuuden suhteen hydrolysaatissa ennen tislausta ja saavutettavissa oleva pitoisuus tislauksen jälkeen on määrätty.

Tämän keksinnön mukaisen menetelmän höyrytisluslaitteistoa
10 selostetaan lähemmin seuraavassa viittaamalla oheiseen piirustukseen, jossa on kaavamaisesti havainnollistettu keksinnön eräs edullinen toteutusmuoto.

Esitettyyn laitteistoon kuuluu tislauskolonne 1, jossa on
15 lieriömäinen runko-osa 2, joka on täytetty kontaktielementeillä eli täytekappaleilla 3, yläpää 4 ja alapää eli sumppu 5. Kolonnia 1 ympäröi täydellisesti eristysvaippa 22. Pään 4 halkaisija on olennaisesti suurempi kuin rungon 2, johon se on liitetty katkaistun kartion muotoisella
20 kaulalla 17. Kaasunpumppausyksikköön kuuluu lauhdutin 8, jota jäähdytetään kylmällä vedellä ja siipipumpulla 9. Se on liitetty päähän 4 sen yläosasta. Tässä toteutusmuodossa laitteistoon kuuluu järjestelmä alennetun paineen säätämiseksi, johon kuuluu painemittari 23, joka on asennettu pään
25 4 yläosaan, elektropneumaattinen venttiili 24 lisäilman virtaaman säätämiseksi, joka on liitetty pumppausyksikköön lauhduttimen 8 jälkeen ja ennen pumppua 9, sekä sähköinen säätövirtapiiri 25, joka on elektronisesti kytketty mittariin 23 ja venttiiliin 24. Tietty määrä lisäilmaa eli
30 apuilmaa pumpataan jatkuvasti pumpulla 9. Mikäli mittarin 23 mittaava paine on pienempi kuin se ennakolta säädetty paine, joka käsisäädöllä syötetään säätövirtapiiriin 25, säätövirta 25 aikaansaa venttiilin 24 avautumisen suuremmassa määrin, jotta tällä tavoin lisättäisiin lisäilman
35 syöttöä pumppausyksikköön ja päinvastoin. Lisäksi lauhdutin 8 on liitetty jäteveden keräyskohtaan 26 sen aineen DCP poistamiseksi lauhteesta, johon osaan kuuluu primäärisesti

puskuriastia 27, joka on varustettu sekoittimella 48, jossa lauhde voi tulla ylineutraloiduksi.

5 Lieriömäinen paisuntakaulus 18 on sijoitettu samankeskeisesti katkaistun kartion muotoisen laajennuskohdan 17 kanssa, jota rajoittaa rengasmuotoinen tila 20. Hydrolysaatin syöttämistä varten tarkoitettu putki 7, joka on liitetty ylävirtaan eli vastavirtaan ainakin yhden hydrolysaattitankin kanssa eli välisäiliön kanssa pumpulla (ei esitetty),
10 avautuu rengasmaiseen tilaan 20. Ainakin yksi virtaus-suutin 19 on sijoitettu paisuntakauluksen 18 pohjalle hydrolysaatin päästämiseksi virtaamaan rengasmaisen tilan 20 pohjalta jakajaan 21, joka sijaitsee paisuntakauluksen 18 alapuolella ja kontaktielementtien 3 yläpuolella, jotka
15 täyttävät lieriömäisen rungon 2.

Kolonnin alaosa 5 on tarkoitettu keräämään se hydrolysaatti, joka on kulkenut lieriömäisen rungon 2 kautta siihen. Höyryn injektioputki 6, joka on liitetty vastavirtaan
20 elimillä kyllästetyn höyryn kehittämiseksi paineenalaisena (ei esitetty) on liitetty kolonniin sen alaosan 5 ja sen rungon 2 väliin. Putki 6 avautuu suuttimen 28 kautta lähelle kontaktielementtejä eli täytekappaleita 3. Putki 10 hydrolysaatin poistamiseksi on liitetty alaosaan 5 sen
25 alimmasta kohdasta. Poistopumppu 29 on liitetty sarjaan putken 10 kanssa. Tässä suoritusmuodossa laitteistoon kuuluu sellainen järjestely, jolla säädetään hydrolysaatin pinnan tasoa alaosassa eli sumpussa. Tähän järjestelyyn kuuluu pinnan korkeuden detektori 30, joka on sijoitettu
30 sumppuun 5 suuttimen 28 alapuolelle, elektropneumaattinen venttiili 31 poistettavan hydrolysaatin virtaaman säätämiseksi, joka on kytketty sarjaan putken 10 kanssa, ja elektroninen säätövirtapiiri 32, joka on sähköisesti kytketty detektoriin 10 ja venttiiliin 31.

35

Laitteistoon kuuluu lisäksi lämpötilan säätölaite 11, johon puolestaan kuuluu lämmönvaihdin 35, joka on kytketty sar-

jaan toisaalta putken 7 kanssa hydrolysaatin syöttämiseksi ja toisaalta apuvirtapiiri 33, jossa lämpöä kuljettava neste kiertää pumpun 34 vaikutuksesta, virtapiiri lämpöä kuljettavan nesteen syöttämiseksi, johon kuuluu höyryä syöttävä putki 36 ja elektropneumaattinen venttiili 37 höyryn virtaaman säätämiseksi, suutin 38 höyryn injektoimiseksi eli syöttämiseksi apuvirtapiiriin 33 sekä putki 39 kondensaatin poistamiseksi, johon kuuluu ylimääräinen paineventtiili 49, elin 40 hydrolysaatin lämpötilan mittamiseksi, joka on sijoitettu putkeen 7 lämmönvaihtimen 35 suhteen myötävirtaan sekä elektroninen säätövirtapiiri 41, joka on elektronisesti kytketty elementtiin 40 sekä venttiiliin 37. Esitettyssä toteutusmuodossa laitteistoon kuuluu myöskin elektroninen lämpötilan säätövirtapiiri 15, joka on elektronisesti kytketty toisaalta kennoon 16 hydrolysaatin tiheyden mittaamiseksi, joka on liitetty poistoputkeen 10, ja toisaalta elektroniseen säätövirtapiiriin 41, joka automaattisesti määrää ennakolta asetetun lämpötila-arvon poistetun hydrolysaatin tiheyden mukaisesti.

Nyt esitetyn toteutusmuodon mukaan laitteistoon kuuluu myöskin laite 12 sen hydrolysaatin virtaaman säätämiseksi, jota johdetaan kolonniin ja laitteeseen 14 sen höyryvirtaaman säätämiseksi, jota syötetään kolonniin. Kaikkiin näihin laitteisiin kuuluu virtausmittauskenno 42, 43, elektropneumaattinen virtaaman säätöventtiili 44, 45 ja elektroninen säätövirtapiiri 46, 47, jotka ovat elektronisesti kytketyt kennoon 42, 43 sekä venttiiliin 44, 45. Elektroninen virtapiiri 46 on tarkoitettu säätämään hydrolysaatin virtaamista suunnilleen ennakolta säädetyn arvon mukaan käsin säätämällä ja se on elektronisesti kytketty elektroniseen säätövirtapiiriin 47 virtauksen säätöpiirin välityksellä. Säätövirtapiirin 13 tarkoituksena on automaattisesti määrätä ennakolta asetettu arvo sitä höyryä varten, joka virtaa hydrolysaattiin säätövirtapiirissä 47. Ennakolta säädetty arvo sen suhteuttamiseksi, joka on ylläpidettävä näiden

kahden virtauksen välillä voidaan säätää käsin säätövirtapiiriin 13.

Seuraavat esimerkit ovat tarkoitettut havainnollistamaan
5 tämän keksinnön mukaista menetelmää. Näissä esimerkeissä
prosentit ja osat ovat painoprosentteja ja paino-osia,
ellei toisin ole mainittu. Kuten edellä on mainittu, nämä
esimerkit ovat tarkoitettut tämän keksinnön mukaisen mene-
telmän ajatuksen eli idean havainnollistamiseksi aineen DCP
10 pitoisuuden määrittämiseksi hydrolysaateissa, kondensaa-
teissa ja mausteissa.

Menetelmä aineen DCP pitoisuuden määrittämiseksi

15 Periaate:

Tähän menetelmään kuuluu analysoitavan tuotteen adsorboimi-
nen kolonniin, aineen DCP eluointi eetterin ja pentaanin
seoksella, kvantitatiivinen analysointi käyttämällä kaasu-
20 kromatograafista menetelmää, jolloin käytetään kapil-
laarikolonnia ja suoritetaan detektointi käyttämällä elekt-
ronikapturidetektoria eli elektroninsieppausdetektoria.

Reagenssit:

25

1. Eluointiaine: Seos, jossa on 85 tilavuusosaa pentaania
ja 15 tilavuusosaa dietyylieetteriä.

2. 4 µg/ml liuos triklooribentseeniä eluentissa.

30

3. Sekoitettut standardiliuokset, joiden identtiset pitoi-
suudet ovat 0,1 µg/ml triklooribentseeniä, mutta jotka
ovat gradeeratut pitoisuuksiin 0,125; 0,25; 0,5 ja
1 µg/ml ainetta DCP eluentissa.

35

4. 20-prosenttinen NaCl-liuos tislatussa vedessä.

Tutkimuslaite

- Kaasukromatograafinen tutkimus käyttämällä kapillaarikolonnia, jolloin käytetään rakoinjektoria ja detektoria, joka toimii elektronikapturi- eli elektroninsieppausperiaattella ("reaktiokykyisen" kaasun ionisointi, jossa on 95 osaa argonia ja 5 osaa metaania käyttämällä β -säteitä, jotka lähtevät aineesta ^{63}Ni).
- 10 - Integraattori ja/tai rekorderi eli tulostin

Näytteet

- 15 - Näytteet, joiden DCP-pitoisuus on oletettavasti yli 2 ppm, laimennettiin 20-prosenttisella natriumkloridiliuoksella (reagenssi 4).
- Samoin 20-prosenttista natriumkloridiliuosta lisättiin kondensaatteihin.

20

Eluutio

- 25 - 20 g näytteitä johdettiin pienen kolonnin yläosaan, jonka pystysuorassa lieriömäisessä panososassa oli granulaarinen eli rakeinen täytös.
- Näytteen annettiin olla täytteessä noin 15 minuuttia.
- 30 - 3 x 20 ml eluenttia (reagenssi 1) kaadettiin kolonniin ja suunnilleen 40 ml eluaattia kerättiin noin 20 minuutin aikana kolonnin alapäästä.
- 1 ml triklooribentseeniliuosta (reagenssi 2) lisätään tähän 40 ml eluaattia.

35

Kromatografia

- 5 - Käytetty kolonni on kapillaarikolonni sulatetusta kvart-
sista, jonka pituus on 50 m ja halkaisija 0,2 mm ja joka
on vuorattu 0,2 um paksuisella kerroksella polyetyleenii-
glykolia, jonka polymeroitumisaste on 20.000.
- 10 - Kolonni saatetaan lämpötilaan 200°C 24 tuntia etukäteen.
- Näyte saatetaan lämpötilaohjelmoinnin alaiseksi, jolloin
sitä pidetään lämpötilassa 115°C 10 minuuttia, sen jäl-
keen sen lämpötila nostetaan arvoon 200°C nopeudella
15 30°C minuutissa, minkä jälkeen sitä pidetään lämpötilas-
sa 200°C 12 minuuttia.
- Injektori lämmitetään lämpötilaan 250°C ja sen raon
aukko säädetään arvoon 1:10.
- 20 - Injektoitavan näytteen tilavuus säädettiin arvoon
1,5 µl (josta ainoastaan 1/10 läpäisee kolonniin).
- Paineen 1,4 bar alaista vetyä käytetään kantokaasuna.
- 25 - Detektori lämmitetään lämpötilaan 300°C 24 tuntia
etukäteen.
- Argonin ja metaanin seosta suhteessa 95:5, joka on
etukäteen kuivattu johtamalla se molekulaariseulan
30 lävitse, käytetään reaktiokaasuna virtaaman ollessa
30 ml minuutissa.
- Viipymisajat ovat noin 5,9 minuuttia triklooribent-
seenin suhteen ja noin 8,5 minuuttia aineen DCP suh-
35 teen.

Tulokset

- 5 - Näytteen ja sekoitettujen standardiliuosten korkeuksia ja/tai pinta-aloja verrattiin toisiinsa (reagenssi 3).
- 10 - Sitä sekoitettua standardiliuosta varten, joka tulee vähiten kosketuksiin näytteen kanssa, muodostetaan suhteellinen arvo niiden piikkien korkeuksien ja/tai pinta-alojen kesken suhteessa aineeseen DCP ja trikloorietyleeniin.
- Vastaava suhde muodostetaan näytteen piikkejä varten.
- 15 - Näiden kahden suhteen osamäärä tekee mahdolliseksi näytteen DCP-pitoisuuden määrittämisen.

Menetelmän rajat

- 20 Nyt esitetyllä menetelmällä todettavissa olevat pitoisuusrajat ovat noin 0,05 - 0,1 ppm (0,05 - 0,1 mg ainetta DCP yhtä kg kohti näytettä).

- 25 Aineen DCP poistettavissa oleva määrä, joka aikaansaadaan nyt esitetyllä menetelmällä, on suurempi kuin 90 %.

ESIMERKKI 1

- 30 Maapähkinäpuristetta hydrolysoitiin 6 N kloorivetyhapolla 13 tuntia lämpötilassa 107°C. Humusaineet, ns. ensimmäiset liukenemattomat aineet poistettiin siitä sen jälkeen suodattamalla. Tällöin saatiin hydrolysaattia, jonka DCP-pitoisuus oli 6 - 7 ppm.
- 35 Hydrolysaatille suoritettiin höyrytislaus käsittely laitteistossa, joka on tyypiltään piirustuksessa esitetyn kaltainen ja joka on täysin automatisoitu ja säädetty

- kompuutterilla eli laskimella, jolloin kolonnin pään halkaisija oli 2 m ja korkeus 3 m, kolonnin pohjan halkaisija oli 1 m ja se oli täytetty kosketuselementeillä eli täytekappaleilla yli 6 m korkeuteen saakka ja kolonnin kokonais-
5 korkeus oli 11,5 m. Täytekappaleet olivat poimutettuja metallilevyjä, joihin oli porattu reikiä ja jotka olivat sijoitetut toisiinsa nähden poikittain poimutussuuntaan nähden (kosketuspinta-ala $250 \text{ m}^2/\text{m}^3$).
- 10 Yhden viikon kuluessa ilman keskeytyksiä 8000 kg/h hydrolysaattia, jonka tiheys oli $1,260 \text{ g/cm}^3$ ja lämpötila 62°C , syötettiin kolonniin. Painetta 200 mbar pidettiin yllä kolonnin yläpäässä. 1440 kg/h kyllästettyä höyryä, esimerkiksi paineessa 2 bar , johdettiin vastavirtasuuntaan kolon-
15 niin. Lämpötila sumpissa oli 63°C . 8000 kg/h hydrolysaattia, jonka tiheys oli 1260 g/cm^3 ja DCP-pitoisuus alle $0,1 \text{ ppm}$ poistettiin kolonnista. Lisäksi DCP poistettiin kondensaattista, joka tuli lauhduttimesta lisäämällä sen pH-lukua arvoon ainakin 11 natriumhydroksidin lisäyksen
20 avulla.

- Hydrolysaatti jätettiin seisomaan 2 viikon ajaksi, minkä jälkeen ne ainekset, jotka olivat kiteytyneet hitaasti ja kolloidaaliset hiukkaset, jotka olivat agglomeroituneet
25 hitaasti, ns. toiset liukenemattomat aineet, poistettiin niistä suodattamalla. Tällöin saatiin tumman väristä nesteistä maustetta, jonka DCP-pitoisuus oli alle $0,1 \text{ ppm}$, vaikkakin sen tiheys, aminohappopitoisuus ja organoleptiset ominaisuudet eivät poikenneet niistä mausteista, jotka
30 olivat saadut samalla tavoin mutta käyttämättä hydrolysaattia höyrytislaukseen sen jälkeen, kun ensimmäiset ja toiset liukenemattomat aineet olivat poistettut.

ESIMERKKI 2

- 35 Vehnägluteenia hydrolysoitiin 6 N -kloorivetyhapolla 12 tuntia lämpötilassa 100°C . Humusaineet, ns. ensimmäiset

liukenemattomat aineet, poistettiin tänä jälkeä niistä suodattamalla. Hydrolysaatti, jonka DCP-pitoisuus oli noin 5 ppm, saatiin tällöin.

- 5 Hydrolysaatille suoritettiin tämän jälkeä höyrytislau
laitteistossa, joka on tyypiltään piirustuksessa esitetyn
kaltainen ja joka on täysin automatisoitu ja säädetty kom-
puutterilla eli laskimella, jolloin kolonnin pään halkaisi-
ja oli 0,9 m ja korkeus 2 m ja jolloin kolonnin rungon hal-
10 kaisija oli 0,4 m ja se oli täytetty samoilla kontaktiele-
menteillä eli täytekappaleilla kuin esimerkissä 1 korkeu-
teen 6 m ja kolonnin itsensä kokonaiskorkeus oli 11 m.

- Yhden viikon kuluessa ilman keskeytystä 2000 kg/h hydroly-
15 saattia, jonka tiheys oli 1,262 g/cm³ ja lämpötila 64°C,
syötettiin kolonniin. Painetta 200 mbar ylläpidettiin ko-
lonnin yläpäässä. 300 kg/h kyllästettyä höyryä esimerkiksi
paineessa 2 bar syötettiin vastavirtaan kolonniin. Lämpö-
tila sumpussa oli 63°C. 2000 kg/h hydrolysaattia, jonka
20 tiheys oli 1,262 g/cm³ ja DCP-pitoisuus alle 0,1 ppm,
poistettiin kolonnista. Lisäksi aine DCP poistettiin kon-
densaattista, joka tuli lauhduttimesta lisäämällä sen pH-ar-
voa ainakin lukuun 11 lisäämällä natriumhydroksidia.

- 25 Hydrolysaatin annettiin olla muutamia päiviä paikoillaan ja
toiset liukenemattomat aineet poistettiin seoksesta suodat-
tamalla. Tällöin saatiin väriltään tummaa nestemäistä
maustetta, jonka DCP-pitoisuus oli alle 0,1 ppm, vaikkakin
sen tiheys, aminohappojen pitoisuus ja organoleptiset omi-
30 naisuudet eivät poikenneet niistä mausteista, jotka olivat
saadut samalla tavoin, mutta saattamatta tätä hydrolysaat-
tia höyrytislaukseen ensimmäisten ja toisten liukenematto-
mien aineiden poistamisen jälkeä.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä mausteiden valmistamiseksi, jolloin kasviskunnasta saatuja proteiineja hydrolysoidaan konsentroidulla kloorivetyhapolla, hydrolysaatti neutraloidaan, minkä jälkeen ensimmäiset liukenemattomat aineet erotetaan seoksesta pois ja seisomisajan jälkeen toiset liukenemattomat aineet erotetaan seoksesta, t u n n e t t u siitä, että ensimmäisten tai toisten liukenemattomien aineiden poiserottamisen jälkeen hydrolysaatti saatetaan höyrytislauksittelyyn lämpötiloissa 45 - 70°C paineissa 100 - 321 mbar pitämällä hydrolysaatin tiheys olennaisesti vakiosuuruusena 1,250 - 1,265 g/cm³ tarkoituksena eliminoida siinä oleva 1,3-dikloori-propan-2-oli.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrolysaatti saatetaan höyrytislauksittelyyn alaiseksi saattamalla vastavirtaan kulkevan höyryn 10 - 20 paino-osaa kosketuksiin hydrolysaatin 100 paino-osan kanssa tunnissa kontaktivyöhykkeessä, joka on korkeudeltaan 5 - 15 m ja joka on täytetty täytekkappaleilla.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrolysaatin lämpötila ennen tislausta pidetään 1 - 5°C korkeampana kuin kontaktivyöhykkeen yläpuolella olevan hydrolysaatin.
4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrolysaatin tiheys pidetään olennaisesti vakioarvoisena säätämällä hydrolysaatin lämpötila ennen tislausta hydrolysaatin tislauksen jälkeisen tiheyden mukaan.
5. Patenttivaatimuksen 1 mukaisen menetelmän toteuttamiseksi tarkoitettu höyrytislauslaitteisto, johon kuuluu tislauksolonni (1), jossa on yläosa (4), lieriömäinen runkosa (2), joka on täytetty täytekkappaleilla (3) sekä sumppu

(5), kaasunpumppausyksikkö (8, 9), joka on kytketty tähän yläosaan, putki (7) hydrolysaatin johtamiseksi, joka putki on liitetty kolonniin rungon ja yläosan väliin, höyryn syöttöputki (6), joka on kytketty tähän kolonniin sumpun ja rungon väliin sekä putki (10) hydrolysaatin poistamiseksi sumpusta, t u n n e t t u siitä, että

5 i) yläosan (4) halkaisija on olennaisesti suurempi kuin rungon (2) halkaisija, yläosa (4) on liitetty runkoon (2) katkaistun kartion muotoisella kaulalla (17), jolloin

10 lieriömäinen paisuntakaulus (18), jossa on ainakin yksi virtausaukko (19), on sijoitettu konsentrisesti kaulan sisäseinämää vastaan, ja jolloin putki (7) hydrolysaatin syöttämistä varten päättyy rengasmaiseen tilaan (20), jonka katkaistun kartion muotoinen kaula (17) ja paisuntakaulus

15 (18) muodostaa ja jakoelin (21) hydrolysaattia varten on sijoitettu paisuntakauluksen alapuolelle,

ii) se lisäksi käsittää järjestelmän (11) hydrolysaatin lämpötilan säätämiseksi, joka on kytketty syöttöputkeen (7) ja sähköisesti kytketty elektronisella lämpötilan säätöyk-

20 siköllä (15) kennoon (16) hydrolysaatin tiheyden mittaa-

miseksi, joka kenno on kytketty poistoputkeen (10).

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen laitteisto, t u n -
n e t t u siitä, että siinä on lisäksi hydrolysaatin

25 virtauksen säätöä varten tarkoitettu järjestelmä (12), joka on liitetty syöttö-putkeen (7), ja on sähköisesti kytketty elektronisella virtauksensäätöpiirillä (13) syöttöputkeen (6) kytkettyyn järjestelmään (14) höyryn virtauksen säätä-

30 miseksi.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av kryddor, i vilket växt-
proteiner hydrolyseras med koncentrerad klorvätesyra,
5 hydrolysaten neutraliseras, varefter de första olösliga
substanserna bortsepareras och efter att ha fått stå en tid
bortsepareras de andra olösliga substanserna, k ä n n e -
t e c k n a d därav, att efter separationen av de första
eller de andra olösliga ämnena, underkastas hydrolysaten
10 ångdestillation vid en temperatur 45 - 70°C och ett tryck
av 100 - 321 mbar, medan hydrolysatsens täthet hålles vid
ett väsentligen konstant värde 1,250 - 1,265 g/cm³ för att
eliminera närvarande 1,3-diklorpropan-2-ol.
- 15 2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att hydrolysaten underkastas ångdestillation
genom att bringa en stigande ström av 10 - 20 viktdelar/h
ånga i kontakt med en sjunkande ström av 100 viktdelar/h
hydrolysat i en kontaktzon med en höjd av 5 - 15 m, som är
20 fylld med kontakt- eller fyllelement.
3. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att hydrolysatsens temperatur före destilla-
tionen hålles 1 - 5°C högre än hydrolysatsens ovanvör kont-
25 aktzonen.
4. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att hydrolysatsens täthet hålles vid ett
väsentligen konstant värde genom att reglera hydrolysatsens
30 temperatur för destillationen enligt hydrolysatsens täthet
efter destillationen.
5. Ångdestillationsanläggning för att genomföra ett förfä-
rande enligt patentkravet 1, omfattande en destillationsko-
35 lonn (1) med en överdel (4), en cylindrisk stomdel (2)
fylld med fyllkroppar (3) och en sump (5), en gaspumpnings-
enhet (8, 9) kopplad till denna överdel; ett rör (7) för

att leda hydrolysat och anslutet till denna kolonn mellan stommen och överdelen, ett ångmatningsrör (6) kopplat till denna kolonn mellan sumpen och stommen samt ett rör (10) för att avlägsna hydrolysat från sumpen, k ä n n e -

5 t e c k n a d därav, att

- i) diametern hos denna överdel (4) är väsentligt större än stommens (2) diameter den överdelen (4) är förenat med stommen (2) via en stympat konformad halsdel (17), varvid en cylindrisk expansionskrage (18) med åtminstone en strömningsöppning (19) är anordnad koncentriskt mot halsdels innervägg, medan röret (7) för inmatning av hydrolysat utmynnar i ett ringformat utrymme (20), som bildas av den stympade konformade halsen (17) och expansionskragen (18) och ett fördelningsorgan (21) för hydrolysat har anordnats
- 10 under nämnda expansionskrage,
- 15 ii) att den därtill omfattar ett system (11) för reglering av hydrolysatets temperatur, som är anslutet till matarröret (7) och är elektriskt med en elektronisk temperaturkontrollkrets (15) kopplat till en cell (16) för mätning av
- 20 tätheten hos det till nämnda avgångsrör (10) kopplade hydrolysatet.

6. Anläggning enligt patentkravet 5, k ä n n e t e c k -
- n a d därav, att den dessutom omfattar ett system (12),
- 25 som kopplats till matarröret (7) för reglering av hydrolysatflödet och som elektriskt med en elektronisk flödeskontrollkrets (13) kopplats till ett till matarröret anslutet system (14) för reglering av ångflödet.

86684

