[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 57785

C (45) Patentti myönnetty 10 10 1980
Patent meddelat

(51) Kv.ik.³/Int.Cl.³ C 13 K 3/00

SUOMI—FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patenttihakemus — Patentansökning 1929/73
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag 14.06.73
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag 14.06.73
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig 04.01.74
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 30.06.80
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet 03.07.72
USA(US) 268501

(71) Suomen Sokeri Osakeyhtiö, Mannerheimintie 15, 00260 Helsinki 26, Suomi-Finland(FI)

(72) Asko J. Melaja, Kantvik, Suomi-Finland(FI)

(74) Oy Kolster Ab

(54) Kuivan, rakeisen fruktoosia ja glukoosia sisältävän seoksen valmistusmenetelmä - Förfarande för framställning av en torr, granulär blandning, som innehåller fruktos och glukos

Käsillä oleva keksintö koskee menetelmää, jolla muodostetaan kuiva, herkkäliikkeinen, rakeinen fruktoosin ja glukoosin seos. Se koskee erityisesti kuivan inverttisokerituotteen valmistamista, so. sellaisen tuotteen valmistamista, joka sisältää suunnilleen yhtä suuret määrät fruktoosia ja glukoosia.

Sokerituotteet, jotka sisältävät fruktoosia ja glukoosia, esim. inverttisokeri, valmistetaan ja myydään yleensä liuoksina, jotka sisältävät kiinteää ainetta noin 60 - noin 75 paino-%. Lisäksi tunnetaan puolikiinteitä valmisteita, esim. inverttisokeria, joka sisältää kiinteää ainetta noin 80-85 paino-%. Tällaisten liuosten ja puolikiinteiden valmisteiden käyttöön liittyy kuitenkin ongelmia, koska niiden kuljetus on vaikeaa eivätkä niiden varastointiominaisuudet ole hyvät, mikä johtuu suurelta osin siitä, että mikrobioottiset aineet herkästi saastuttavat ja pilaavat kyseiset valmisteet. Tämän vuoksi tarvitaan menetelmää, jolla muodostetaan olennaisesti kuiva, herkkäliikkeinen rakeinen tuote, joka

sisältää glukoosia ja fruktoosia, jota on helpompi kuljettaa ja jota mikrobiootiset aineet eivät saastuta eivätkä pilaa yhtä herkästi.

Erityisesti tällaista menetelmää tarvitaan inverttisokerin valmistukseen, koska kuivalla inverttisokerilla on huomattava kaupallinen merkitys. Se on melkein yhtä makeaa kuin sakkaroosi, ja sitä voidaan käyttää tämän asemesta useimpiin tuotteisiin. Inverttisokeriliuoksia tai puolikiinteitä valmisteita on käytetty yleisesti monissa leipomo- ja sokerileipomotuotteissa ja alkoholittomissa juomissa, mutta koska joissakin sovellutuksissa ei saa olla mukana vettä, ei näiden inverttisokeriliuosten ja puolikiinteiden valmisteiden käyttö ole ollut mahdollista.

Aikaisemmin on alalla käytetty tyhjöhaihdutusmenetelmää, esim. julkaisussa "Confectionery Production" marraskuu 1967, s. 792, kuvattua, kuivan inverttisokerituotteen valmistamiseksi inverttisokeriliuoksista. Näillä menetelmillä saadaan kuitenkin tavallisesti amorfinen, lasimainen tuote, eikä haluttua, kuivaa ja herkkäliikkeistä tuotetta. Vaikka on mahdollista - kuten Kusch et al. esittävät US-patentissa 3 513 023 ja brittiläisessä patentissa 1 117 903 - valmistaa hyvin puhdasta, kuivaa fruktoosia yksinkertaisesti ymppäämällä fruktoosiliuos fruktoosikiteillä ja sitten sekoittamalla seosta viileässä paikassa, on yleisesti uskottu, että tällaista menetelmää ei voi käyttää, mikäli mukana on dekstroosia, so. D-glukoosia. Tämän ovat esittäneet Young et al. US-patentissa 2 588 449. Hakija on yllättäen havainnut, että on mahdollista valmistaa fruktoosi-glukoosituotetta lisäämällä fruktoosi-glukoosiliuokseen fruktoosi-glukoosikiteitä ja sekoittamalla seosta viileässä, kuivassa paikassa.

Käsillä oleva keksintö sisältää menetelmän, jolla muodostetaan kuiva, rakeinen ja herkkäliikkeinen sokerituote, joka sisältää fruktoosia ja glukoosia. Menetelmää käytetään edullisesti valmistettaessa kuivia tuotteita, joiden fruktoosipitoisuus on 25-75 paino-% muun osan ollessa glukoosia. Koska kuitenkin on tarkoitus kuvata käsillä olevaa keksintöä, selitys kohdistuu pääasiassa siihen, miten menetelmää käytetään inverttisokerin, yhtä suuret määrät fruktoosia ja glukoosia sisältävän tuotteen, valmistukseen. Menetelmä on käyttökelpoinen käytettäessä inverttisokerin valmistukseen sellaisia lähtöaineita, jotka on valmistettu isomeroimalla entsymaattisesti tärkkelyksestä peräisin olevaa glukoosia tai glukoosisiirappia. Se on erityisen käyttökelpoinen kuivan inverttisokerin valmistamiseen puhdistetusta, isomeroidusta maissisiirapista, jolloin on mahdollista valmistaa tärkkelyksestä kuiva sokeriseos, joka on yhtä makeaa kuin sakkaroosi.

Hakijan esittämän menetelmän lähtöaineena on liuos, joka sisältää fruktoosia ja glukoosia, esim. inverttisokeriliuosta, joka on puhdistettu ja josta suolat on poistettu ioninvaihtokäsittelyllä ja jota on haihdutettu tyhjössä, niin että liuoksen sisältämän kiinteän aineen määrä on vähintään noin 94 %. Tällainen lähtöaine on sinänsä tunnettu, ja sen valmistusmenetelmiä edellä mainitun puhdistuksen, suolan poiston ja ioninvaihdon avulla on kuvattu eräissä aikaisemmissa patenteissa ja lehtijulkaisuissa, mm. H. Schneiderin kirjoittamassa artikkelissa "International Sugar Journal"-lehdessä, s. 101 (1971), ja US-patentissa 3 511 705, jossa hakijat ovat Haak et al.

Käsillä olevan keksinnön mukaista menetelmää käytettäessä inverttisokeriliuos, joka sisältää kiinteää ainetta vähintään 95 paino-%, jäähdytetään noin 40-50°C lämpötilaan ja yhdistetään tässä lämpötilassa kuivan ja hienojakoisen jauheen muodossa olevaan glukoosin ja fruktoosin seokseen. Glukoosi-fruktoosiseoksen koostumus on edullisesti sama kuin menetelmällä valmistettavan tuotteen. Jauheen sisältämä glukoosi on edullisesti glukoosimonohydraattikiteinä, kun taas fruktoosi on vedettöminä fruktoosikiteinä. Liuos ja kuiva jauheseos voidaan yhdistää joko ymppäämällä liuos glukoosi- ja fruktoosikiteiden seoksella tai lisäämällä sokeriliuos kideseokseen.

Kun liuos ja kuiva kideseos on yhdistetty, seosta sekoitetaan, ja se jäähdytetään kuivassa paikassa, jonka suhteellinen kosteus on enintään noin 30 %, noin 20-50°C lämpötilassa, kunnes on muodostunut kuiva tuote. Sekoitus viileässä ja kuivassa paikassa aiheuttaa sen, että seoksen sisältämä ylimääräinen vesi sitoutuu kidevetenä glukoosimonohydraattiin fruktoosin ja glukoosimonohydraatin kiteytyessä samanaikaisesti.

Kide- ja liuosmäärien suhde niitä yhdistettäessä riippuu kidekoosta ja sekoitukseen käytetyn sekoittimen tyypistä sekä reaktio-olosuhteista, so. lämpötilasta ja suhteellisesta kosteudesta. Ymppäyskiteiden perusteellinen sekoittaminen liuokseen on olennaista, ja nopean ja hyvän kiteytymisen saavuttamiseksi ymppäyskiteiden liuoksen kanssa kosketuksessa oleva kokonaispinta-ala on saatava mahdollisimman suureksi ja ymppäyskiteiden välimatkat pidettävä mahdollisimman pieninä. Käyttämällä hyvin hienojakoisia ymppäyskiteitä niiden kokonaispinta voidaan saada melko pienellä ymppäyskiteiden määrällä suureksi. Suurempia kiteitä käytettäessä niitä on lisättävä enemmän saman kokonaispinta-alan saavuttamiseksi. Myös sekoitintyyppi vaikuttaa jonkin verran käytännöllisiin rajoihin ja optimiolosuhteisiin. Esim. lämpökäsittelytyyppisessä sekoittimessa saavutetaan hyvät tulokset, jos kiteiden ja liuoksen painosuhde on noin 0,3:1 - noin 10,0:1

ja ymppäyskiteiden keskihalkaisija on 0,1 mm. Seoksen jäähdyttäminen noin 35°C lämpötilaan ja sekoittaminen suhteellisen kosteuden ollessa alle 30 % antaa hyvät tulokset lämpökäsittelytyyppisessä sekoittimessa. Jos seos sisältää yli 75 paino-% glukoosia, tarvitaan lyhyttä kosketusaikaa ja korkeaa lämpötilaa, jotka saavutetaan ohutfilmihaihduttimessa. Rakeinen inverttisokerimassa muodostuu 3-4 tunnissa näissä olosuhteissa ja sisältää glukoosimonohydraatin ja fruktoosin yhteen kasaantuneita kiteitä.

Oleellisesti kuivan inverttisokerituotteen kokonaisvesipitoisuus on noin 4-5 % määritettynä Karl Fischerin menetelmällä, joka on esitetty sokerin yhdenmukaisia tutkimusmenetelmiä tutkivan kansainvälisen komission 15. istunnon raportissa, ss. 120-122 (1970). Muodostunut tuote on pysyvä normaaliolosuhteissa, eikä sen rakenne, väri tai muut fysikaaliset ominaisuudet muutu, kun sitä varastoidaan huoneen lämpötilassa kuivassa paikassa usean viikon ajan.

Haluttaessa voidaan käsillä olevan keksinnön mukaista menetelmää helposti käyttää jatkuvatoimisena lämpökäsittelytyyppisessä lämmönvaihtimessa, joka on esitetty "Chemical Engineering"-lehdessä, maaliskuun 22 p:nä 1971 sivulla 96. Tällaisessa laitteessa osa kuivasta tuotteesta poistetaan ja osa johdetaan uudelleen kiteytysprosessiin ymppäyskiteiden muodostukseen.

Käsillä olevan keksinnön mukaista menetelmää selostetaan tarkemmin seuraavissa esimerkeissä:

Esimerkki 1

Inverttisokeriliuos, joka valmistettiin ja puhdistettiin tavallisin ioninvaihtomenetelmin, haihdutettiin jatkuvatoimisessa ohuthaihduttimessa. Haihduttimen lämpötila oli 74°C tulopuolella ja 91°C poistopuolella. Tyhjö oli 0,2 at, ja liuos kulki haihduttimen läpi n. 1 minuutissa. Haihduttimessa muodostunut inverttisokeriliuos sisälsi kiinteää ainetta 94,5 paino-%.

Kuiva glukoosimonohydraatti- ja fruktoosikiteitä sisältävä seos ( painosuhde 50:50), so. inverttisokeri, jonka kiteiden keskihalkaisija oli noin 0,1 mm, syötettiin lämpökäsittelijään, ja siihen lisättiin inverttisokeriliuos. Kiteiden suhde liuokseen oli 100 kg kiteitä 40 kg:n liuosta kohti eli 2,5:1. Seos jäähdytettiin 35°C lämpötilaan, ja sitä sekoitettiin samanaikaisesti 3 tunnin ajan kuivassa paikassa, jonka suhteellinen kosteus oli 20 %. Muodostui rakeinen, kuiva massa, joka sisälsi yhteen kasaantuneita glukoosimonohydraatti- ja fruktoosikiteitä yhtä paljon, so. inverttisokeria. Herkkäliikkeisen tuotteen vesipitoisuus oli 4,7 % määritettynä Karl Fischerin menetelmällä.

Esimerkki 2

Inverttisokeriliuos valmistettiin ja haihdutettiin esimerkin 1 mukaisesti. Näin valmistetusta kuivasta inverttisokerista otettiin 100 kg:n erä, joka murskattiin niin, että kiteiden keskihalkaisijaksi tuli noin 0,1 mm, ja murskatut kiteet syötettiin lämpökäsittelijään. Lisättiin noin 40 kg inverttisokeriliuosta (94,5 % kiinteää ainetta), seos jäähdytettiin noin 35°C lämpötilaan, ja samalla sitä sekoitettiin 3 tunnin ajan kuivassa paikassa, jonka suhteellinen kosteus oli 20 %. Näin muodostui kuiva, rakeinen sokerimassa, joka sisälsi yhteen kasaantuneita glukoosimonohydraatti- ja fruktoosikiteitä, joiden vesipitoisuus oli 4,8 % Karl Fischerin menetelmällä määritettynä.

Esimerkki 3

Kolmesataa grammaa puhdistettua inverttisokeriliuosta, josta suolat oli poistettu ja joka sisälsi 95 % kiinteää ainetta, ympättiin 120 g:lla jauhemaista glukoosin ja fruktoosin kideseosta, jonka kiteiden keskimääräinen hiukkaskoko oli 0,04 mm. Seosta sekoitettiin 8 tuntia paikassa, jonka suhteellinen kosteus oli alle 30 %, 40°C lämpötilassa. Näin muodostui kuiva, rakeinen inverttisokerituote.

Edellä kerrotusta käy ilmi, että käsillä olevan menetelmän avulla voidaan valmistaa kuiva, herkkäliikkeinen, rakeinen tuote, joka sisältää glukoosia ja fruktoosia. Menetelmä on erityisen käyttökelpoinen kuivan, rakeisen inverttisokerin valmistuksessa.

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä kuivan, rakeisen fruktoosia ja glukoosia sisältävän seoksen valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että

a) yhdistetään fruktoosia ja glukoosia sisältävä liuos, jonka kiintoainepitoisuus on vähintään noin 95 paino-%, noin 40-50°C lämpötilassa kuivaan fruktoosia ja glukoosia sisältävään kidemassaan; ja

b) liuoksen ja kidemassaan seosta sekoitetaan noin 20-50°C lämpötilassa suhteellisen kosteuden ollessa korkeintaan noin 30 % kuivan, rakeisen seoksen muodostamiseksi.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sokeriliuos ympätään kuivalla kidemassalla.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sokeriliuos lisätään kuivaan kidemassaan.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kidemassan ja liuoksen painosuhde on noin 0,3:1 - noin 10,0:1.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sokeriliuoksen fruktoosipitoisuus on 25-75 paino-% muun osan ollessa glukoosia.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sokeriliuos, kuiva sokerikidemassa ja tuote ovat inverttisokeria.

Patentkrav:

1. Förfarande för bildande av en torr, granulär blandning, som innehåller fruktos och glukos, k ä n n e t e c k n a t därav, att man

a) kombinerar en lösning, som innehåller fruktos och glukos, och vars halt av fast material är åtminstone ca 95 vikt-%, vid en temperatur av ca 40-50°C med en torr kristallmassa, som innehåller fruktos och glukos; och

b) omrör blandningen av lösning och kristallmassa vid en temperatur av ca 20-50°C, varvid den relativa fuktigheten understiger ca 30 %, för bildande av den torra granulära blandningen.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att sockerlösningen ympas med den torra kristallmassan.

3. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att sockerlösningen sätts till den torra kristallmassan.

4. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att viktförhållandet kristallmassa till lösning är från ca 0,3:1 till ca 10,0:1.

5. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att sockerlösningen har en fruktoshalt i området från 25 - 75 vikt-%, och att återstoden utgörs av glukos.

6. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att sockerlösningen, den torra kristallmassan och produkten utgörs av invertsocker,

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Sveitsi-Schweiz(CH) 505 202 (C 13 k 9/00).