

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 893142 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **893142**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
A23L 1/221

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **28.06.1989**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **28.06.1989**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **31.12.1989**

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

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

30.06.1988 US 213740

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Warner-Lambert Company, Delaware, 201 Tabor Road, Morris Plains, NJ 07950, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Hussein, Momoun Mahmoud, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 •Barcelon, Shirley Ann, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

3 •Soliman, Ahmed Abd-el-Hamid, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

4 •Glass, Michael, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Oy Jalo Ant-Wuorinen Ab, Iso Roobertinkatu 4 - 6 A, 00120 Helsinki

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

Uudet minttutyypiset aromiöljyt, menetelmä niiden valmistamiseksi ja niitä sisältävät koostumukset

Nya aromoljor av minttyp, förfarande för framställning av desamma, och kompositioner innehållande desamma

Uudet minttutyyppiset aromiöljyt, menetelmä niiden valmistamiseksi ja niitä sisältävät koostumukset - Nya aromoljor av minttyp, förfarande för framställning av desamma och kompositioner innehållande desamma

Tämä keksintö koskee uusien aromiöljyjen valmistamista kasveista tai kasvimateriaaleista ja koostumuksia, jotka sisältävät tällaisia uusia aromiöljyjä. Erityisesti tämä keksintö koskee parannettuja aromiöljyjä, jotka valmistetaan uuttamalla nämä aromiöljyt, kuten viherminttu- ja piparminttuöljy, tuoreista tai kuivatusta kasveista tai kasvimateriaaleista käyttämällä ylikriittistä hiilidioksidia, ja parannettua aromiöljyn sisältäviä koostumuksia, jotka valmistetaan niistä. Erityisesti hakijat ovat parantaneet viherminttu- ja piparminttuaromiöljyjä uuttamalla minttukasvimateriaalit alhaisessa lämpötilassa korkeapaineella käyttäen liuottimena hiilidioksidia. Hakijat ovat analysoineet nämä öljyt ja todenneet niiden omaavan huomattavasti parantuneet organoleptiset laatuominaisuudet, suuremman stabiliteetin ja varastoimisajan ja kauemmin kestävät aromiaineominaisuudet.

Aromiöljyt ovat hyvin tunnettuja ja laajasti käytettyjä erilaisissa tuotteissa. Minttutyyppisiä aromiöljyjä käytetään sellaisissa tuotteissa, kuten ruoka, purukumi, makeiset, hammastahna, hyytelöt, uutteet, farmaseuttiset tuotteet, virvoitusjuomat, tupakka ja muut sopivat tuotteet.

Viherminttuöljy on ketoninen haihtuva öljy, joka saadaan Mentha spicata Linné:n (Menta virdis Linné) (yleinen viherminttu) tai Mentha cardiaca Gerard ex Baker:n (skottilainen viherminttu) lehdistä ja kukkalatvoista. "Viherminttuöljyn" aineosat vaihtelevat riippuen kasvialkuperästä, kuitenkin tavallisesti esiintyy useita aineosia. Amerikan viherminttuöljyn hyväntuoksuinen pääaineosa on ketoni 1-karvoni. Muita aineosia ovat dihydrokarvoni, 1-limoneeni, myrseeni, 1-fellandreeni, alfa- ja beta-pineeni ja valeriaana- ja kaproni-

happojen esterit. Saksalainen ja venäläinen öljy sisältävät myös dihydrokumina-alkoholin asetaattia, kineolia ja linalolia. Viherminttuöljy on väritön tai keltainen tai vihertävänkeltainen neste, jolla on vihermintun tunnusomainen tuoksu ja maku.

Piparminttuöljy on alkoholinen haihtuva öljy, joka saadaan Mentha piperita Linné:n lehdistä ja kukkalatvoista. Tuotetun "piparminttuöljyn" aineosat vaihtelevat hiukan riippuen kasvialkuperästä. Pääkomponentti on l-mentoli. Muita aineosia ovat mentyyliasetaatti, mentoni, piperitoni, alfa-pineeni, l-limoneeni, fellandreeni, kadineeni, mentyyli-isovaleraatti, isovaleriaana-aldehydi, asetialdehydi, mentofuraani, kineoli, etikka- ja valeriaanahappojen esterit, amyylialkoholi ja dimetyylisulfidi. Piparminttuöljy on väritön tai vaaleankeltainen neste, jolla on piparmintun tunnusomainen vahva, läpitunkeva tuoksu ja kirpeä maku, jota seuraa kylmä tunne kun ilmaa vedetään välittömästi suuhun.

Nämä haihtuvat aromiöljyt on perinteisesti valmistettu suoralla vesihöyrytislauksella (hydrotislauksella). Varsinaisesti tässä menetelmässä haihtuvat öljyt poistetaan kasvimateriaalista käyttämällä korkealämpötilaista vesihöyryä. Periaatteessa tuore kasvimateriaali siirretään suoraan tislaukammioon, jossa se pidetään verkolla, kuten teräskorissa tai muissa vastaavissa säiliöissä. Vesihöyry johdetaan tuoreen yrtin läpi sen siirtäessä öljytipat kondensaatiokammioon. Koska haihtuvien öljyjen tietyillä komponenteilla on taipumuksena hydrolysoitua tai hajota korkeissa lämpötiloissa, vesihöyrytislauksen ihannemenetelmissä pyritään saamaan kasvimateriaalin läpi kulkevan höyryn ja veden diffuusionopeus niin suureksi kuin mahdollista. Höyry synnytetään muualla ja johdetaan putkissa säiliöön. Kondensoitunut tisle muodostuu helposti erottuvasta öljykerroksesta ja vesikerroksesta. Käytettäessä kuivattua kasvimateriaalia, menetelmä on sama, paitsi että kuivattu kasvimateriaali ensin jauhetaan, jonka

jälkeen se peitetään vesikerroksella ennen kuin höyry johdetaan maseroidun seoksen läpi.

Haitta, joka liittyy vesihöyrytislauksen käyttöön valmistettaessa aromiöljyjä, kuten viherminttuöljyä ja piparminttuöljyä, on niissä olevien tiettyjen lämpölabiilien komponenttien taipumus hydrolysoitua tai hajota korkeissa lämpötiloissa, jotka vesihöyrytislaukseen vaatii. Tästä on seurauksena muutokset näin tuotetun aromiöljyn tuoksu- ja makuominaisuuksissa.

Ylikriittisessä kaasu-uuttomenetelmässä käytetään tietyn kaasun kriittistä lämpötilaa, t.s. lämpötilaa, jonka yläpuolella kaasu ei voi nesteytyä paineen lisääntyessä. Ylikriittisten CO₂-uuttomenetelmien käyttö on osoittautunut menestykselliseksi kehitettäessä paremman laatuista mauste- ja kukkasaromiaineita. Ylikriittistä uuttoa on käytetty laajasti eri sovellutuksissa, esimerkiksi poistettaessa kofeiinia kahvista ja teestä, kalaöljyjen fraktioinnissa, humalanuutossa rasvojen ja öljyjen hajun poistossa ja hydrauksessa, uutettaessa öljyhartsia ja haihtuvaa öljyä mausteista ja kasveista, uutettaessa ravintoväriaineita kasvimateriaalista, uutettaessa sitrusöljyä kuorista, uutettaessa öljyä välipaloista, uutettaessa öljyä siemenistä, poistettaessa kolesterolia meijerituotteista, regeneroitaessa kylmäkuivatettuja öljyjä, puhdistettaessa bioteknologisia tuotteita ja uutettaessa entsyymiä sienistä. R.J.Swientek, Food Processing, July 1987, sivut 32, 34, 36.

US-patenteissa nro 4,123,559 ja 4,198,432, Vitzthum et al., esitetään menetelmä mausteuutteiden, kuten mustapippurin, mausteneilikan, kanelin ja vaniljan, valmistamiseksi käyttämällä ylikriittistä kaasua, kuten hiilidioksidia. US-patentissa nro 4,490,398, Behr et al, kuvataan kaksi-vaiheinen menetelmä mausteuutteiden, kuten mustapippurin, fenkolin, inkiväärin ja mausteneilikan valmistamiseksi, jossa menetel-

mässä ensimmäisessä vaiheessa käytetään nesteytettyä kaasua alikriittisessä tilassa lämpötilan suhteen ja ylikriittisessä tilassa paineen suhteen aromikomponenttien uuttamiseksi ja jossa toisessa vaiheessa käytetään kaasumaista liuotinta, joka on ylikriittisessä tilassa sekä lämpötilan että paineen suhteen, aromikomponenttien uuttamiseksi. US-patentissa nro 4,632,837, Schutz et al., kuvataan menetelmä konsentroitujen uutteiden valmistamiseksi tuoreista kasveista, kuten tillistä, rakuunasta, kanelipuun nupuista ja mimosan kukista, yksivaiheisella uutolla käyttäen hiilidioksidia ylikriittisessä paineessa.

Olisi toivottavaa tuottaa parannettuja minttutyyppisiä aromiaineita, joilla on puhtaampi, luonnollisempi maku ja tuoksu. Tällaisia parannettuja minttutyyppisiä aromiaineita voitaisiin käyttää purukumeissa, makeisissa, hammastahnassa, hyytelöissä, uutteissa ja farmaseuttisissa valmisteissa. Täten olisi toivottavaa valmistaa minttutyyppiset aromiaineet käyttämättä korkeita lämpötiloja, jotka hydrolysoivat tai hajottavat tällaisten haihtuvien öljyjen, kuten viherminttuöljyn ja piparminttuöljyn, useita komponentteja.

Tämä keksintö koskee menetelmää parannettujen minttutyyppisten aromiöljyjen valmistamiseksi käyttämällä ylikriittistä hiilidioksidiuuttoa, keksintö koskee itse uusia öljyjä ja uusia öljyjä sisältäviä koostumuksia. Valmistetuilla uusilla minttutyyppisillä aromiöljyillä on puhtaampi, luonnollisempi maku ja tuoksu, niillä on todettu suurempi stabiliteetti ja varastoimisaika ja tuotteille, jotka on valmistettu käyttäen näitä aromiöljyjä, saadaan kauemmin kestävät aromiaineominaisuudet. Erityisesti näillä uusilla öljyillä saadaan todelliset mintunlehtityypiset maut ja aromit, joilla on selvempi aistillinen vaikutus kuin tavanomaisilla öljyillä, lisääntynyt aromi- ja makustabiliteetti, vähentyneet hapettumisesta johtuvat hajoamisominaisuudet ja tästä johtuen saavutetaan kustannussäästöjä ja lisätään kuluttujan hyväksyntää. Näitä öljyjä voidaan käyttää laajasti erilaisissa koostumuksissa.

Lyhyt kuvaus piirustuksista

Kuvio 1 kuvaa mintunlehtien ylikriittisen hiilidioksidivuuton juoksukaaviota.

Kuvio 2 kuvaa työskentelyolosuhteita viherminttuöljyn ylikriittisessä hiilidioksidivuutossa, joka esitetään esimerkiksi 1, kokeessa A.

Kuvio 3 kuvaa työskentelyolosuhteita viherminttuöljyn ylikriittisessä hiilidioksidivuutossa, joka esitetään esimerkiksi 1, kokeessa B.

Kuvio 4 on massaspektri (MS), joka saadaan esimerkin 1 CO₂-uutetusta viherminttuöljystä.

Kuvio 5 kuvaa viherminttuöljyn geelipermeaatiokromatogrammeja (GPC). Kuvio 5A kuvaa tavanomaisella vesihöyrytislauksella saadun vihermintun GPC:tä. Kuvio 5B kuvaa GPC:tä, joka saadaan keksinnön mukaisen CO₂-uutetun viherminttuöljykoostumuksen jäännökselle vesitislauksen jälkeen. Kuvio 5C kuvaa keksinnön mukaisella CO₂-uutolla valmistetun viherminttuöljyn haihtuvan fraktion GPC:tä. Kuvio 5D kuvaa keksinnön mukaisella CO₂-uutolla valmistetun viherminttuöljyn vahafraktion GPC:tä.

Tämä keksintö koskee uusia aromiöljyjä, jotka valmistetaan käyttämällä uuttomenetelmiä, joissa käytetään liuottimena ylikriittistä hiilidioksidia, keksintö koskee uusia, tuotettuja öljyjä ja näitä uusia öljyjä sisältäviä koostumuksia. Hiilidioksidin kriittinen lämpötila on 31,1 °C. Hiilidioksidin kriittinen paine on 7377,4 kPa:ta (1070 psi). Uutto-olosuhteet ovat näiden arvojen yläpuolella ylikriittisellä alueella. Näin ollen tämän keksinnön menetelmän mukaisesti kasvimateriaali, joka muodostuu viherminttu- tai piparminttu-kasvien lehdistä, kukkalatvoista tai näiden seoksista, pan-

naan uuttoastiaan. Ylikriittinen hiilidioksidi pumpataan uuttoastian läpi ja minttu-uute kerätään. Ylikriittisen hiilidioksidin virtausmalli voi olla joko alasvirtaus- tai ylös- virtausmallia, alasvirtausprosessin ollessa edullinen. Systemiä voidaan käyttää puoli-erä- (semi-batch) tai jatkuva- virtausolosuhteissa riittäväksi ajaksi minttutyypisten aromiöljyjen uuttamiseksi. Ylikriittisellä hiilidioksidilla uutettu minttutyypinen aromiöljy antaa minttukasvimateriaalin oikean luonnonmaun ja -tuoksun, koska alhaisemmassa lämpötilassa suoritetusta prosessoinnista johtuen esiintyy vain vähän tai ei ollenkaan lämpötilasta johtuvaa hajoamista. Tällä tavalla tuotetut uudet öljyt voidaan yhdistää laajasti erilaisiin koostumuksiin ja saadaan todellinen mintunlehti-tyyppinen maku, kauemmin kestävä maku, lisääntynyt aromi, lisääntynyt maku- ja aromistabiliteetti, vähentyneet hapettumisesta johtuvat hajoamisominaisuudet, parempi suoramaku ja -aromi, kuluttajan lisääntynyt hyväksyntä ja kustannussäästöjä.

Viitaten kuvioon 1, joka kuvaa mintunlehtien ylikriittisen uutun juoksukaaviota, siinä hiilidioksidin kulutus ja virtausnopeus määritetään punnitsemalla hiilidioksidin syöttävä sylinteri 1 vaa'alla 2. Nestemäinen hiilidioksidi virtaa osittain ylösalaisin olevasta säiliöstä kahteen mäntäpumpuun 3, 4, joita jäähdytetään kylmällä vedellä sylintereiden ja sulkuventtiilien sisällä tapahtuvan höyrystymisen estämiseksi. Systemi on suojattu ylipaineelta paineturvakatkaisijalla 5, joka on kytketty käyttömoottoriin 6, ja tuuletusputkeen liitettyillä murtolevyillä. Nestemäinen hiilidioksidivirta suodatetaan suodattimella 7.

Syötetty hiilidioksidivirta höyrystytetään ja ylikuumennetaan lämmönvaihtimessa 8. Lämmön vaihtava neste sekoitetaan kuumasta ja kylmästä käyttövedestä ja lämpötilaa seurataan lämpömittarilla 9. Ylikriittinen hiilidioksidi johdetaan uuttoastian 10 yläosaan, jossa se suodatetaan suodattimella

11. Tulolämpötila mitataan lämpöparilla, joka on kytketty digitaaliseen näyttöön 12. Mittari 13 ilmoittaa paineen uuttoastian yläosassa. Suodatin 14, joka on identtinen suodatimen 11 kanssa, sijaitsee uuttoastian 10 pohjalla estäen hienojakoisten lehtien kulkeutumisen ulos putkesta uuttoastian 10 pohjalla. Ruostumatonta terästä oleva verkko 15 asetetaan suodattimen 14 yläosaan ja se on liitetty ulosvedettäviin lankoihin, jotka ulottuvat astian korkeudelle. Lehdet panostetaan annoksittain ja tiivistetään puisella kepillä noin 172 kPa:n (25 psi) - noin 241 kPa:n (35 psi) paineeseen aina 2,5 cm:n (1 inch) päähän sylinterin yläosasta. Sen jälkeen suodatin 11 asennetaan ja uuttoastia 10 suljetaan. Ylikriittinen hiilidioksidi pumpataan systeemin läpi ja uutto alkaa. Ylikriittisen hiilidioksidin lämpötilan ja paineen täytyy olla yli noin 31,1 °C:n ja yli noin 7377,4 kPa:n (1070 psi).

Ylikriittisen hiilidioksidin lämpötila pidetään mieluummin noin 30 °:sta - noin 40 °C:seen ja painetta kierrätetään alueella, joka on noin 689,5 kPa:sta (1000 psi) - noin 20 684,3 kPa:han (3000 psi). Ylikriittinen hiilidioksidi voidaan pumpata systeemin läpi joko alasvirtaus- tai ylös-virtausmallilla. Alasvirtausmalli on edullinen ja se on kuvattu kuviossa 1. Systeemiä voidaan käyttää puoli-panoksellisen tai jatkuvan virtauksen olosuhteissa ainakin yhden kierroksen verran minttutyypin aromiöljyn riittäväksi uuttumiseksi minttukasvimateriaalista. Lehtien poistamiseksi uuttoastia 10 avataan, suodatin 11 poistetaan, uuttoastiaa 10 kallistetaan noin 45 ° ja lankoja, jotka kiinnittyvät verkkoon 15, käytetään vedettäessä pakatut lehdet astiasta ulos. Lehtimassa punnitaan ja hävikki huomoidaan.

Uuttoastian 10 lämpötilaa säädetään käämillä 16, jonka läpi käytetyn kuuman ja kylmän käyttöveden virtaus tapahtuu. Vesisieoksen lämpötila mitataan lämpömittarilla 17.

Painetta uuttoastiassa 10 säädetään manuaalisesti venttiilillä 18. Koska hiilidioksidi jäähtyy huomattavasti laajetessaan, tätä venttiiliä kuumennetaan hauteessa 19 käämistä 16 ulosvirtaavalla vedellä, jäätymisestä johtuvan tukkeutumisen estämiseksi.

Uute, josta paine on poistettu, saapuu tuotesulkuun 20, jossa saostettu öljy kerätään lasiseen koeputkeen, joka on suljetussa teräsastiassa. Sulkua 20 pidetään säiliössä 21 jääveden avulla lämpötilassa, joka on riittävän kylmä saostaakseen minttutyyppisen aromiöljyn. Mieluimmin tämän lämpötilan tulisi olla noin -10 °C - noin 20 °C.

Ulosvirtaava kaasu siirtyy kylmäloukkuastiaan 22, joka on paksuseinäinen suljettu lasikuppi. Huurteenpoistolaitetta 23, joka muodostuu lasivillasta, käytetään talteenotettaessa muodostunutta huurretta. Kylmäloukkua 22 jäähdytetään kuivajäällä isopropyylialkoholissa, joka on säiliössä 24. Laajentunut hiilidioksidikaasu virtaa ulos vetokaappiin.

Näin valmistettu parannettu aromiöljy voidaan varastoida tai käyttää suoraan aromiaineena sekoittamalla se ruokaan, purukumiin, makeiseen, farmaseuttisiin valmisteisiin, virvoitusjuomiin, tupakkaan ja alkuperäistuotteisiin, kuten hammastahnaan ja suuveteen, tavanomaisin keinoin määrinä, jotka ovat riittäviä halutun aromivoimakkuuden aikaansaamiseksi. Hyväksyttävät aromiainemäärät voivat vaihdella noin 0,01 paino-%:sta - noin 5,0 paino-%:iin laskettuna lopullisen tuotteen painosta. Edulliset aromiainemäärät voivat vaihdella noin 0,1 paino-%:sta - noin 3,0 paino-%:iin ja kaikkein mieluimmin määrät voivat vaihdella noin 0,15 paino-%:sta - noin 1,8 paino-%:iin laskettuna lopullisen tuotteen painosta. Lopullisella tuotteella, joka sisältää tämän keksinnön mukaisen parannetun aromiöljyn, on aito mintunlehtityyppinen maku ja aromi, ja ne kestävät pidempään kuin tuotteet, jotka sisältävät tavanomaisia minttuaromiöljyjä. Nämä paremmat maku-

ja aromiominaisuudet ovat pysyvämpi ja saavat osakseen kuluttajan lisääntyneen hyväksymisen. Lisäksi, koska maku- ja aromiominaisuudet ovat huomattavasti paremmat kuin tavanomaisilla tunnetuilla aromiöljyillä, saadaan kustannussäästöjä valmistettaessa lopullisia tuotteita, koska tarvitsee käyttää vähemmän öljyä parempien maku- ja tuoksuominaisuuksien saavuttamiseksi.

Uuden viherminttuöljyn, joka valmistettiin CO₂-uutolla, todettiin sisältävän suuremman molekyylipainon omaavien yhdisteiden seoksen verrattaessa aikaisemman viherminttuöljyn aineosiin. Näiden suuremman molekyylipainon omaavien komponenttien molekyylipainoalue oli 200 - 800. Uskotaan, että nämä suuremman molekyylipainon omaavat komponentit ovat vaha-aineosia, jotka muodostuvat korkeampien rasvahappojen ja korkeampien alifaattisten alkoholien estereistä, parittoman hiililukumäärän, esimerkiksi C₂₅, C₂₇ ja C₂₉, omaavista alkaaneista, parillisen hiiliatomien lukumäärän, esimerkiksi C₂₄, C₂₆ ja C₂₈, omaavista primäärisistä alkoholeista ja hyvin pitkäketjuisista vapaista rasvahapoista. Nämä haihtumattomat komponentit voivat näytellä tärkeää osaa CO₂-uutettussa öljyssä, sen kauan kestävine maku- ja tuoksuominaisuuksineen.

Keksinnön toisena kohteena on menetelmä minttutyypisellä öljyllä maustetun purukumi- ja makeiskoostumusten valmistamiseksi, käyttäen keksinnön mukaisia CO₂-uutettuja öljyjä.

Tämän keksinnön mukaisesti minttutyypinen CO₂-uutettu öljy, kuten tässä on kuvattu, yhdistetään tavanomaiseen purukumi-koostumukseen tai makeiskoostumukseen. Molemmat koostumukset voivat olla sokeria sisältäviä ja/tai sokerittomia materiaaleja, joissa minttutyypinen CO₂-uutettu aromiöljy yhdistetään peruspohja-aineeseen jokaista koostumusta varten. Käsite "peruspohja-aine", jota tässä käytetään, viittaa peruskomponentteihin, jotka muodostavat varsinaisen purukumi- tai makeiskoostumuksen. Purukumin ollessa kyseessä, peruspohja-

aine sisältää purukumin perusaineen, kun taas makeisen ollessa kyseessä, peruspohja-aine muodostuu makeutus- tai siirappikomponentista.

Mitä tulee erityisesti purukumikoostumukseen, tässä keksinnössä käytetty kumiperusaine voi olla mikä tahansa veteen liukenematon alalla hyvin tunnettu kumiperusaine. Kuvaavia esimerkkejä sopivista polymeereista kumiperusaineissa ovat, näihin rajoittumatta, kasviperäiset aineet, kuten chicle, jelutong, guttaperkka ja kruunukumi, synteettiset elastomeerit, kuten butadieeni-styreeni-kopolymeeri, isobutyleeni-isopreeni-kopolymeeri, polyetyleeni, polyisobutyleeni ja polylvinyyliasetaatti, näiden seokset ja vastaavat.

Käytetyn kumiperusaineen määrä vaihtelee suuresti riippuen erilaisista tekijöistä, kuten käytetyn perusaineen tyypistä, halutusta konsistenssista ja lopulliseen tuotteeseen käytettyistä muista komponenteista. Yleensä määrät, jotka ovat noin 5 %:sta - noin 99 %:iin lopullisen kumikoostumuksen painosta, ovat hyväksyttäviä, edullisten määrien ollessa noin 15 %:sta - noin 45 %:iin painosta.

Plastisoijia ja pehmittimiä, kuten lanoliinia, steariinihappoa, natriumstearaattia, kaliumstearaattia, glyseryyli-tri-asetaattia, glyserolia ja vastaavia, voidaan myös yhdistää kumiperusaineeseen haluttujen tekstuuri- ja konsistenssiominaisuuksien saavuttamiseksi. Tällaisia aineita käytetään tavallisesti määrinä, jotka ovat korkeintaan noin 30 % painosta ja mieluummin noin 3 %:sta - noin 7 %:iin lopullisen kumiperusainekoostumuksen painosta.

Purukumikoostumus sisältää tavallisesti makeutusaineen. Makeutusaineet voidaan valita laajasta ainevalikoimasta, kuten vesiliukoisista makeuttavista aineista, vesiliukoisista keino-koisista makeutusaineista ja dipeptidi-perustaisista makeutusaineista mukaan lukien näiden seokset. Tiettyihin ma-

keutusaineisiin mitenkään rajoittamatta, tyyppillisiä esimerkkejä ovat:

A. vesiliukoiset makeuttavat aineet, kuten monosakkaridit, disakkaridit ja polysakkaridit, kuten ksyloosi, riboosi, glukoosi, mannoosi, galaktoosi, fruktoosi, dekstroosi, sakkaroosi, sokeri, maltoosi, osittain hydrolysoitu tärkkelys tai kiinteät maissisiirapit ja sokerialkoholit, kuten sorbitoli, ksylitoli, mannitoli ja näiden seokset;

B. keinotekoiset makeutusaineet, kuten liukoiset sakkariinisuolat, t.s. natrium- tai kalsiumsakkariinisuolat, syk-lamaattisuolat, acesulfam-K ja vastaavat, thaumatiini, monelliini, lakritsahappo (glycyrrhizid acid), kalkoni-luokan makeutusaineet, sukraloosi ja sakkariinin vapaa happomuoto;

C. dipeptidi-perustaiset makeutusaineet, kuten L-aspar-tyyli-L-fenyylialaniinimetyyliesteri ja aineet, jotka kuva-taan US-patentissa nro 3,492,131, alitaami ja vastaavat.

Yleensä makeutusaineen määrää vaihtelee riippuen tiettyyn purukumiin valitusta makeutusainetyypistä. Tavallisesti tämä määrä on 0,01 paino-%:sta - noin 90 paino-%:iin käytettäessä helposti uuttuvaa makeutusainetta. Edellä kohdassa A kuvat-tuja vesiliukoisia makeutusaineita käytetään mieluummin noin 25 paino-%:sta - 75 paino-%:iin ja kaikkein mieluummin noin 50 %:sta - noin 65 %:iin lopullisen purukumikoostumuksen pai-nosta. Sitä vastoin kohdissa B ja C kuvattuja keinotekoisia makeutusaineita käytetään määrissä, jotka ovat noin 0,005 %:sta - noin 5,0 %:iin ja kaikkein mieluummin noin 0,05 %:sta noin - 2,5 %:iin lopullisen purukumikoostumuksen painos-ta. Nämä määrät ovat tarpeelliset halutun makeuspitoisuuden saavuttamiseksi riippumatta aromiöljyllä saavutetusta aromi-pitoisuudesta.

Tämän keksinnön mukainen purukumi voi lisäksi sisältää muita tavanomaisia lisäaineita, mukaan lukien täyteaineet, kuten kalsiumkarbonaatti ja talkki, emulgoivat aineet, kuten gly-seryylimonostearaatti ja lesitiini, väriaineet, kuten titaa-

nidioksidi, ja muut tavanomaiset purukumilisäaineet, jotka purukumialan ammattimies tietää.

Käytetyn minttutyyppisen CO₂-uutetun aromiöljyn määrään vaikuttaa ensi sijaisesti myös sellaiset tekijät kuin haluttu voimakkuus ja käytetty kumiperusaine. Yleensä määrien, jotka ovat noin 0,01 %:sta noin 5,0 %:iin lopullisen purumikoostumuksen painosta, on todettu olevan erittäin hyväksyttäviä, määrien noin 0,1 % - noin 3,0 % ollessa edullisia ja noin 0,15 % - noin 1,8 % ollessa kaikkein edullisimpi.

CO₂-uutettu öljy voidaan yhdistää muuten tavanomaiseen purukumikoostumukseen käyttäen standardimenetelmiä ja -laitteita, jotka alan ammattimies tuntee. Tyypillisessä suoritusmuodossa purukumiperusaine sekoitetaan plastisoijan kanssa yhdessä muiden lisäaineiden, kuten täyteaineiden ja väriaineiden kanssa, samalla kuumentaa seoksen pehmittämiseksi sekä perusaineen kovuuden, viskoelastisuuden ja muovaamisen moduloimiseksi. Kuumennuslämpötila voi vaihdella suuresti mutta käytännön syistä johtuen se on mieluummin noin 70 °C - noin 120 °C. Sen jälkeen purukumiperusaine sekoitetaan aromikoostumuksen kanssa, joka voidaan etukäteen sekoittaa muiden aineosien kanssa. Kun sekoittaminen on suoritettu, purukumikoostumus poistetaan ja valmistetaan mihin tahansa sopivaan muotoon.

Keksinnön mukaiset purukumit voivat olla missä tahansa alalla tunnetussa muodossa, kuten kovakumina, laattakumina, palakumina, suikaloituna kumina, kovapäällysteisenä kumina sekä keskeltä täytettynä kumina.

Makeiskoostumusten valmistaminen on historiallisesti hyvin tunnettua ja on muuttunut vähän vuosien kuluessa. Tässä suhteessa makeiset on luokiteltu joko tyypiltään "kovat" tai tyypiltään "pehmeät".

Pehmeiden makeisten, kuten nougatin, valmistaminen käsittää tavanomaiset menetelmät, kuten kahden primäärisen komponentin, nimittäin (1) korkealla kiehuvan siirapin, kuten maisisiirapin tai vastaavan ja (2) suhteellisen kevyen tekstuurin omaavan frappen, joka yleensä valmistetaan liivateesta, kananmunanvalkuaisesta, maitoproteiineista, kuten kaseiinista, ja kasviproteiineista, kuten soijaproteiinista, ja vastaavista, yhdistämisen. Frappe on yleensä suhteellisen kevyt ja voi tiheydeltään olla esimerkiksi noin 0,5 - noin 0,7.

Pehmeän makeisen korkealla kiehuva siirappi on suhteellisen viskoosinen ja omaa suuremman tiheyden ja sisältää tavallisesti olennaisen määrän sokeria. Tavallisesti lopullinen nougatkoostumus valmistetaan lisäämällä korkealla kiehuva siirappi frappeen samalla sekoittaen nougatperusseoksen muodostamiseksi. Muut aineosat, kuten minttutyyppinen CO₂-uutettu öljy, aromiaineet, lisäsokeri, väriaineet, säilöntäaineet, lääkeaineet, näiden seokset ja vastaavat, voidaan lisätä tämän jälkeen myös sekoittaen. Nougatmakeisten koostumukseen ja valmistamiseen liittyvää yleistä tietoa voi löytää julkaisusta B.W.Minifie, CHOCOLATE, COCOA AND CONFECTIONERY: Science and Technology, 2nd Edition, AVI Publishing Co., Inc., Westport, Conn. (1980), sivut 424-425.

Menetelmä "pehmeiden" makeisten valmistamiseksi tapahtuu tunnetuilla menetelmillä. Yleensä frappe-komponentti valmistetaan ensin ja sen jälkeen siirappikomponentti lisätään hitaasti samalla sekoittaen lämpötilassa, joka on ainakin 65 °C ja mieluummin ainakin 100 °C. Komponenttien sekoittamista jatketaan, kunnes muodostuu yhtenäinen seos, jonka jälkeen seos jäähdytetään lämpötilaan, joka on alle 80 °C, jossa lämpötilassa voidaan lisätä minttutyyppinen CO₂-uutettu aromiöljy. Seosta sekoitetaan edelleen niin kauan, että se on valmista poistettavaksi ja valmistettavaksi sopiviin makeismuotoihin.

Samalla tavalla kuin pehmeitä makeisia, tässä keksinnössä voidaan käyttää kovia makeisia, jotka voidaan samalla tavalla valmistaa ja formuloida tavanomaisin keinoin. Yleensä kovan makeisen perusaineella, joka muodostuu ruokosokerin tai sokerijuurikkaan ja glukoosisiirapin seoksesta, on alhaiset kosteuspitoisuudet noin 0,5 %:sta - noin 1,5 %:iin ja sitä käytetään lopullisessa makeisessa noin 5 %:sta - noin 99 %:iin lopullisen koostumuksen painosta. Tällainen makeinen voidaan rutiininomaisesti valmistaa tavanomaisilla menetelmillä, kuten sellaisilla, joihin sisältyvät tulella keitot (fire cookers), tyhjökeitot ja kaavintapintakeitot, joilla tarkoitetaan myös nopeita painekeittoja.

Tulella keitot ovat makeisperusaineen traditionaalinen valmistusmenetelmä. Tässä menetelmässä haluttu sokerimäärä liuotetaan veteen kuumentamalla kattilassa kunnes sokeri liukee. Sen jälkeen maissisiirappi tai inverttisokeri lisätään ja keittämistä jatketaan kunnes saavutetaan lopullinen lämpötila, joka on noin 145 °C - noin 156 °C. Sen jälkeen annos jäähdytetään ja valmistetaan plastiseksi massaksi lisäaineiden yhdistämiseksi.

Nopeassa painekeitossa käytetään lämmönvaihtopintaa, menetelmässä makeiskalvo levitetään lämpöä vaihtavalle pinnalle, makeinen kuumennetaan noin 165 °C:seen - noin 170 °C:seen muutamassa minuutissa. Sen jälkeen makeinen nopeasti jäähdytetään noin 100 °C:seen - noin 120 °C:seen ja valmistetaan plastiseksi massaksi, jolloin lisäaineiden, kuten aromiaineiden, väriaineiden, happamuutta säätelevien aineiden ja lääkeaineiden, yhdistäminen on mahdollista.

Tyhjökeitoissa sokeria ja maissisiirappia keitetään noin 125 °C:ssa - noin 132 °C:ssa käyttäen tyhjöä, jolloin ylimääräinen vesi kiehuu pois ilman lisäkuumennusta. Kun keitto on kokonaan tapahtunut, massa on puolikiinteää, sillä on plastinen konsistenssi. Tässä vaiheessa väriaineet, aromiaineet

ja muut lisäaineet sekoitetaan massaan tavanomaisilla mekaanisilla sekoitusmenetelmillä.

Optimisekoitus, joka vaaditaan aromi-, väri- ja muiden lisäaineiden yhtenäiseksi sekoittamiseksi kovan makeisen tavanomaisen valmistuksen kuluessa, on määritelty aikana, joka tarvitaan aineiden yhtenäisen jakautumisen saavuttamiseksi. Tavallisesti sekoitusajat, jotka ovat noin 4-40 minuuttia, on todettu hyväksyttäväksi.

Heti kun karamellimassa on kunnolla temperoitunut, se voidaan leikata työstettäviin osiin tai voidaan muodostaa halutun muotoisiksi. Kovien makeisten koostumuksesta ja valmistuksesta yleistä tietoa voi löytää julkaisusta H.A.Lieberman, Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets, Vol. 1 (1980), Marcel Dekker, Inc., sivut 339-469.

On mainittava, että laite, joka on käyttökelpoinen tämän keksinnön mukaisesti, sisältää ne keitto- ja sekoituslaitteet, jotka ovat hyvin tunnettuja makeisvalmistuksessa ja tästä syystä spesifisen laitteen valinta on alan ammattimiehelle selvää.

Käytettäessä kuvattuja minttutyyppisiä CO₂-uutettuja öljyjä on mahdollista käyttää lisäksi muita sekundäärisiä aromiaineita tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa. Tällaisten lisäaromiaineiden tulee olla yhteensopivia minttutyyppisen CO₂-uutetun öljyn kanssa eikä se saa muuttaa minttutyyppisen CO₂-uutetun öljyn stabiliteettia.

Sekundääriset aromiaineet, jotka ovat käyttökelpoisia tämän keksinnön mukaisten aromikoostumusten valmistamiseksi, voidaan johtaa kasveista, lehdistä, kukista, hedelmistä ja jne. ja näiden yhdistelmistä. Tyypillisiä aromiöljyjä ovat kaneliöljy ja talvikkiöljy (metyylisalisylaatti). Käyttökelpoisia ovat myös keinotekoiset, luonnolliset tai synteettiset

hedelmäaromit, kuten sitrusöljyt, mukaan lukien sitruuna, appelsiini, viinirypäle, lime ja grape, ja hedelmäesanssit, mukaan lukien omena, mansikka, kirsikka, ananas ja jne.

Käytetyn sekundäärisen aromiaineen määrään vaikuttaa tavallisesti ensi sijassa sellaiset tekijät, kuten aromityyppi, perusaineen tyyppi ja haluttu voimakkuus. Yleensä määrät, jotka ovat noin 0,05 %:sta - noin 3,0 %:iin lopullisen koostumuksen painosta, ovat edullisia, määrien, jotka ovat noin 0,3 %:sta - noin 1,5 %:iin ollessa edullisia, ja noin 0,8 %:sta - noin 1,2 %:iin olevat määrät ovat kaikkein edullisimpia.

Minttutyyppistä CO₂-uutettua öljyä voidaan käyttää purukumissa tai makeisessa joko nestemäisessä muodossa tai kuivatussa muodossa. Käytettäessä viimeksi mainitussa muodossa, sopivina kuivauskeinoina voidaan käyttää öljyn sumutuskui-vausta tai öljyn adsorptiota liukenemattomaan huokoiseen kantoaineeseen, kuten polyetyleeniin. Vaihtoehtoisesti se voidaan absorboida vesiliukoiseen materiaaliin, kuten selluloosaan, tärkkelykseen, sokeriin jne. Varsinaiset menetelmät tällaisten kuivattujen muotojen valmistamiseksi ovat hyvin tunnettuja eivätkä muodosta tämän keksinnön osaa.

Makeisia, jotka ovat käyttökelpoisia tässä keksinnössä ovat, näihin kuitenkin rajoittumatta, sokerinen ja sokeriton keitetty karamelli, puristetut tabletit, toffee ja nougat.

Seuraavat esimerkit kuvaavat tätä keksintöä mutta niitä ei tule pitää keksintöä rajoittavia. Kaikki tässä käytetyt prosentit lasketaan lopullisen koostumuksen painosta ellei toisin mainita.

Esimerkki 1

Tämä esimerkki kuvaa viherminttuöljyn uuttamista peltokuivatuista lehdistä.

Otettiin 1950 g peltokuivattuja vihermintun lehtiä ja kukkia ja jaettiin kahteen kokeeseen. Näissä kokeissa käytetyn hiilidioksidin puhtaus oli 99,9 %. Työskentelyolosuhteet, joita kokeissa A ja B käytettiin, on esitettyä kuviossa 2 ja vastaavasti kuviossa 3. Kokeet A ja B suoritettiin käyttäen alavirtausmallia. Viherminttuöljyisaannot ovat 3,2 ja 3,1 painoprosenttia kokeessa A ja vastaavasti kokeessa B.

Kokeessa A 739 g lehtiä pakattiin uuttoastiaan niin, että irtotiheydeksi tuli $0,168 \text{ g/cm}^3$. Kokeessa B 708 g lehtiä pakattiin niin, että irtotiheydeksi tuli $0,161 \text{ g/cm}^3$.

Hiilidioksidia lisättiin kontrolloidulla nopeudella kunnes paine uuttoastiassa oli sama kuin syöttötankin höyrynpaine ($6619 \text{ kPa} = 960 \text{ psi}$). Sen jälkeen hiilidioksidia pumpattiin uuttoastiaan kunnes paine oli noin $13\,617 \text{ kPa}$:ta (1975 psi). Tämän jälkeen alkoi tuotteen poistaminen. Painetta astiassa kierrätettiin alas noin 8446 kPa :han (1225 psi) ja taas ylös noin $13\,617 \text{ kPa}$:han (1975 psi). Paineen alaslaskukierrätys suoritettiin kolme kertaa, jolla varmistettiin, että täyteen teessä olevat pienet välitilat olivat puhdistuneet uuttones- teestä. Keskipaine tuotetta talteenotettaessa oli kokeessa A $11\,203 \text{ kPa}$:ta (1625 psi), kokeessa B se oli $10\,859 \text{ kPa}$:ta (1575 psi).

Kokonaisuuttoaika (täyttö, läpivirtaus ja puhallus) oli 4,9 tuntia kokeessa A ja 4,3 tuntia kokeessa B. Hiilidioksidin kokonaismäärä, joka virtasi lehtitäytteen läpi, oli kokeessa A $8,16 \text{ g CO}_2/\text{lehti-g}$. Kokeessa B liuottimen suhde täyttöön oli $7,94 \text{ g CO}_2/\text{lehti-g}$. Keskilämpötila kokeessa A oli $33 \text{ }^\circ\text{C}$. Kokeessa B se oli $34 \text{ }^\circ\text{C}$.

Lämpötila pyrki olemaan korkeampi kuin mitä lämpömittari 8 osoitti pumpattaessa CO₂:ta (yli 6722 kPa = 975 psi), johon kaasun puristumisesta jo täytteessä. Täyte jäähdyi alkutäytön (6033 kPa:han asti = 875 psi) aikana ja CO₂:n alaspuhalluksen aikana johtuen laajenemis-jäähdytyksestä. Alhaisin lämpötila, joka saavutettiin, oli 26 °C alaspuhalluksen aikana. Nestemäistä hiilidioksidia muodostuu aina lehtitäytteessä laajenemistapahtumien kuluessa, koska lämpöä ei voi siirtää uuttoastian seinämiä tarpeeksi nopeasti saattamatta lehtiä alttiiksi ei-toivotuille korkeammille seinälämpötiloille.

Öljyn saanto kokeessa A oli 23,4 g tuotesulusta 20 ja 0,5 g kylmäloukkuastiasta 22, kokonaissaanto oli 23,9 g (saantolaskelmissa ainemäärä, joka otettiin talteen kylmäloukkuastiasta 22, joka tyhjennettiin vain kerran, jaettiin tasan kokeisiin A ja B). Tämä talteenotettu tuote edustaa 3,2 % käytettyjen lehtien massasta. Lisäksi kylmäloukkuastiasta 22 ja huurteenpoistajasta 23 otettiin talteen 2 g vettä (0,27 % syötetystä). Tätä kokonaisnestesaantoa, joka oli 3,5 %, voidaan verrata lehtimassan kokonaishäviöön, joka oli 3,7 %. Talteenottamaton osa, 0,2 %, on enimmäkseen vettä, koska sitä on vaikeampi kondensoida kuin haihtuvia öljyjä.

Öljysaanto kokeessa B oli 21,6 g tuotesulusta 20 ja 0,5 g kylmäloukkuastiasta 22. Tämä edustaa 3,1 % käytetyistä lehdistä. Kylmäloukkuastiasta 22 ja huurteenpoistajasta 23 talteenotettu vesimäärä oli 2 g tai 0,28 % syötetystä. Kokonaisnestesaantoa, joka oli 3,4 %, voidaan verrata lehtimassan häviöön, joka oli 4,1 %. Talteenottamaton osa 0,7 % oli enimmäkseen vettä.

Kokeissa A ja B saadut öljyt ovat väriltään oransseja ja niissä on samaa hiukkaskomponentti ja miellyttävä puumainen lehtimäinen vihermintun tuoksu.

Esimerkki 2

Tämä esimerkki kuvaa piparminttuöljyn uuttamista peltokuiva-
tuista lehdistä.

Otettiin 1882 g peltokuivattuja piparmintun lehtiä ja kukkia
ja jaettiin kolmeen kokeeseen. Näissä kokeissa käytetyn hii-
lidioksidin puhtaus oli 99,9 %. Piparminttuöljyjen saannot
ovat 1,8, 2,2 ja 1,9 painoprosenttia kokeissa C, D ja vas-
taavasti E.

Kokeessa C 799 g lehtiä pakattiin uuttoastiaan niin, että
irtotiheydeksi tuli $0,182 \text{ g/cm}^3$. Kokeessa D 866 g lehtiä pa-
kattiin niin, että irtotiheydeksi tuli $0,197 \text{ g/cm}^3$. Kokeessa
E 731 g pakattiin niin, että irtotiheys oli $0,166 \text{ g/cm}^3$.

Kokeet C ja D suoritettiin siten, että hiilidioksidi virtasi
täytteen läpi alavirtausmallilla kuten kokeissa A ja B. Koe
E suoritettiin käyttäen hiilidioksidin virtauksessa uuttoas-
tian läpi ylösvirtausmallia.

Kaikissa kokeissa C, D ja E hiilidioksidia lisättiin kont-
rolloidulla nopeudella kunnes paine uuttoastiassa oli sama
kuin syöttötankin höyrynpaine ($5654 - 6619 \text{ kPa} = 820 - 960$
psi). Hiilidioksidia pumpattiin uuttoastiaan kunnes paine
oli $14\,479 - 16\,547 \text{ kPa}$ ($2100 - 2400 \text{ psi}$). Sen jälkeen alkoi
tuotteen poistaminen. Kokeissa C ja D painetta astiassa kier-
rätettiin alas noin 8274 kPa :han (1200 psi) ja taas ylös noin
 $14\,479 - 16\,547 \text{ kPa}$:han ($2100 - 2400 \text{ psi}$). Paineen alaslus-
kukierrätys suoritettiin kolme kertaa, jolla varmistettiin,
että täytteessä olevat pienet välitilat olivat puhdistuneet
uuttonesteestä. Keskipaine tuotetta talteenotettaessa oli
kokeissa C ja D noin $10\,342 \text{ kPa}$:ta (1500 psi). Kokeessa E
painetta kierrätettiin kolme kertaa $14\,479 - 16\,547 \text{ kPa}$:sta
($2100 - 2400 \text{ psi}$) alas ilmakehän paineeseen. Keskipaine tuo-
tetta talteenotettaessa oli kokeessa E noin 8274 kPa :ta
(1200 psi).

Kokonaisuuttoaika (täyttö, läpivirtaus ja alaspuhallus) oli 4,9 tuntia kokeessa C, 5,9 tuntia kokeessa D ja 10,0 tuntia kokeessa E.

Hiilidioksidin kokonaismäärä, joka virtasi lehtitäytteen läpi, oli kokeessa C 6,81 g CO₂/lehti-g tai 7,92 g CO₂/kuiva lehtiaines-g. Kokeessa D liuottimen suhde täyttöön oli nousut arvoon 8,49 g CO₂/lehti-g tai 9,83 g CO₂/kuiva lehtiaines-g. Kokonaismäärästä, joka oli 9,83 g CO₂/kuiva lehti-g, 6,7 g virtasi täytteen läpi yli 7584 kPa:n (1100 psi) paineella kokeessa D. Kokeessa C keskiliukoisuus oli 0,27 paino-% öljyä hiilidioksidiuutteessa. Kokeessa D keskiliukoisuus oli 0,26 paino-%.

Kokeessa E öljy voitiin ottaa talteen ainoastaan luontaisella liukoisuudella CO₂:een (plus jonkin verran pisarataltteenottona). Liuottimen suhde täytteeseen oli 10,1 g CO₂/lehti-g tai 11,7 g CO₂/kuiva lehtiaines-g kahdessa ensimmäisessä kierrossa, haihtuvan öljyn keskiliukoisuuden laskettiin olevan ainakin 0,16 paino-%. Kokeen E viimeissä kierrossa lopullinen liuottimen suhde täytteeseen oli 14,6 g CO₂/lehti-g tai 16,9 g CO₂/kuivattu lehtiaines-g, keskiliukoisuudeksi laskettiin 0,06 paino-%. Kokonaismäärästä, joka oli 16,9 g CO₂/kuiva lehti-g, 8,5 g virtasi täytteen läpi yli 7584 kPa:n (1100 psi) paineella. Öljyn liukoisuus superkriittiseen hiilidioksidiin vähenee paineen alentuessa, keskipaine kokeessa E oli 2084 kPa:ta (300 psi) alhaisempi kuin kokeissa C ja D.

Keskilämpötila kokeissa C, D ja E oli 34 °C. Suurimmat lämpötilan vaihtelut (24 °C - 42 °C) mitattiin ylösvirtausesi-merkissä (koe E). Lämpöparin sijoittaminen ylösvirtausmallin täytteen ulostuloon teki mahdolliseksi täsmällisemmin tarkkailla puristuskuumenemistä ja laajenemis/haihtumisjäähymistä.

Öljyn saanto kokeessa C oli 14,7 g tuotesulusta 20 ja 0,1 g kylmäloukkuastiasta 22, kaikkiaan 14,8 g (saantolaskelmissa

ainemäärä, joka otettiin talteen kylmäloukkuastiasta 22, joka tyhjennettiin vain kerran, jaettiin tasan kokeisiin C ja D). Tämä talteenotettu tuote edustaa 1,8 % käytettyjen lehtien massasta. Lisäksi kylmäloukkuastiasta 22 ja huurteenpoistajasta 23 otettiin talteen 2,2 g vettä (0,25 % syötetystä). Tätä kokonaisnestesaantoa, joka oli 2,1 %, voidaan verrata lehtimassan kokonaishäviöön, joka oli 2,0 %.

Öljyn saanto kokeessa D oli 18,9 g tuotesulusta 20 ja 0,2 g kylmäpaineastiasta 22, kaikkiaan 19,1 g. Tämä edustaa 2,2 % käytetyistä lehdistä. Tuotesulun 20 seiniin jäi jonkin verran vahajäännöistä, joka liuotettiin asetoniin ja analysoitiin edelleen. Talteenotetun veden määrä oli 6,5 g tai 0,75 % syötetystä. Kokonaisnestesaantoa, joka oli 3,0 %, voidaan verrata lehtimassan häviöön, joka oli 3,8 %. Talteenottamaton osa 0,8 % on ensi sijassa vettä.

Öljysaanto kokeessa E oli 13,6 g tai 1,9 paino-%. Talteenotetun veden määrä oli 3,6 g tai 0,49 paino-% syötetystä. Kokonaisnestesaantoa, joka oli 2,4 paino-%, voidaan verrata lehtimassan häviöön, joka oli 3,6 %.

Kokeiden C, D ja E öljyt ovat väriltään oransseja ja sameita niiden sisältäessä vahakomponentin. Öljyillä on miellyttävä piparmintun tuoksu.

Esimerkki 3

Tämän keksinnön mukaisella menetelmällä uutettujen uusien öljyjen yleiseksi karakterisoinmiseksi, asiantuntijaraati suoritti vertailevan organoleptisen arvioinnin ja stabiliteetin testauksen öljyillä, jotka valmistettiin kasvimateriaaleista (sama alkuperä) ja tuotettiin esimerkkien 1 ja 2 mukaisella menetelmällä sekä tavanomaisilla vesihöyrytislausmenetelmillä.

Ulkonäkö

CO₂-uutettu viherminttuöljy on väriltään tummanoranssi, se ei ole homogeeninen, koska se sisältää jonkin verran kiinteitä ja puolikiinteitä aineita. Nämä kiinteät ja puolikiinteät aineet sulivat liuokseen, kun sitä hiukan lämmitettiin juoksevan lämpimän veden alla, jonka jälkeen liuos muuttui kirkkaaksi, oranssinkeltaiseksi ja homogeeniseksi.

Vesihöyrytislattu viherminttuöljy on kirkas, väriltään hiukan kellertävä ja homogeeninen tuote.

CO₂-uutettu piparminttuöljy on väriltään oranssi, ei-homogeeninen tuote. Öljy sisältää vahatyypin puolikiinteän ja kiinteän komponentin, joka sulaa liuokseen pienen lämmittämisen jälkeen.

Vesihöyrytislattu piparminttuöljy on kirkas, hyvin vaalean-kellertävä väriltään ja homogeeninen tuote.

Tuoksun arviominen (täpläkokeena)

CO₂-uutetulla viherminttuöljyllä on yrttimäinen, viherminttukasvin lehden tuoksu ja tuoreus, joka on diffusoiva ja kauan kestävä. Tuoksu täpläalustalla on selvästi havaittavissa 3 päivän ajan ja jäännösaromi voidaan havaita viikon kuluttua.

Vesihöyrytislattulla viherminttuöljyllä on ensin terävä tislauksesta johtuva vivahde (hiukan palanut vivahde johtuen lämmöstä) ja kirpeä tuoksu, joka kuivumisen tapahduttua on tyypillinen viherminttu, jolla kukkamainen parfyymihäivähäydys. Jäännösaromia ei ole havaittavissa täplässä 24 tunnin kuluttua.

Maun arvioiminen (0,2 %:nen sokerimassassa)

CO₂-uutetulla vihermintulla on viherminttukasvin lehden tunnusomainen maku, jossa enemmän minttua, lehtimäinen kirpeys, enemmän diffuusoiva tunne ja hiukan vähemmän kitkeryyttä.

Vesihöyrytislatusalla vihermintulla on tunnusomainen viherminttuöljyn maku, joka hiukan kitkerä.

Tuoksutunnusmerkit

CO₂-uutetun ja vesihöyrytislatus viherminttuöljyn vertailuesimerkeistä testattiin viiden (5) päivän aikana tuoksun kestoaika. Tuoksuntestaussuodatin (PIF) kastettiin jokaiseen näytteeseen ja arvionti suoritettiin päivittäin viiden päivän ajan. CO₂-uutetulla viherminttuöljyllä oli vielä makea, yrttimäinen, kukkastuoksu 5 päivän jälkeen. Vesihöyrytislatusalla viherminttuöljyllä tuoksua ei ollut havaittavassa PTF:llä 2 päivän jälkeen. Samanlaiset tulokset saatiin piparminttuöljyillä.

CO₂-uutetun öljyn stabiliteetti

CO₂-uutetun ja vesihöyrytislauksella valmistettujen viherminttuöljyjen vertailunäytteitä arvioitiin, sen jälkeen, kun ne oli altistettu ei-ihanteellisille varastointiolosuhteille (auringonvalo, yläilmatila) 10 viikon ajaksi. CO₂-uutetuilla viherminttu- ja piparminttuöljyillä todettiin parempi stabiliteetti, joka ilmeni siinä, että niiden alussa miellyttävät tunnusomaiset tuoksut muuttuivat vain vähän kun taas sitä vastoin vesihöyrytislatusalla öljyillä muutos tuoksussa oli suurempi. Kaasukromatografisen analyysin mukaan vähiten muutoksia todettiin mono-terpeenien ja muiden hapettumiselle taipuvien aineosien konsentraatiossa CO₂-uutetussa viherminttuöljyissä. Terpeenit liittyvät ensi sijassa näiden öljyjen oksidatiiviseen hajoamiseen ja osoittavat näin ollen näiden

tuotteiden stabiliteetin. Taulukoissa I ja II on esitetty edelleen vertailuarvoja viherminttu- ja piparminttuöljylle.

Taulukko I (Viherminttuöljy)

<u>aineosa</u>	Piikkien pinta-ala-%			
	CO ₂ -uutettu		Vesihöyrytislattu	
	<u>kontrolli</u>	<u>altistettu</u>	<u>kontrolli</u>	<u>altistettu</u>
myrseeni	0,68	0,23	0,89	0,11
cis-okimeeni	0,02	-	0,02	-
para-kymeeni	0,01	0,03	-	0,06
beta-karyofylleeni	0,52	0,32	0,59	0,08
trans-beta-farneseeni	0,44	0,13	0,45	0,09
germakreeni-D	0,36	0,20	0,41	0,18

Taulukko II (piparminttuöljy)

<u>aineosa</u>	Piikkien pinta-ala-%			
	CO ₂ -uutettu		Vesihöyrytislattu	
	<u>kontrolli</u>	<u>altistettu</u>	<u>kontrolli</u>	<u>altistettu</u>
myrseeni	0,26	0,21	0,28	0,18
alfa-terpineeni	0,08	0,06	0,16	-
cis-okimeeni	0,56	0,42	0,53	0,24
gamma-terpineeni	0,33	0,31	0,43	0,15
para-kymeeni	0,07	0,13	0,12	0,49
beta-bourboneeni	0,45	0,59	0,50	0,87
germakreeni-D	3,41	1,87	3,07	0,65

Taulukot osoittavat, että CO₂-uutetuissa öljyissä aineosilla myrseeni, alfa-terpineeni, cis-okimeeni, gamma-terpineeni, beta-bourboneeni, beta-karyofylleeni, trans-beta-farneseeni ja germakreeni-D on tapahtunut vähemmän oksidatiivista hajoa-

mista kuin vesihöyrytislatusissa öljyissä. Lisäys, joka tapahtuu para-kymeeni-aineosan kohdalla, on myös osoitus hajoamisesta ja tämä lisäys on CO₂-uutetuilla öljynäytteillä pienempää suurusluokkaa. Sinänsä, koska öljyt, jotka valmistetaan CO₂-uutolla, ovat pysyvämpiä, ovat myös niistä valmistetuilla tuotteilla havaittu lisääntynyt aromi- ja/tai tuoksustabiliteetti verrattaessa tavanomaisella vesihöyrytislatusalla öljyllä maustettuihin tuotteisiin.

Esimerkki 4

CO₂-uutetun viherminttuöljyn erottaminen.

Tämän keksinnön mukainen uusi viherminttuöljy vesitislattiin haihtumattomien komponenttien erottamiseksi haihtuvista komponenteista. Haihtuvat komponentit muodostivat suunnilleen 85 % CO₂-uutetusta kokonaisölystä; jäljelle jäävä 15 % muodostui haihtumattomista komponenteista. Haihtumattomat komponentit (ne, jotka jäivät jäljelle tislauksolviin tislauksen jälkeen) erotettiin sen jälkeen edelleen niiden liukoisuuksien mukaan alkoholiin liukenevaksi kiinteäksi jäännösfraktioksi ja alkoholiin liukenemattomaksi kiinteäksi valkoiseksi vahafraktioksi. Nämä erilaiset erotetut komponentit analysoitiin edelleen GPC:llä kuten jäljempänä esitetään.

Esimerkki 5

Uuden viherminttuöljyn, joka oli valmistettu CO₂-uutolla, kuten edellä esimerkissä 1 esitetään, aineosia verrattiin standardivesihöyrytislauksella valmistettuun viherminttuöljyyn. CO₂-uutetun öljyn todettiin sisältävän vahamaisen hiukkaskomponentin, joka suli öljyyn lievän lämmittämisen jälkeen. Tämä valkoinen vahamainen kiinteä aine oli saostettavissa öljystä alkoholilla. Erilaiset analyttiset menetelmät, joissa verrattiin CO₂-uutettua öljyä ja vesihöyrytislattua öljyä, suoritettiin, kuten jäljempänä esitetään.

Massaspektrianalyysi (MS)

Massaspektrianalyysillä saadaan tietoa analysoitavan näytteen kemiallisesta koostumuksesta. Öljynäytteiden massaspektrianalyysi suoritettiin käyttäen ionilähteistä nopeaa atomipommitusta (fast atom bombardment = FAB) ja siinä ksenonkaasua ionien tuottamiseksi (FAB-sputterointi). Noin 1 µl näytettä dispergoitiin kaksoisfokusoivan, tietokonesysteemillä ja ionilähteellä ja säilyksiköllä varustetun massaspektrometrin FAB-antikatoille. "Emissio" oli 5 mA ja "pommituskorkeaajännite" oli 3 kV. Spektrit oli alueella 100 - 1500 m/z ja ne on esitetty kuviossa 4.

Näytteen massaspektrianalyysi osoitti, että haihtumaton fraktio sisältää yhdisteiden, joiden molekyylipaino on välillä 200 - 800, kompleksisen seoksen.

Geelipermeaatiokromatografia (GPC)

GPC suoritettiin CO₂-uutetulle viherminttuöljynäytteelle sekä tavanomaisella vesihöyrytislauksella saadulle viherminttuöljynäytteelle. Tulokset on esitetty graafisesti kuviossa 5, jossa on esitetty vertailtavien GPC-näytteiden tulokset. Molekyylipainohuiput siirtyvät korkeammasta alempaan ja ajo-olosuhteet olivat identtiset. Kuviossa 5A on tavanomaisella vesihöyrytislauksella saatu viherminttuöljy. Kuvio 5B esittää keksinnön mukaisen CO₂-uutetun viherminttuöljyn jäännöstä vesitislauksen jälkeen. Kuviossa 5C esitetään haihtuvat fraktiot, jotka saadaan keksinnön mukaisesta CO₂-uutetusta viherminttuöljystä. Kuvio 5D kuvaa keksinnön mukaisen CO₂-uutetun viherminttuöljyn vahafraktiota. Suuri komponentti-piikki, joka eluoitui 29 minuutista 31 minuuttiin, sisältää haihtuvien aineiden pääosan, joka muodostaa viherminttuaromin ja jonka todettiin esiintyvän tavanomaisessa vesihöyrytislatussa öljyssä (5A) ja keksinnön mukaisessa CO₂-uutetussa öljyssä (5B ja 5C). Aika-alueella, joka seuraa välittö-

mästi tätä suurta yhteistä huippua, todettiin lisää huippuja keksinnön mukaisen CO₂-uutetun öljyn jäännöksellä (5B) ja CO₂-uutetun öljyn vahamaisella fraktiolla (5D). Nämä lisähuiput korreloivat yhdisteiden, joilla molekyylipaino välillä 200-800, kompleksisen seoksen kanssa, joka havaittiin CO₂-uutetun öljyn massaspektrianalyysissä.

Kaasukromatografia - Massaspektrometri (CGMS)

GC erottaa annetun tuntemattoman näytteen aineosat kromatografiakolonnissa. Sen jälkeen nämä erotetut aineosat voidaan edelleen analysoida niiden identifioimiseksi ja/tai luokittelemiseksi. CO₂-uutetun öljyn semihaihtuvat komponentit analysoitiin GC/MS:llä käyttäen kaksoisfokusoivaa massaspektrometria, jossa oli tiedonkäsittelysysteemi liitettyinä kaasukromatografiin. CO₂-uutetun viherminttuöljyn ja vesihöyrytislätun viherminttuöljyn vertailu-CG-analyysit on esitetty jäljempänä taulukossa III. CO₂-uutettu öljy sisältää hiukan enemmän L-karvonia ja vähemmän mono-terpeenejä (pineenejä, myrseeniä, terpineeniä, L-limoneenia) ja 1,8-kineolia. Isovalerialdehydi ja dimetyylisulfidi puuttuvat CO₂-uutetusta öljystä, mistä voidaan olettaa niiden olevan lämmössä syntyneitä. CO₂-uutettu öljy sisältää myös useita tuntemattomia aineosia, joilla on suuret retentioajat.

Taulukko III (viherminttuöljy)

<u>aineosa</u>	<u>Piikin pinta-ala-%</u>	
	<u>CO₂-uutettu</u>	<u>Vesihöyrytislattu</u>
dimetyylisulfidi	-	0
isobutyryialdehydi	0,01	0
isovalerialdehydi	-	0
alfa-pineeni	0,37	0,73
beta-pineeni	0,41	0,69
sabineeni	0,32	0,47
myrseeni	0,68	0,89

alfa-terpineeni	0,03	0,02
1-limoneeni	15,82	17,69
1,8-kineoli	0,92	1,39
cis-okimeeni	0,02	0,02
gamma-terpineeni	0,02	0,05
para-kymeeni	0,01	0,01
terpinoleeni	0,01	0,02
3-oktyyliasetaatti	0,07	0,10
3-oktanoli	1,89	2,01
1-okten-3-oli	0,03	0,04
trans-sabineenihydraatti	0,46	0,46
1-mentoni	0,93	1,07
beta-bourboneeni	0,92	1,07
linalooli	0,05	0,05
beta-karyofylleeni	0,52	0,59
terpinen-4-oli	0,19	0,20
dihydrokarvoni	0,83	0,83
hydroksikarvyyliasetaatti	0,05	0,13
trans-beta-farneseeni	0,44	0,24
alfa-terpineoli	0,24	0,45
germakreeni-D	0,36	0,41
1-karvoni	69,01	67,22
karvyyliasetaatti	0,03	0,04
trans-karveoli	0,19	0,19
cis-karveoli	0,32	0,31
cis-jasmoni	0,24	0,19
viridifloroli	0,09	0
tuntematon 1 (43,50 min)*	0,13	-
" 2 (49,26 min)	0,19	-
" 3 (52,74 min)	0,26	-
" 4 (57,09 min)	0,24	-
" 5 (62,97 min)	0,08	-
" 6 (63,49 min)	0,19	-
" 7 (67,97 min)	0,39	-

- * Tuntemattoman huipun retentioaika minuuteissa.
1-karvonin aika on 23,08 minuuttia.

Esimerkki 6

Tämä esimerkki kuvaa erilaisten minttutyypistien aromiöljyjen käyttöä purukumikoostumuksissa, joilla on seuraava yleinen koostumus:

<u>aineosa</u>	<u>paino-%</u>
kumiperusaine	23,0
täyteaine/makeutusaine	60,5
glyseroli	15,0
aromiöljy	1,0
lesitiini	0,5

Viherminttuöljyä yhdistettiin kumikoostumukseen 1,0 paino-%. Se oli ainoa käytetty aromiaine. Keksinnön mukainen koe 1 sisälsi esimerkistä 1 CO₂-uutetun öljyn ja vertailukoe A sisälsi tavanomaisen vesihöyrytislätin viherminttuöljyn. Kumi valmistettiin tavanomaisilla menetelmillä, jonka jälkeen se valssattiin ja uurrettiin yksittäisten palasten valmistamiseksi. Kumin palasille tehtiin makupurutesti sen aromiominaisuuksien määrittämiseksi. Palaset arvioitiin tuoreina ja joudutetun varastoinnin jälkeen, joka tapahtui 37 °C:ssa ja 80 %:n suhteellisessa kosteudessa neljän viikon ajan.

CO₂-uutetulla viherminttuöljyllä maustetun kumin maun todettiin olevan enemmän mintun lehteä muistuttava ja samanlainen kuin itse minttukasvin. Se todettiin vähemmän kitkeräksi. Tuore vihermintun maku oli vielä melko havaittava 25 minuutin kuluttua. Itse asiassa lisääntyneen aromin vapautumisen ja keston totesi neljä (4) seitsemästä (7) asiantuntijasta. Havaittiin myös kumin makeuden lisääntyminen.

Vesihöyrytislatulla viherminttuöljyllä maustettu kumi oli samanlainen kuin tavanomaisella vihermintulla maustettu kumi. Se todettiin kitkerämmäksi kuin CO₂-uutetulla viherminttuöljyllä maustettu kumi. Makua oli jonkin verran havaittavissa 15 minuutin kuluttua mutta se oli käytännöllisesti katsoen olematon 25 minuutin kuluttua.

Esimerkki 7

Tämä esimerkki kuvaa "kova"-tabletti-tyyppistä makeistuotetta, johon yhdistetty uusi viherminttuöljy.

<u>aineosa</u>	<u>paino-%</u>
kiteinen sorbitoli	98,0
kaksiemäksinen kalsium-	
fosfaatti	0,5
magnesiumstearaatti	1,3
CO ₂ -uutettu viherminttuöljy	0,2

Perusaine sekoitettiin ja kuumennettiin noin 60 °C - noin 80 °C:seen. Tähän yhdistettiin CO₂-uutettu viherminttuöljy. Sekoittamista jatkettiin useiden minuuttien ajan homogeenisen massan saamiseksi, jonka jälkeen seos ekstrudoitiin ja puristettiin tasareunaisiksi, kiekonmuotoisiksi tableteiksi. Tableteilla oli voimakas vihermintun tuoksu ja maku sekä luja tekstuuri.

Keksintöä, sen ollessa kuvattuna kuten tässä edellä on esitetty, voidaan ilmeisesti muuntaa monin tavoin. Tällaisten muunnosten ei katsota eroavan tämän keksinnön hengestä eikä sen piiristä vaan kaikkien tällaisten muunnosten katsotaan kuuluvan seuraavien patenttivaatimusten piiriin.

Patenttivaatimukset

1. Minttutyyppinen aromiöljy, t u n n e t t u siitä, että se sisältää nestemäisen aromiöljyn, jossa aromiöljyllä on haihtuva komponentti ja haihtumaton komponentti, jossa on alkoholiin liukenamaton puolikiinteä vahafraktio, ja jossa haihtumaton komponentti on yhdisteiden, joiden molekyylipaino vaihtelee noin 200 - noin 800, kompleksinen seos.

2. Minttutyyppinen aromiöljy, jolla on lisääntynyt ja kauemmin kestävä maku, t u n n e t t u siitä, että se sisältää nestemäisen aromiöljyn, jossa aromiöljyllä on haihtuva komponentti ja haihtumaton komponentti, jossa on alkoholiin liukenamaton puolikiinteä vahafraktio ja jossa haihtumaton komponentti on yhdisteiden, joilla molekyylipaino vaihtelee noin 200 - noin 800, kompleksinen seos.

3. Minttutyyppinen aromiöljy, jolla on lisääntyneet ja kauemmin kestävät aromitunnusmerkit, t u n n e t t u siitä, että se sisältää nestemäisen aromiöljyn, jossa aromiöljyllä on haihtuva komponentti ja haihtumaton komponentti, jossa on alkoholiin liukenamaton puolikiinteä vahafraktio ja jossa haihtumaton komponentti on yhdisteiden, joilla molekyylipaino vaihtelee noin 200 - noin 800, kompleksinen seos.

4. Minttutyyppinen aromiöljy, jolla on luonnonmukaiset lehtityyppiset maku- ja aromitunnusmerkit, t u n n e t t u siitä, että se sisältää nestemäisen aromiöljyn, jossa aromiöljyllä on haihtuva komponentti ja haihtumaton komponentti, jossa on alkoholiin liukenamaton puolikiinteä vahafraktio ja jossa haihtumaton komponentti on yhdisteiden, joilla molekyylipaino vaihtelee noin 200 - noin 800, kompleksinen seos.

5. Minttutyyppinen aromiöljy, jolla on lisääntynyt maku- ja aromistabiliteetti, t u n n e t t u siitä, että se sisältää nestemäisen aromiöljyn, jossa aromiöljyllä on haihtuva

komponentti ja haihtumaton komponentti, jossa on alkoholiin liukenematon puolikiinteä vahafraktio ja jossa haihtumaton komponentti on yhdisteiden, joilla molekyylipaino vaihtelee noin 200 - noin 800, kompleksinen seos.

6. Minttutyyppinen aromiöljy, jolla vähentyneet oksidatiiviset hajoamisominaisuudet, t u n n e t t u siitä, että se sisältää nestemäisen aromiöljyn, jossa aromiöljyllä on haihtuva komponentti ja haihtumaton komponentti, jossa on alkoholiin liukenematon puolikiinteä vahafraktio ja jossa haihtumaton komponentti on yhdisteiden, joilla molekyylipaino vaihtelee noin 200 - noin 800, kompleksinen seos.

7. Parannetun minttutyyppisen aromiöljyn sisältävä maustettu purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää purukumin perusaineen ja siihen lisätyn minttutyyppisen aromiöljyn, jota käytetään noin 0,01 %:sta - noin 5,0 %:iin lopullisen koostumuksen painosta, jolloin minttutyyppisellä aromiöljyllä on haihtuva komponentti ja haihtumaton komponentti, jossa on alkoholiin liukenematon puolikiinteä vahafraktio ja jossa haihtumaton komponentti on yhdisteiden, joiden molekyylipaino vaihtelee noin 200 - noin 800, kompleksinen seos.

8. Menetelmä maustetun, patenttivaatimuksessa 7 mukaisen purukumikoostumuksen valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että purukumiperusaine sekoitettiin minttutyyppisen aromiöljyn kanssa, sekoittamista jatketaan kunnes saadaan kumiperusaineen ja aromiaineen yhtenäinen seos ja seos valmistetaan sopiviin purukukoostumusmuotoihin.

9. Parannetun minttutyyppisen aromiöljyn sisältävä maustettu makeiskoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää makeutusainetta noin 0,005 %:sta - noin 99 %:iin lopullisen koostumuksen painosta, ja tähän yhdistettyä minttutyyppistä aromiöljyä noin 0,01 %:sta - noin 5,0 %:iin lopullisen koos-

tumuksen painosta, jolloin minttutyypisellä aromiöljyllä on haihtuva komponentti ja haihtumaton komponentti, jossa on alkoholiin liukematon puolikiinteä vahafraktio ja jossa haihtumaton komponentti on yhdisteiden, joilla molekyylipaino vaihtelee noin 200 - noin 800, kompleksinen seos.

10. Menetelmä maustetun, patenttivaatimuksessa 9 mukaisen makeiskoostumuksen valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että valmistetaan makeisperusaine kuumentamalla ja sekoittamalla korotetuissa lämpötiloissa perustan muodostava aine, jäähdyttämällä ja vaivaamalla seos, sekoittamalla perustan muodostavaan massaan minttutyypinen aromiöljy ja valmistamalla muodostunut seos sopiviin makeismuotoihin.

11. Minttutyypinen aromiöljy ruokaan, hammastahnaan, hyytelöihin, uutteisiin, farmaseuttisiin valmisteisiin, virvoitusjuominin, tupakkaan ja alkuperäistuotteisiin, t u n n e t t u siitä, että se sisältää tehokkaan määrän patenttivaatimuksen 1 mukaista minttutyypistä aromiöljyä.

12. Menetelmä ruoan, hammastahnan, hyytelöiden, uutteiden, farmaseuttisten valmisteiden, virvoitusjuomien, tupakan ja alkuperäistuotteiden maustamiseksi, t u n n e t t u siitä, että niihin lisätään tehokas määrä patenttivaatimuksen 1 mukaista minttutyypistä aromiöljyä.

13. Menetelmä minttutyypisten aromiöljyjen uuttamiseksi minttukasvimateriaalista, t u n n e t t u siitä, että

- (a) panostetaan minttukasvimateriaali uuttoastiaan;
- (b) pumpataan ylikriittistä hiilidioksidia uuttoastian läpi, ja
- (c) kerätään minttu-uute.

14. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että minttukasvimateriaali muodostuu viherminttu- tai piparminttukasvien lehdistä, kukkalatvoista tai näiden seoksista.

15. Patenttivaatimuksen 14 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että minttukasvimateriaali on tuoretta tai kui-
vattua.

16. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että ylikriittisen hiilidioksidin lämpötila ja
paine on yli noin 30 °C ja yli noin 6894,8 kPa:ta (1000 psi).

17. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että ylikriittinen hiilidioksidi pumpataan uut-
toastian läpi alasvirtausmallissa.

18. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että ylikriittinen hiilidioksidi pumpataan uut-
toastian läpi ylösvirtausmallissa.

19. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että uuttoprosessiin sisältyy ylikriittisen kaa-
sun kierrättäminen semipanosmaisesti tai jatkuvavirtauksel-
lisesti.

20. Patenttivaatimuksen 13 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että minttu-uutteen kerääminen tapahtuu tuotesu-
lusta.

21. Patenttivaatimuksen 20 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että tuotesulku pidetään lämpötilassa, joka on
noin -10 °C:sta - noin 20 °C:seen.

22. Menetelmä minttutyypistien aromiöljyjen uuttamiseksi
minttukasvimateriaalista, t u n n e t t u siitä, että

- (a) panostetaan kasvimateriaali, joka muodostuu lehdistä,
kukkalatvoista ja näiden seoksista, uuttoastiaan;
- (b) pumpataan ylikriittistä hiilidioksidia uuttoastian
läpi alasvirtausmallilla;
- (c) kierrätetään ylikriittistä hiilidioksidia uuttoas-

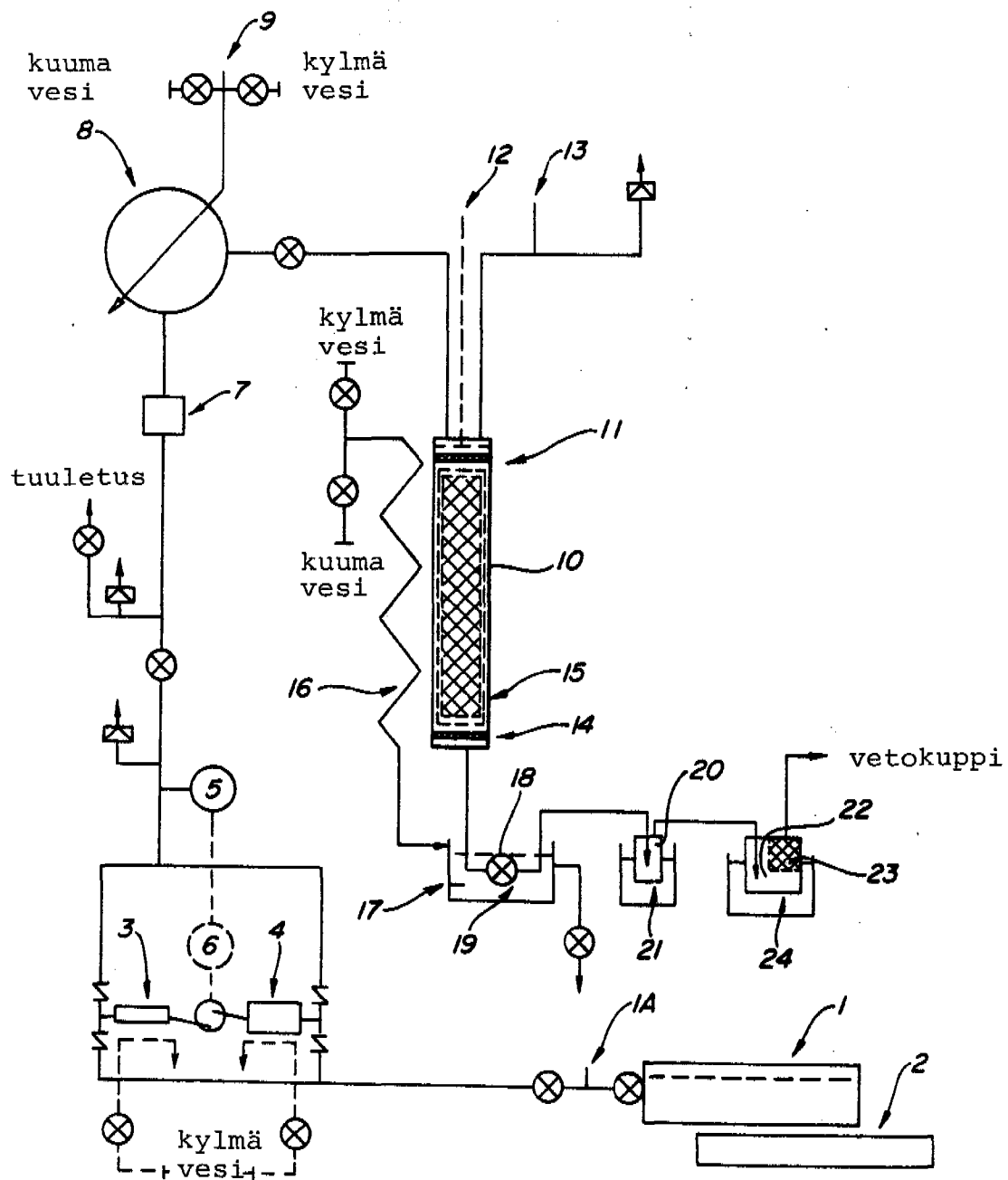
tian läpi riittävän aikaa aromiöljyn uuttumiseksi kasvimateriaalista;

(d) kerätään uute.

23. Minttutyypinen aromiöljy ruokaan, purukumiin, makeisiin, hammastahnaan, hyytelöihin, uutteisiin, farmaseuttisiin valmisteisiin, virvoitusjuomiin, tupakkaan ja alkuperäistuotteisiin, t u n n e t t u siitä, että se sisältää tehokkaan määrän patenttivaatimuksen 13 mukaisella menetelmällä valmistettua aromiöljyä.

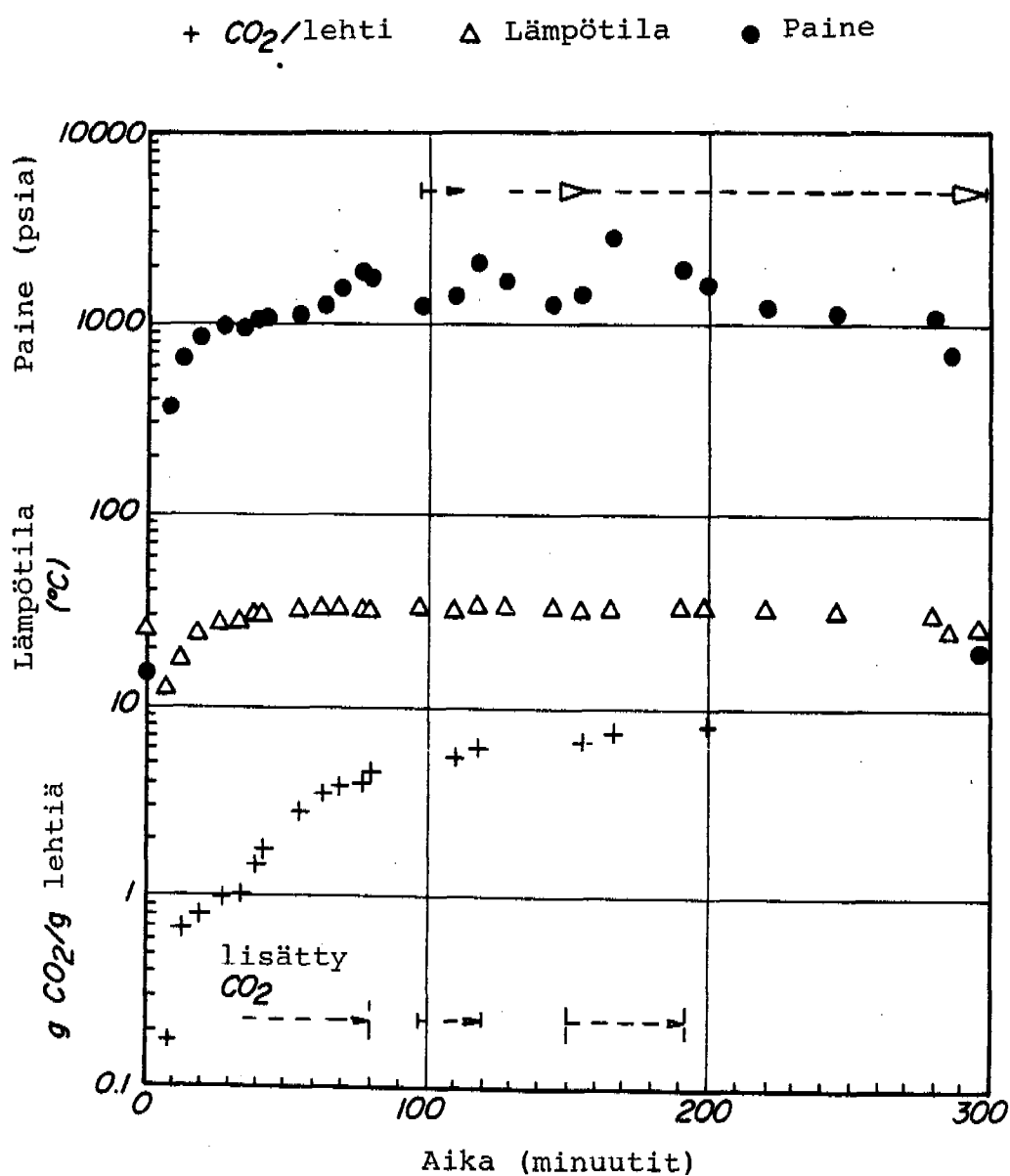
24. Menetelmä ruoan, purukumin, makeisten, farmaseuttisten valmisteiden, virvoitusjuomien, tupakan ja alkuperäistuotteiden maustamiseksi, t u n n e t t u siitä, että niihin lisätään tehokas määrä patenttivaatimuksen 13 mukaisesti valmistettua aromiöljyä.

FIG-1



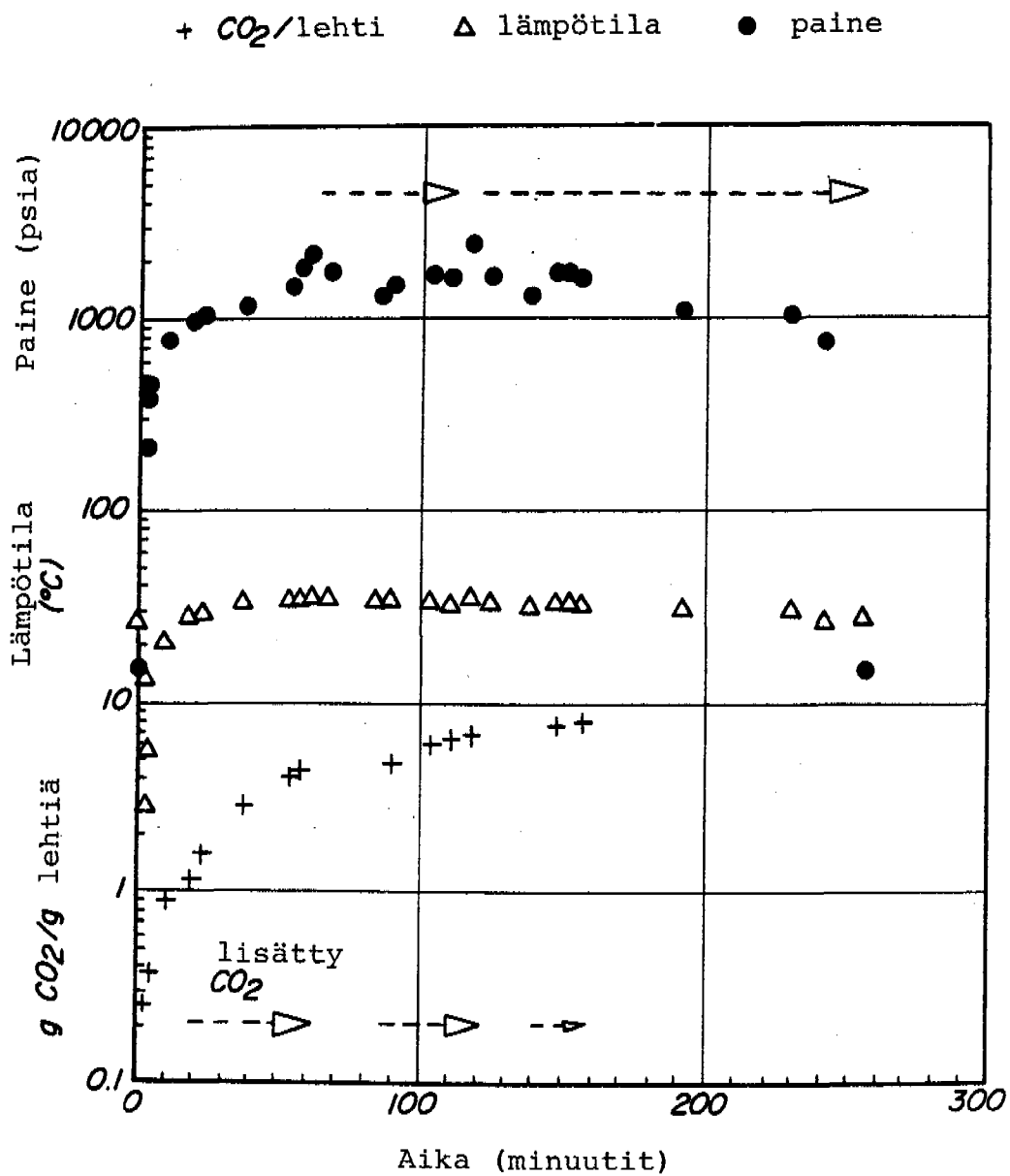
Juoksukaavio minttukasvimateriaalin
ylikriittiselle CO₂-uutolle

FIG-2



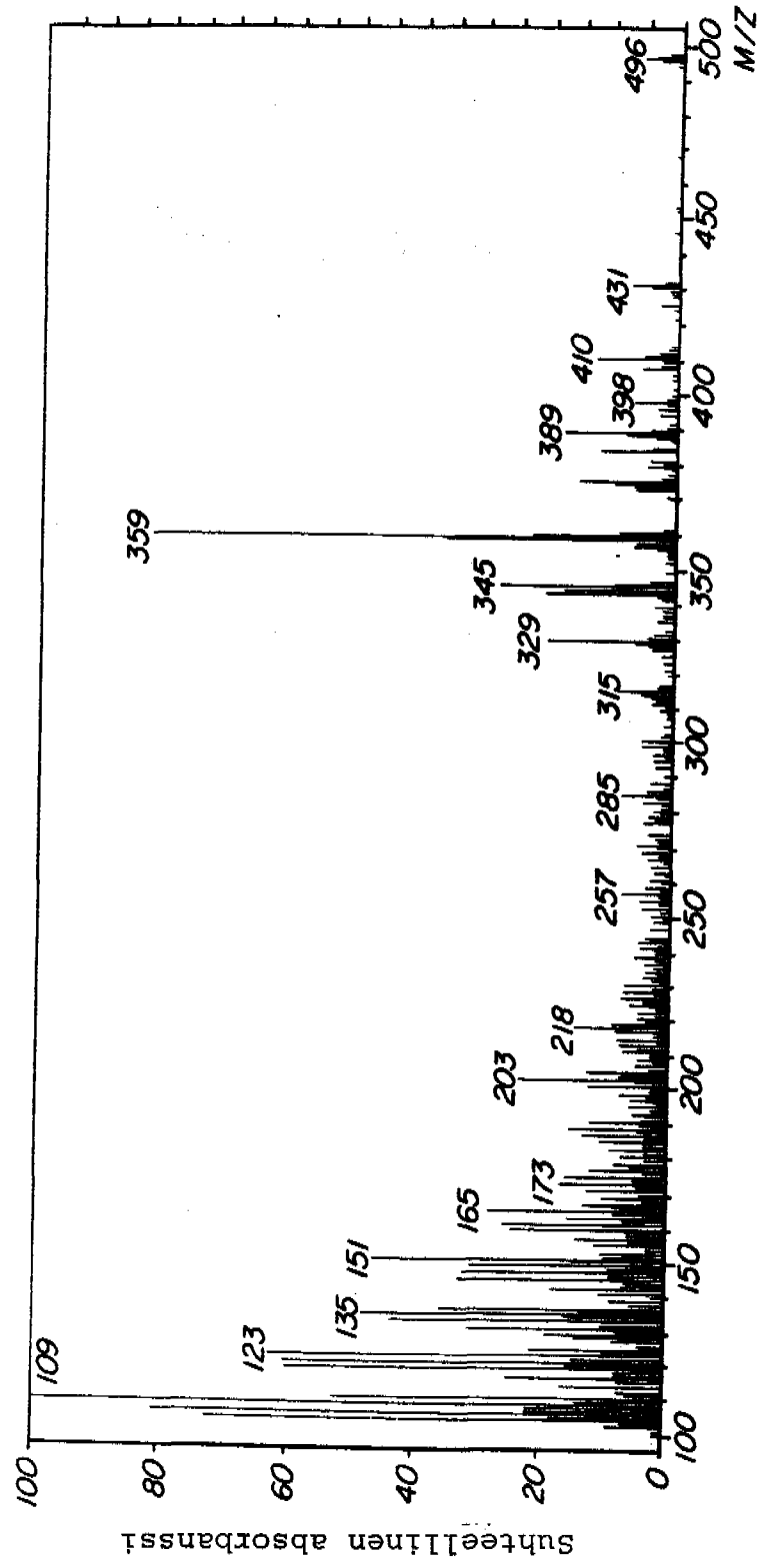
Työskentelyolosuhteet viherminttuöljyn uutolle:
Koe A

FIG-3



Työskentelyolosuhteet viherminttuöljyn uutolle:
Koe B

FIG-4



CO₂:lla uutetun viherminttuöljyn massaspekttri

00000000

00000000

G:GPC166 scale 600 offset 400
 G:GPC171 scale 1000 offset 300
 G:GPC172 scale 1000 offset 300
 G:GPC176 scale 1000 offset 200

0.00 0.00 0.00 0.00

FIG-5

