

NORGE

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 129603



STYRET  
FOR DET INDUSTRIELLE  
RETTSVERN

(51) Int. Cl. A 23 d 5/00

(52) Kl. 53h-1/01

(21) Patentsøknad nr. 4581/68

(22) Inngitt 19.11.1968

(23) Løpedag 19.11.1968

(41) Søknaden alment tilgjengelig fra 21.5.1969

(44) Søknaden utlagt og  
utlegningsskrift utgitt 6.5.1974

(30) Prioritet begjært fra: 20.11.1967 Storbritannia,  
nr. 52780/67

(71)(73) UNILEVER N.V.,  
Museumpark 1, Rotterdam,  
Nederland.

(72) Brian Leonard Caverly, 16 Walnut Tree Way,  
Meopham, Kent og John Barry Rossell, 13 Cranbrook  
Drive, Hatfield Road, St. Albans, Hertfordshire,  
begge: England.

(74) Siv.ing. Sigrun E. Græsbøll.

(54) Fremgangsmåte for fremstilling av harde fett  
egnet for anvendelse som kakaosmør-erstatning.

Oppfinnelsen vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av harde fett egnet for anvendelse som kakaosmør-erstatning.

Kokosnøtt- og palmeolje brukes ved fremstillingen av fett som er fast ved normal temperatur, men flytende ved legemstemperatur og derfor smelter i munnen ved fortæring. Omdannelsen av disse oljer til slike fettarter utføres ved herdning med hydrogen og en hydrogeneringskatalysator. Disse fettarter inneholder store mengder laurinsyre i form av triglycider og viser tendens til å utvikle dårlig lukt fordi spaltning under lagring frigjør laurinsyre og syrer med kortere kjede, hvis nærvær er lett å påvise på grunn av den ubehagelige smak i sammenligning med syrer i andre fettarter, f.eks. stearin- og palmitinsyre.

På den annen side så gir naturlige oljer hvis glycerider ikke inneholder laurinsyre, ved herdning til et fett som er til-

129603

2

strekkelig fast ved 20°C, et produkt som er utilfredsstillende som fett for generelle formål på grunn av deres innhold av høyt-smeltende glycerider som gjør at de ikke smelter lett i munnen, og det må som en siste utvei utføres fraksjonering for fjerning av en "tail" av høyt-smeltende, voksaktig materiale. Mange selektivt herdede oljer, f.eks. herdet bomullsfrøolje, viser denne ulempe.

Det er nå funnet en fremgangsmåte for å forbedre kvaliteten på visse herdede oljer av denne type, ved hvilken de herdede oljer blandes med andre herdede oljer og "tail"en reduseres eller bringes til å forsvinne som et resultat av en uventet effekt. De resulterende fettarter har ikke den ulempe som skyldes nærværet av laurinsyre og kan brukes som fett for generelle formål.

Smelte-egenskapene til fett defineres nå som regel ved hjelp av deres dilatasjoner ved de aktuelle temperaturer idet dilatasjon er den isoterme smelte-ekspansjon uttrykt i  $\text{mm}^3$  og regnes på 25 gram materiale. Standardmetoden for måling av dilatasjon for formålet ved denne oppfinnelse er den som er beskrevet i britisk patentskrift 827,172. Dilatasjonen av et fett gir en indikasjon på faststoffinnholdet i fettene ved en spesiell temperatur innen dets smelteområde. Dilatasjonskurver kan tegnes hvor dilatasjonsverdiene er inntegnet avhengig av temperaturen, f.eks. for temperaturområder fra 15° til 45°C. Jo steilere kurven er, desto kortere er temperaturområdet hvor fettet er henholdsvis i alt vesentlig fast og flytende.

Hvis det kreves en sammenligning av smelte-egenskapene til fett som er fremstilt ved å blande to fettkomponenter i forskjellige forhold, så er en serie over hverandre liggende dilatasjonskurver for forskjellige produkter vanligvis ikke tilfredsstillende, da de differerer i steilhet og skygger hverandre ved at de skjærer hverandre. Det er i stedet funnet bekvemt å illustrere smelte-egenskapene til blandingene ved å trekke opp dilatasjonskurver, fastsette temperaturene ved hvilke en serie blandinger i forskjellige mengdeforhold av de to komponenter har en spesiell dilatasjonsverdi, avmerke disse temperaturer mot blandingsprodukter og å forene punktene som viser denne dilatasjonsverdi. Den resulterende kurve betegnes en isodilatasjonskurve. Innflytelsen av blandingsproduktet på smelte-egenskaper illustreres så ved en rekke kurver som er tegnet for en rekke dilatasjonsverdier, f.eks. 50, 100, 200, 500, 800, 1000, 1200 og 1400 som dekker et fullstendig område fra fast fett til smeltet

fett. Da de resulterende kurver vanligvis ikke skjærer hverandre, kan det lettere trekkes konklusjoner. Diagrammet som inneholder en slik rekke kurver, betegnes som et isodilatasjonsdiagram og presenterer et konturkart hvor hver kontur er en linje med lik dilatasjonsverdi og tettheten av konturene for et gitt produkt indikerer steilheten av dilatasjonskurven for dette produkt. Det er derfor mulig, forutsatt at det tegnes tilstrekkelige kurver, å oppnå dilatasjonen ved hvilken som helst spesiell temperatur fra diagrammet, såvel som steilheten til dilatasjonskurven som representerer smeltingens skarphet, for alle produkter i blandingen, om nødvendig ved interpolering.

Et slikt isodilatasjonsdiagram er vist i figur 1 på de ledsagende tegninger, hvor blandinger av fra 0 til 100 % av den selektivt hydrogenerte, flytende palmeolje (palme-olein), fraksjon A 1 i eksempel 1 (se nedenunder), og fra 100 til 0 % av den selektivt hydrogenerte rapsfrøolje B fra eksempel 1, og hvor temperaturen  $T$  i  $^{\circ}\text{C}$  er representert ved aksene og isodilatasjonskurvene  $D$  er gitt for seriene av dilatasjonsverdier som er omtalt ovenfor. Figur 1 viser et uventet maksimum i isodilatasjonskurvene ved en blanding av ca. 25 % A 1 og 75 % B 1, idet maksimumet er svært tydelig ved lave temperaturer (se  $D = 1400$  isodilatasjonskurve) og blir mindre tydelig med økende temperaturer. Mens det eutektiske forløp i isodilatasjonskurver er normalt hos oljeblandinger og figur 1 viser minima som representerer dette forhold, tar nabo-maksimaene en form som antyder en slags vekselvirkning eller tilknytning mellom en stor mengde av glyceridmolekylene i én komponent og en stor mengde av glyceridmolekylene i den andre, kanskje av den natur som hos en molekylforbindelse. Dette støttes av det faktum at hvis hver komponent interforestres for blandingen, så forsvinner maksimaene. Oppdagelsen av slike maksima er viktig, da de representerer egenskaper som er uventet fra egenskapene til blandingens komponenter.

Figur 1 viser at blandinger som inneholder fra 10 til 50 % av A 1 og 90 til 50 % av B 1, oppviser et isodilatasjonsmaksimum spesielt ved ca.  $20^{\circ}\text{C}$ , noe som innebærer at deres faststoffinnhold er uventet høyt ved denne temperatur. På den annen side er den minimumstemperatur ved hvilken slike blandinger er fullstendig flytende, lavere enn det kunne ventes ved interpolering av komponentenes egenskaper. Dette betyr at mens A 1-komponenten er utilfredsstillende som fett i seg selv, da den ikke smelter helt i munnen, og komponenten B 1 ikke er fulgt ut tilfredsstillende i seg selv, da den ikke er stiv nok ved lave temperaturer for noen

formål, så er blandingene som er representert ved isodilatasjonsmaksimumet, tilfredsstillende i begge ender av temperaturområdet og mer tilfredsstillende ved hver ende enn hva som kunne forutsies.

Differensial-termalanalyse av noen av produktene hvis dilatasjoner er representert i figur 1, har vist at det også opptrer et sammenlignbart maksimum i latent smeltevarme av blandingene, hvilket gir vekselvirkningen større sannsynlighet.

Isodilatasjonsdiagrammene for følgende oljeblandinger som er beskrevet i eksemplene nedenunder og vist i figurene 2 til 7, på tegningene, viser også det nye vekselvirkningsfenomen på lignende måte.

<u>Figur</u>	<u>Fettkomponent A</u>	<u>Fettkomponent B</u>
2	Selektivt hydrogenert bomullsfrøolje A 2	Selektivt hydrogenert rapsfrøolje B 2
3	Selektivt hydrogenert jordnøttolje A 3	Selektivt hydrogenert rapsfrøolje B 3
4	Stearin-fraksjon A 4 fra selektivt hydrogenert zero-erukasyre-rapsfrøolje	Stearin-fraksjon B 4 fra selektivt hydrogenert rapsfrøolje
5	Stearin-fraksjon A 5 fra selektivt hydrogenert bomullsfrøolje	Stearin-fraksjon B 5 fra selektivt hydrogenert rapsfrøolje
6	Stearin-fraksjon A 4 fra selektivt hydrogenert zero-erukasyre-rapsfrøolje	Stearin-fraksjon B 6 fra selektivt hydrogenert crambe-olje
7	Selektivt hydrogenert palme-olein-fraksjon A 6	Selektivt hydrogenert olein-fraksjon B 7 fra selektivt hydrogenert rapsfrøolje

I hvert tilfelle viser isodilatasjonskurvene maksima.

Fettarter kan opptre i forskjellige krystallinske polymorfe former, inklusive dem som er kjent som  $\alpha$ -form,  $\beta$ -form og  $\beta$ -primær form; disse har forskjellig stabilitet, smeltepunkt og tetthet. Den spesielle form som et oppgitt fett krystalliserer i, beror ikke bare på dets glycerid-sammensetning, men på temperaturen og hastigheten ved krystalliseringen. Den polymorfe form av et krystallinsk fett kan bestemmes ved hjelp av dets røntgen-strålepulver-diffraksjonsmønster, og de ovennevnte fettkomponenter og deres blanding har vært underkastet denne bestemmelse. Det er funnet at mens den polymorfe form av fettkomponentene B som er til stede når dilatasjonsmålingene utføres, er en  $\beta$ -primær form, så forandrer fettartene seg langsomt i løpet av flere uker til en stabil  $\beta$ -form. Den polymorfe form av fettkomponentene A som er

til stede når dilatasjonsmålingene utføres, er  $\beta$ -primærformen. Denne er også vanligvis den stabile form, og komponent A 4, hvor den stabile form er  $\beta$ -formen, danner en unntagelse. Den polymorfe form av en blanding av fettkomponentene A og B tilsvarende maksimaene i isodilatasjonskurvene er  $\beta$ -primær når dilatasjonsmålingene utføres, og denne er også den stabile form for den blandingen. Der hvor mengden av fettkomponent A er mer enn den som tilsvarer isodilatasjonsmaksimumet, så er blandingen også stabil i  $\beta$ -primær-formen. Men hvis mengden av fettkomponent A er mindre enn den som tilsvarer isodilatasjonsmaksimumet, så er blandingen ustabil i  $\beta$ -primærformen, og det finner sted en langsom omdannelse til  $\beta$ -formen, idet omformningen er mindre langsom når innholdet av fettkomponent B økes.

Disse polymorfe tilstander er oppført i følgende tabell.

	Form under dilatasjonsmålingen	Stabil form
Fettkomponent A	$\beta$ -primær	$\beta$ -primær eller $\beta$
Fettkomponent B	$\beta$ -primær	$\beta$
Blanding tilsvarende isodilatasjonsmaksimum	$\beta$ -primær	$\beta$ -primær

Maksimaene i isodilatasjonskurvene henger derfor sammen med en ny effekt, nemlig stabilisasjonen av  $\beta$ -primærformen i en fettblanding hvis hovedkomponent, fettkomponent B, har en stabil  $\beta$ -form i seg selv.

Fettkomponentene A er karakterisert ved et høyt totalt innhold av  $C_{16}$ - og  $C_{18}$ -fettsyre og fettkomponentene B av et høyt totalt innhold av  $C_{20}$ - og  $C_{22}$ -fettsyre, idet de mettede og umettede syreradikaler er anordnet i 1-, 2- og 3-posisjonene til glyceryl-radikalene i triglycerid-molekylene på en slik måte at når fettene blandes, så inntreder det vekselvirkning mellom to typer triglyceridmolekyler som er til stede, idet én type tilveiebringes av fettkomponent A og den andre av fettkomponent B. Det kan være at da som regel fettkomponent A har et høyt innhold av PEE- og PEP-glycerider (P betyr palmitinsyre-radikal og E et radikal av elaidinsyre-typen, dvs. elaidinsyre eller dens transdobbeltbinding-posisjonsisomere) og fettkomponent B har høyt innhold av BrEBr- og BrEE-glycerider (Br betyr et radikal av brassidinsyre-type), så forårsakes vekselvirkningen av assosiasjon mellom ett eller flere par av disse glycerider og at denne vekselvirkning omfatter bare  $\beta$ -primærformen av glyceridene, slik at tendensen

hos glyceridene fra fettkomponent B til å gå over til **B**-formen fullstendig undertrykkes i blandinger med mengder av fettkomponentene A som overstiger dem som tilsvarer dilatasjonsmaksimaene. Slike blandinger viser seg således relativt enkelt polymorfe, idet omdannelsen fra en **B**-primær til en **B**-form forbys. Dette er fordelaktig i spise fett, da denne type omdannelse kan føre til "blomstring" på sjokoladevarer og kornethet eller sandaktighet i bløtere fettarter, f.eks. i slike som brukes som kremfyll i kjeks.

Fremstillingen av fett som viser denne vekselvirkning, nødvendiggjør et blandetrinn før eller etter herding av naturlige fett eller fettfraksjoner, da de ikke kan oppnåes ved direkte hydrogenering og isomerisering av ublandede naturlige fettarter med eller uten påfølgende fraksjonering, da mengdeforholdene og fordelingen av de forskjellige fettsyre-radikaler er uegnet. Heller ikke kan de oppnåes fra interforestrede fettarter, hverken ved interforestring av blandede fettarter eller ved blanding av interforestrede fettarter, da interforestring resulterer i en vilkårlig fordeling av syreradikalene blant de tre posisjoner av glycerylradikalet.

Fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen går ut på å fremstille et hardt fett egnet for anvendelse som kakaosmør-erstatning ved selektiv hydrogenering, og eventuelt løsningsmiddelfraksjonering, av naturlige fett som inneholder glycerider av polyetensyrer, og fremgangsmåten er karakterisert ved at det lages en blanding av fra 10 til 50 vekt% av en urandomisert fettkomponent A, i hvis triglycerider de totale fettsyrer har et  $C_{16}$ - og  $C_{18}$ -syreinnhold på minst 90 vekt%, hvorav fra 10 til 45 % er mettet fettsyre, og fra 50 til 90 vekt% av en urandomisert fettkomponent B, i hvis triglycerider de totale fettsyrer har et  $C_{20}$ - og  $C_{22}$ -syreinnhold på fra 30 til 75 vekt% og ikke mer enn 20 % mettet fettsyre, idet begge komponenter A og B har minst 85 % av 2-posisjonene besatt av et  $C_{18}$ -monoetensyreradikal, og en trans-indeks på mellom 40 og 75, og de totale fettsyrer i triglyceridene av komponentene A og B inneholder mindre enn 10 vekt% polyetensyrer, ved selektivt å hydrogenere og eventuelt løsningsmiddelfraksjonere, enten sammen eller separat, forløpere av komponentene A og B som består av naturlige fett, eller fettfraksjoner avledet fra disse, hvis glycerider inneholder store mengder av polyetensyrer, inntil komponentene A og B er dannet, mens dersom forløperne er hydrogenert og eventuelt løsningsmiddelfraksjonert separat, de separate komponenter A og B blandes til slutt.

Uttrykket "fettfraksjoner avledet fra disse" ovenfor er brukt for å omfatte anvendelsen av fettfraksjoner som er oppnådd fra naturlige fett ved en fraksjonering som følger etter selektiv hydrogenering, f.eks. komponent B7 (se tabellen på s. 4, samt nedenstående eks. 9).

Fraksjonering kan foretas før hydrogenering, slik som for komponent A6, mellom hydrogeneringstrinnene, f.eks. for komponent B7, etter hydrogeneringen, f.eks. for A4, eller ikke i det hele tatt, som for A1 og A2 eller A3 og B3, eller som angitt i nedenstående eksempler 2 og 3.

Med ikke-randomisert fett menes et fett av naturlig opprinnelse som er underkastet det nødvendige selektive hydrogenerings-trinn med eller uten fraksjonering, men uten randomisering ved interforestring, og som bevarer den originale fordeling av kjeder av karbonatomer i syreradikalene innen sine triglyceridmolekyler. Naturen og mengden av fettsyre-radikaler som er til stede i 2-posisjonene til triglyceridene i et fett, kan bestemmes ved at fettene underkastes en lipase-hydrolyse som lar radikalene i 2-posisjonen være uhydrolysert, idet de frie syrer som danner seg, fjernes, hvoretter 2-posisjons-syrene frigjøres ved forsåpning og analyseres ved standardmetoder. Med trans-indeks menes det tilsynelatende trans-innhold, i %, av fettsyrene som tilveiebringer syreradikalene fra triglyceridene, målt ved hjelp av den anbefalte metode som er beskrevet i J. Amer. Oil Chemists' Soc., 1959, 36, 627-31, og beregnet som metyl-elaidat.

I praksis er den stabile polymorfe form av fettkomponent B og av fettkomponent A B, eller mer vanlig B-primær.

Minst 90 % av 2-posisjonene i triglyceridene både i fettkomponent A og B er fortrinnsvis besatt av et C<sub>18</sub>-monoetensyreradikal. Fettkomponent A har fortrinnsvis fra 15 til 40 % mettede C<sub>16</sub>- og C<sub>18</sub>-syrer, regnet i vekt av de totale syrer, og den har fortrinnsvis ikke mer enn 6 % av andre mettede fettsyrer. Den har fortrinnsvis en trans-indeks på mellom 40 og 60. Fettkomponent B har fortrinnsvis minst 40 %, og spesielt minst 50 %, C<sub>20</sub>- og C<sub>22</sub>-syrer. Fortrinnsvis dominerer C<sub>22</sub>-syren av disse, f.eks. er minst 75 % av slike syrer C<sub>22</sub>-syre. Komponent B har fortrinnsvis en trans-indeks på mellom 50 og 70. Komponent B har fortrinnsvis mindre enn 12 % mettet fettsyre, og av dette er fortrinnsvis praktisk talt alt C<sub>16</sub>- og C<sub>18</sub>-syrer. Fortrinnsvis er trans-indeksen til blandingen av fettkomponenter mellom 50 og 70.

Temperaturene ved hvilke fettkomponentene A og B har en spesiell dilatasjon i området fra 750 til 1250, f.eks. 800, 1000 eller

1200, ligger fortrinnsvis mindre enn  $15^{\circ}$ , spesielt mindre enn  $10^{\circ}$ , fra hverandre, slik at tendensen til fase-separasjon av komponent-triglycerider som øver vekselvirkning, er redusert.

Nærværet i blandingen av store mengder av polyetensyrer er skadelig, og det bør fortrinnsvis være mindre enn 5 % av dem i de totale fettsyrer i hver fettkomponent. Jodtallet er for fettkomponent A fortrinnsvis mellom 50 og 75, for fettkomponent B fortrinnsvis mellom 65 og 80 og for blandingen mellom 50 og 80, spesielt mellom 60 og 76. Det partielle glyceridinnhold i blandingen bør fortrinnsvis være så lavt som mulig.

Mengden av fettkomponent A i blandingen er fortrinnsvis slik at den stabile polymorfe form av blandingen er **B**-primær. Alternativt er det slik at det ligger mellom 10 % av det som gir maksimum i isodilatasjonskurven av blandinger av fettkomponentene A og B for en dilatasjon på 1200, og fortrinnsvis det som gir maksimum.

I en utførelsesform av oppfinnelsen dannes blandingen av fettkomponentene A og B direkte ved blanding av de enkelte komponenter. Blanding utføres i praksis ved at komponentene tilsettes til hverandre i flytende tilstand. En individuell fettkomponent kan fremstilles ved selektiv herdning i den nødvendige utstrekning av en naturlig olje som inneholder polyetensyrer i sine triglycerider med isomerisasjon av cis-syrer til transsyrer, fulgt om ønskes av fraksjonering. Eller en naturlig olje kan fraksjoneres og deretter selektivt herdes, om ønskes med ytterligere fraksjonering.

Betingelsene, inklusive natur og mengde katalysator, temperatur og trykk, for en hydrogenering som er selektiv for herdningen av polyetensyrer (som omfatter dietensyrer) til monoetensyrer, er velkjente. Konvensjonelle katalysatorer som anvendes ved slike hydrogeneringer fører til isomerisering av cisetensyrer til trans-etensyrer, og et separat isomeriseringstrinn er unødvendig ved bruk av dem, men hvis det kreves isomerisasjon for å bringe trans-indeksen av den herdede olje til den nødvendige verdi, så kan oljen oppvarmes med en isomeriserende katalysator. Det er bekvemt å bruke en sulfurisert nikkelkatalysator, f.eks. en som inneholder 4 til 10 % svovel, regnet på vekten av nikkel, for den samtidige herdning og isomerisasjon, eller for en post-herdnings-isomerisasjon hvor dette er nødvendig. Alternativt kan isomerisasjonen foretas før herdningen. Palladiumkatalysatorer av tilfredsstillende selektivitet kan også brukes. Hydrogeneringstemperaturer på  $175^{\circ}$  til  $200^{\circ}\text{C}$  og trykk på ca. 1 til 6 atm. er som regel passende for en sulfurisert nikkelkatalysator. Hydrogeneringen fortsettes fortrinnsvis til polyetensyren er praktisk talt fjernet, noe som indikeres ved det jodtall som fåes i relasjon til det opprinnelige syreinnhold i oljen.



I de fleste naturlige oljer, spesielt vegetabiliske oljer, er det et umettet syre-radikal i 2-posisjonen til deres glycerider. Ved selektiv hydrogenering av en slik olje som inneholder polyetensyrer, opp til det punkt hvor alle polyetensyrer er omdannet til monoetensyrer, er det liten økning i innholdet av mettede fettsyrer, og derfor reduseres mengden av umettede fettsyre-radikaler i 2-posisjonen praktisk talt ikke. Derfor er alt som er nødvendig for å sikre at en fettkomponent A eller B har minst 85 % av 2-posisjonene besatt av et  $C_{18}$ -monoetensyre-radikal, og ta et passende startmateriale og hydrogenere det selektivt i foreskrevne grad.

Fraksjonering av fett er også en velkjent prosess. I form av våt-fraksjonering, kjent som løsningsmiddel-fraksjonering, krystalliseres fett fraksjonert ut fra et egnet løsningsmiddel, f.eks. aceton. De bløtere fraksjoner (oleiner) som består av de lavere-smeltende glycerider, blir tilbake i løsningsmidlet mens de hardere fraksjoner (steariner) krystalliserer eller felles ut i flytende form og skilles fra.

Fettkomponentene A kan fremstilles av palmeolje, olivenolje, bomullsfrøolje, jordnøttolje, safflorolje, solsikkeolje, maisolje og zero-eruka-rapsfrøolje. Fettkomponenter B kan fremstilles av rapsfrøolje med det riktige  $C_{20}$ - og  $C_{22}$ -fettsyreinnhold eller fra andre crucifere oljer, f.eks. crambeolje (oljen fra *crambe abyssinica*). Fremstillingen av urandomiserte oljer egnet som fettkomponentene B er beskrevet i norsk patentsøknad nr. 3109/68.

Ved en annen utførelsesform av oppfinnelsen dannes blandingen ved fremstilling av en blanding av egnede forløpere av fettkomponentene A og B som omtalt ovenfor, og ved å utsette den for et selektivt hydrogeneringstrinn, slik at blandingen av fettkomponentene A og B danner seg in situ. Naturen og de relative mengder av fettkomponentene A og B i produktet kan bestemmes ut fra startmaterialenes natur. Den selektive hydrogenering av forløper-blandingene går vanligvis på den måte som ventes av forløpernes oppførsel ved separat hydrogenering.

Hvis blandingen lages enten ved direkte blanding eller ved å blande forløpere og så hydrogenere fettkomponentene A og B, så kan hver av dem stamme fra to eller flere naturlige fett eller fett-fraksjoner. De forskjellige fettkomponenter kan bringes sammen i hvilken som helst rekkefølge enten før eller etter hydrogeneringen, og alt som er nødvendig, er at den endelige blanding må oppfylle produktkravene i henhold til oppfinnelsen.

Et produkt av fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen kan forbedres ytterligere med hensyn til kvalitet ved hjelp av fraksjonering om så ønskes.

129603

10

Oppfinnelsen skal i det følgende belyses ved eksempler og isodilatasjons-diagrammene som er vist i figurene 1 til 7 på tegningene. Temperaturene angir °C, og fettsyremengdene er angitt i vektprosent av de totale fettsyrer. Fettkomponentene A og B hadde i hvert tilfelle minst 90 % av 2-posisjonene i sine glycerider besatt av et C<sub>18</sub>-monoetensyre-radikal.

#### EKSEMPEL 1

##### Fremstilling av fettkomponent A 1

En palme-oleinfraksjon med jodtall 65,7, oppnådd ved løsningsmiddel-fraksjonering av palmeolje og med den sammensetning som er vist i tabell 1a nedenunder, ble selektivt hydrogenert ved bruk av ikke-pyrofort, sulfurisert nikkel på kiselgur-katalysator som inneholdt 43 % nikkel og 6,8 % svovel, regnet på vekten av nikkel. Oljefraksjonen (100 vektdeler) og katalysatoren (0,5 deler) ble rørt sammen i en hydrogeneringsautoklav under nitrogen og oppvarmet til 185°. Hydrogen-gassen ble deretter innledet fra bunnen av karet og inn i blandingen som ble omrørt med 500 rpm, slik at nitrogenet ble utskiftet ved ventilering, og deretter ble hydrogeneringsautoklaven operert som et "dead end system". Hydrogen ble hurtig ledet inn til det ble oppnådd et trykk på 2,4 kg/cm<sup>2</sup>, og hydrogenstrømmen inn i karet ble deretter justert for opprettholdelse av dette trekk. Små oljeprøver ble fjernet ved "blødning" fra tid til annen og deres jodtall og glidende smeltepunkt bestemt.

Hydrogeneringen ble stanset etter 5 timer, da jodtallet av den filtrerte og avkjølte olje var 53,3 og dens glidende smeltepunkt 38,6°. Dilatasjonen til den herdete olje ble målt ved 20°, 30°, 35° og 40°, dens trans-indeks ble bestemt og dens fettsyreinnhold analysert. Resultatene er gjengitt i tabell 1a. Röntgenpulver-diffraksjonsmålinger viste at fettstofferet krystalliserte i den stabile β-primærform.

##### Fremstilling av fettkomponent B 1

En bleket og raffinert dansk rapsolje (sommeravling) med syretall 0,1, forsåpningstall 174 og jodtall 103,7 og med sammensetning som vist i tabell 1a ble selektivt hydrogenert på samme måte som palme-olein-fraksjonen inntil den i løpet av 5 timer ga en herdete olje med egenskaper som vist i tabell 1a. Röntgenstrålemålinger viste at dette fettstofferet krystalliserte i den polymorfe β-primærform, men at denne forandret seg langsomt til den stabile β-form.

Tabell 1a

	Palme-olein fraksjon som utgangs- materiale	Kompo- nent A 1	Paps- olje som utgangs- materiale	Kompo- nent B 1
Jodtall	65,7	53,3	103,7	75,5
Glidende smp. °	-	38,6	-	33,7
Trans-indeks %	-	46	-	66
Dilatasjoner				
D <sub>20</sub>	-	1700	-	1370
D <sub>30</sub>	-	1155	-	445
D <sub>35</sub>	-	595	-	30°
D <sub>40</sub>	-	100	-	0
Fettsyrer				
Mettede				
C <sub>16</sub>	31,4	31,7	3,5	3,4
C <sub>18</sub>	4,9	5,1	1,1	1,9
C <sub>20</sub>	0,4	0,2	0	0
C <sub>22</sub>	0	0	0,4	1,3
Umettede				
C <sub>18</sub> -monoen	48,7	62,0	16,3	40,2
C <sub>18</sub> -dien	14,0	0,7	14,3	0
C <sub>18</sub> -trien	0,3	0	9,7	0
C <sub>20</sub> -monoen	0	0	8,1	8,1
C <sub>22</sub> -monoen	0	0	46,4	45,1

Blanding av fettkomponentene A og B

Det ble laget blandinger av fettkomponentene A 1 og B 1 ved å blande dem i forskjellige mengdeforhold, og deres dilatasjonsverdier ved forskjellige temperaturer ble bestemt. Den latente smeltevarme L av forskjellige sammensetninger ble bestemt ved differensial termal analyse på prøver som var oppvarmet til over 60° i 1 time og deretter avkjølt i smeltende is i 90 minutter, og den polymorfe form F av blandningene som var krystallisert mer enn 3 uker tidligere, ble også bestemt. Resultatene er angitt i tabell 1b.

129603

12

Tabell 1b

Mengdeforhold		Dilatasjoner						L	F
A 1	B 1	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>	D <sub>45</sub>	cal/g	
0	100	1370	-	445	30	10	0	20,1	$\beta$
5	95								$\beta$
10	90	1420	1160	545	40	10	0		
15	85								$\beta +$ $\beta$ -primær
25	75	1475	1225	635	85	10	0	24,5	$\beta$ -primær
40	60	1445	1195	610	75	10	0		
50	50							21,2	$\beta$ -primær
55	45	1420	1175	585	70	20	0		
70	30	1445	1205	650	200	20	0		
75	25							24,9	
85	15	1515	1320	850	380	15	0		
100	0	1700	-	1165	595	100	0	30,3	$\beta$ -primær

Det ble laget et isodilatasjonsdiagram som beskrevet ovenfor, se figur I. Det viser et maksimum ved 25 % A 1 ; 75 % B 1 under 30°, med tendens til å gå over til en blanding med noe høyere A 1-innhold (33 %) ved høyere temperaturer. Blandinger som inneholder fra 10 til 40 % A 1, tilsvarer størstedelen av toppen. Maksimumet tilsvarer den steileste dilatasjonskurve. Dataene for den latente varme indikerer et lignende maksimum. Den polymorfe form av blandingen med 25 % A 1 ; 75 % B 1, som nylig var krystallisert, viste seg også å være  $\beta$ -primær.

EKSEMPEL 2

Palme-olein-fraksjonen fra eksempel 1 (40 vektdeler) og rapsoljen fra eksempel 1 (60 vektdeler) ble blandet, og blandingen ble selektivt hydrogenert i 6 timer ved den fremgangsmåte som er beskrevet i eksempel 1, hvorved man fikk et fettprodukt i henhold til oppfinnelsen med følgende egenskaper:

		<u>Dilatasjoner</u>	
Jodtall	66,5	D <sub>20</sub>	1450
Glidende smp.	33,9°	D <sub>30</sub>	590
Stabil		D <sub>35</sub>	65
polymorf	$\beta$ -primær	D <sub>40</sub>	10
form			

Dilatasjonsverdiene viser at produktet lignet på 40 % A 1 ; 60 % B 1-blanding fra eksempel 1, noe som indikerer at blanding

av forløper-oljer fulgt av hydrogenering er ekvivalent med separat hydrogenering fulgt av blanding.

### EKSEMPEL 3

Palme-olein-fraksjonen fra eksempel 1 (25 vektdeler) og rapsoljen fra eksempel 1 (75 deler) ble blandet og blandingen selektivt hydrogenert i 2 timer ved den fremgangsmåte som er beskrevet i eksempel 1, og man fikk et fettprodukt (a). Andre produkter (b) og (c) ble laget på lignende måte, med unntagelse av at hydrogeneringen varte i henholdsvis 3 timer og 3 1/2 timer. Produktene hadde følgende egenskaper:

	(a)	(b)	(c)
Hydrogeneringens varighet (timer)	2	3	3,5
Jodtall	71,2	70,2	69,2
Glidende smp. °	32,3	33,8	34,3
Dilatasjoner			
D <sub>20</sub>	1310	1450	1480
D <sub>30</sub>	375	575	640
D <sub>35</sub>	10	65	100
D <sub>40</sub>	5	5	5

Den stabile polymorfe form av det krystalliserte fett (c) ble funnet å være  $\beta$ -primer.

### EKSEMPEL 4

#### Fremstilling av fettkomponent A 2

En bomullsfrøolje med jodtall 105 og med den sammensetning som er vist i tabell 4a, ble selektivt hydrogenert på samme måte som palme-olein-fraksjonen fra eksempel 1, med unntagelse av at det ble brukt en vektdel katalysator pr. 100 deler olje, inntil det i løpet av 6 timer ga en herdet olje med de egenskaper som er vist i tabell 4a.

#### Fremstilling av fettkomponent B 2

En annen batch av rapsoljen fra eksempel 1 ble selektivt hydrogenert som beskrevet der, og man fikk en herdet olje med de egenskaper som er vist i tabell 4a.

Tabell 4a

	Bomullsfröolja som startmateriale	Komponent A 2	Komponent B 2
Jodtall	105	62,4	75,2
Glidende smp. °	-	39,6	33,1
Trans-indeks %	-	49	65
Dilatasjoner			
D <sub>20</sub>	-	1585	1355
D <sub>30</sub>	-	1105	400
D <sub>35</sub>	-	605	15
D <sub>40</sub>	-	130	10
D <sub>45</sub>	-	10	-
Fettsyrer			
Mettede			
C <sub>16</sub>	25,0	25,1	3,4
C <sub>18</sub>	3,0	4,5	1,9
C <sub>20</sub>	1,0	1,1	0,3
C <sub>22</sub>	0	0	1,3
Umettede			
C <sub>16</sub> -monoene	0	0,9	0
C <sub>18</sub> -monoene	18,9	62,5	38,1
C <sub>18</sub> -diene	51,0	5,5	2,1
C <sub>18</sub> -triene	0	0	0
C <sub>20</sub> -monoene	1,0	0,6	7,9
C <sub>22</sub> -monoene	0	0	45,8
Stabil polymorf. form		β-primer	β

Blanding av fettkomponentene A og B

Blandinger av fettkomponentene A 2 og B 2 ble laget som før, og dilatasjonene er vist i tabell 4b.

Tabell 4b

Mengdeforhold		Dilatasjoner					
A 2	B 2	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>	D <sub>45</sub>
0	100	1355	-	400	15	10	-
15	85	1395	1115	615	75	0	-
30	70	1430	1150	675	90	0	-
50	50	1330	1080	630	85	0	-
70	30	1300	1045	625	180	0	-
85	15	1405	1215	880	390	55	0
100	0	1585	-	1105	605	130	10

Et isodilatasjonsdiagram ble laget som ovenfor beskrevet, se figur II. Det viser et maksimum ved 30 % A 2 : 70 % B 2 ved 20° og viser tendens til å gå over til en blanding med noe mindre A 2-innhold (25 %) ved 30-35°. Blandinger som inneholder fra 10 til 50 % A 2, dekker størstedelen av toppen. Maksimumet tilsvarende den steileste dilatasjonskurve. Den polymorfe form av den nylig krystalliserte 30 % A 2 : 70 % B 2-blanding viste seg å være β-primær og å være stabil.

#### EKSEMPEL 5

##### Fremstilling av fettkomponent A 3

En jordnøttolje med jodtall 86,2 og med den sammensetning som er vist i tabell 5a, ble selektivt hydrogenert på samme måte som palme-olein-fraksjonen fra eksempel 1, med unntagelse av at 1 vektandel katalysator ble brukt pr. 100 deler olje, inntil den i løpet av 7 timer ga en herdet olje med de egenskaper som er vist i tabell 5a.

##### Fremstilling av fettkomponent B 3

En tredje batch av rapsoljen fra eksempel 1 ble selektivt hydrogenert som beskrevet der og ga etter 4 timer en herdet olje med de egenskaper som er vist i tabell 5a.

Tabell 5a

	Jordnøttolje som startmateriale	Komponent A 3	Komponent B 3
Jodtall	86,2	67,7	75,8
Glidende smp. °	-	36,0	32,3
Trans-indeks %	-	50	65

129603

16

	Jordnøttolje som startmateriale	Komponent A 3	Komponent B 3
<b>Dilatasjoner</b>			
D <sub>20</sub>	-	1435	1300
D <sub>25</sub>	-	1205	-
D <sub>30</sub>	-	740	345
D <sub>35</sub>	-	205	0
D <sub>40</sub>	-	0	-
<b>Fettsyrer</b>			
<b>Mettede</b>			
C <sub>16</sub>	9,9	10,2	3,7
C <sub>18</sub>	3,3	6,9	1,5
C <sub>20</sub>	2,5	2,1	0,2
C <sub>22</sub>	2,7	2,1	1,4
<b>Umettede</b>			
C <sub>16</sub> -monoene	0,5	0,1	0
C <sub>18</sub> -monoene	53,9	77,6	37,0
C <sub>18</sub> -diene	24,2	0	3,2
C <sub>18</sub> -triene	1,0	0	0
C <sub>20</sub> -monoene	2,0	1,2	7,9
C <sub>22</sub> -monoene	0	0	45,2
Stabil polymorf form		β-primær	β

Blanding av fettkomponentene A og B

Blandinger av fettkomponentene A 3 og B 3 ble laget som før, og dilatasjonene er vist i tabell 5b.

Tabell 5b

<u>Mengdeforhold</u>		<u>Dilatasjoner</u>				
A 3	B 3	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>
0	100	1300	-	345	0	-
5	95	1300	960	350	0	0
15	85	1340	1040	550	0	0
25	75	1340	1060	550	20	0
50	50	1300	1010	510	55	0
75	25	1265	975	540	65	0



<u>Mengdeforhold</u>		<u>Dilatasjoner</u>				
A 3	B 3	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>
85	15	1315	1035	550	120	0
95	5	1385	1110	670	170	0
100	0	1435	1205	740	205	0

Et isodilatasjonsdiagram ble tegnet som tidligere beskrevet, se figur 3. Det viser et maksimum ved 20 % A 3 : 80 % B 3 ved 20° og viser tendens til å gå over til en blanding med litt høyere A 3-innhold (30 %) ved 30-35°. Blandinger som inneholder fra 10 til 50 % A 3, dekker størstedelen av toppen. Maksimumet tilsvarende den steileste dilatasjonskurve. Den polymorfe form av den nylig krystalliserte 25 % A 3 : 75 % B 3-blanding viste seg å være  $\beta$ -primær og å være stabil.

#### EKSEMPEL 6

##### Fremstilling av fettkomponent A 4

En zero-eruka-rapsolje med jodtall 113,0 og av den sammensetning som er vist i tabell 6a, ble selektivt hydrogenert på samme måte som palme-olein-fraksjonen fra eksempel 1, med den unntagelse at trykket var 1,7 kg/cm<sup>2</sup>, temperaturen 200°C, rørehastigheten 300 rpm, og det ble brukt 1,5 vektdeler katalysator til 100 deler olje, inntil den i løpet av 9 1/2 timer ga en herdet olje med de egenskaper som er vist i tabell 6a.

Den herdete olje (100 vektdeler i gram) og tørr aceton (900 volumdelere i cm<sup>3</sup>) ble blandet og oppvarmet til 40°, avkjølt til 10° i løpet av 15 minutter, hvorefter blandingen hensto i 30 minutter, det krystalliserte fett ble filtrert av og vasket tre ganger med aceton (150 deler hver gang) ved 10°. De vaskede krystaller ble oppvarmet for avdrivning av mesteparten av det gjenværende aceton, og den lille mengde rest-aceton ble fjernet ved oppvarming i en vakuum-destillasjonskolbe, hvorefter man fikk 36 % utbytte av en stearin-fraksjon av selektivt hydrogenert zero-eruka-rapsolje med de egenskaper som er vist i tabell 6a.

##### Fremstilling av fettkomponent B 4

Den selektivt hydrogenerte rapsolje B 1 fra eksempel 1 ble krystallisert fraksjonert ut fra aceton på lignende måte, med unntagelse av at avkjølingen ble utført i løpet av 6 minutter. Utbyttet av stearin-fraksjonen var 60 %, og den hadde de egenskaper som er vist tabell 6a.

129603

18

Tabell 6a

	Zero- eruka raps- olje	Merdet raps- olje	Komponent A 4	Komponent B 4
Jodtall	113,0	77,3	70,0	72,5
Glidende smp. °	-	31,9	45,0	35,0
Trans-indeks %	-	68	70	67
Dilatasjoner				
D <sub>20</sub>	-	1080	1920	1740
D <sub>25</sub>	-	-	1850	1560
D <sub>30</sub>	-	300	1555	1105
D <sub>35</sub>	-	80	725	180
D <sub>40</sub>	-	5	395	15
D <sub>45</sub>	-	-	110	-
Fettsyrer				
Mettede				
C <sub>16</sub>	3,8	5,0	6,5	4,3
C <sub>18</sub>	1,1	5,5	10,3	2,2
C <sub>20</sub>	0,2	0	1,4	1,7
C <sub>22</sub>	0	0	0	1,7
Umettede				
C <sub>16</sub> -monoer	0	0	0	0
C <sub>18</sub> -monoer	62,4	84,9	76,3	35,4
C <sub>18</sub> -dien	19,8	3,5	3,9	0
C <sub>18</sub> -trien	12,8	0	0	0
C <sub>20</sub> -monoer	0	1,0	1,6	8,8
C <sub>22</sub> -monoer	0	0	0	45,9
Stabil polymorf form			β	β

Blanding av fettkomponentene A og B

Det ble laget blandinger av fettkomponentene A 4 og B 4, og dilatasjonene var som vist i tabell 6b.

Tabell 6b

<u>Mengdeforhold</u>		<u>Dilatasjoner</u>					
A 4	B 4	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>	D <sub>45</sub>
0	100	1740	1560	1105	180	15	-
10	90	1755	1605	1190	305	15	-
25	75	1775	1640	1280	435	10	-
40	60	1635	1455	1085	355	10	-
50	50	1790	1640	1175	390	10	-
60	40	1760	1585	1070	325	25	-
75	25	1785	1595	1065	285	20	-
90	10	1830	1680	1255	445	30	-
100	0	1920	1850	1555	725	395	110

Det ble tegnet et isodilatasjonsdiagram som beskrevet ovenfor, se figur 4. Det viser et maksimum ved blandingen 25 % A 4 ; 75 % B 4, idet blandingene som inneholder fra 10 til 50 % A 4 dekker mesteparten av toppen. Den polymorfe form av den nylig krystalliserte blanding 25 % A 4 ; 75 % B 4 viste seg å være  $\beta$ -primær og stabil.

#### EKSEMPEL 7

##### Fremstilling av fettkomponent A 5

Den selektivt hydrogenerte bomullsfrøolje A 2 fra eksempel 4 ble krystallisert fraksjonert fra acetone ved den fremgangsmåte som er beskrevet for fettkomponent A 4 i eksempel 6, med unntagelse av at 100 vektdeler i gram av herdet olje ble brukt til 500 volumdelar i  $\text{cm}^3$  av acetone, avkjølingen var fra  $40^\circ$  til  $0^\circ$  i løpet av 40 minutter, og acetonet for vasking var av  $0^\circ$ , og det ble brukt 120 deler for hver vask.

Stearin-fraksjonen, som ble oppnådd med 80 % utbytte, hadde de egenskaper som er vist i tabell 7a.

##### Fremstilling av fettkomponent B 5

Den selektivt hydrogenerte rapsolje fra eksempel 5 (fettkomponent B 3) ble krystallisert fraksjonert fra acetone ved bruk av den fremgangsmåte som er beskrevet for fettkomponent A 4 i eksempel 6, og man fikk en stearin-fraksjon i 55 % utbytte. Egenskapene er vist i tabell 7a.

**129603**

20

Tabell 7a

	<u>Komponent A 5</u>	<u>Komponent B 5</u>
Jodtall	60,3	72,7
Glidende smp. °	42,7	34,2
Trans-indeks %	50	66
Dilatasjoner		
D <sub>20</sub>	1765	1715
D <sub>25</sub>	1690	1560
D <sub>30</sub>	1435	945
D <sub>35</sub>	970	160
D <sub>40</sub>	290	0
D <sub>45</sub>	5	-
Fettsyrer		
Mettede		
C <sub>16</sub>	26,7	4,8
C <sub>18</sub>	6,0	2,3
C <sub>20</sub>	1,2	1,1
C <sub>22</sub>	0	1,1
Umettede		
C <sub>16</sub> -monoene	0,8	0
C <sub>18</sub> -monoene	62,0	34,1
C <sub>18</sub> -dien	2,7	0
C <sub>20</sub> -monoene	0,6	8,5
C <sub>22</sub> -monoene	0	48,0
Stabil polymorf form	$\beta$ -primær	$\beta$

Blanding av fettkomponentene A og B

Blandinger av fettkomponentene A 5 og B 5 ble laget som tidligere, og dilatasjonene vist i tabell 7b.

Tabell 7b

Mengdeforhold

A 5	B 5	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>	D <sub>45</sub>
0	100	1715	1560	945	160	0	-
5	95	1740	1570	960	165	15	-
15	85	1750	1625	1080	270	10	-
25	75	1770	1655	1140	335	10	-
50	50	1695	1560	1005	380	10	-
75	25	1695	1550	1025	445	45	-
85	15	1635	1475	1045	570	105	-
95	5	1815	1765	1445	870	210	-
100	0	1765	1690	1435	970	290	5

Isodilatasjonsdiagrammet i figur V ble tegnet på grunnlag av disse resultater. Det viser et maksimum ved blandingen 25 % A 5 : 75 % B 5, idet blandinger som inneholder fra 10 til 50 % A 5, dekker mesteparten av toppen. Den polymorfe form av den nylig krystalliserte blanding 25 % A 5 : 75 % B 5 viste seg å være  $\beta$ -primær og stabil.

EKSEMPEL 8Fremstilling av fettkomponent B 6

En nøytral crambe-olje med syretall 0,50, forsåpningstall 169,4, jodtall 95,3 og fettsyresammensetning som vist i tabell 8a ble selektivt hydrogenert under de betingelser som er beskrevet for palme-olein-fraksjonen fra eksempel 1. Hydrogeneringen ble fullført i løpet av 7 timer, og den herdede olje hadde de egenskaper som er vist i tabell 8a.

Den herdede olje ble krystallisert fraksjonert fra aceton ved bruk av en fremgangsmåte som er beskrevet for fettkomponent A 4, i eksempel 6, og man fikk en stearin-fraksjon med 60 % utbytte og de egenskaper som er vist i tabell 8a.

Tabell 8a

	Startmateriale	Herdet olje	Fettkomponent B 6
Jodtall	95,3	74,6	72,4
Glidende smp. <sup>o</sup>	-	33,0	37,0
Trans-indeks	-	63	65

129603

22

	Startmateriale	Herdet olje	Fett- komponent B 6
Dilatasjoner			
D <sub>20</sub>	-	1345	1770
D <sub>25</sub>	-	-	1675
D <sub>30</sub>	-	460	1220
D <sub>35</sub>	-	70	395
D <sub>40</sub>	-	5	45
Fettsyrer			
Mettede			
C <sub>16</sub>	2,8	2,8	2,7
C <sub>18</sub>	0,8	1,3	1,7
C <sub>20</sub>	0,3	0,3	1,3
C <sub>22</sub>	0,5	2,4	3,9
Umettede			
C <sub>16</sub> -monoen	-	-	0,7
C <sub>18</sub> -monoen	15,9	32,6	30,2
C <sub>18</sub> -dien	10,2	1,6	1,5
C <sub>18</sub> -trien	7,8	0	0
C <sub>20</sub> -monoen	4,8	3,3	3,8
C <sub>22</sub> -monoen	56,8	55,5	54,2
Stabil polymorf form			β

Blanding av fettkomponentene A og B

Blandinger av fettkomponentene A 4 (se eksempel 6) og B 6 ble laget som tidligere, og dilatasjonene er vist i tabell 8b.

Tabell 8b

<u>Mengdeforhold</u>		<u>Dilatasjoner</u>					
A 4	B 6	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>	D <sub>45</sub>
0	100	1770	1675	1220	395	45	-
10	90	1820	1700	1190	315	10	-
25	75	1865	1780	1310	390	5	-
40	60	1865	1825	1395	490	10	-
50	50	1850	1775	1290	475	20	-

<u>Menadeforhold</u>		<u>Dilatasjoner</u>					
A 4	B 6	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>	D <sub>45</sub>
60	40	1825	1705	1135	400	20	-
75	25	1825	1645	1020	280	10	-
90	10	1875	1700	1240	430	100	-
100	0	1920	1850	1555	725	395	110

Isodilatasjonsdiagrammet i figur 7I ble tegnet opp på bakgrunn av disse resultater. Det viser et maksimum ved blandingen 40 % A 4 ; 60 % B 6, idet hoveddelen av toppen tilsvarer fra 20 til 50 % A 4. Maksimumet tilsvarer den steileste dilatasjonskurve. Den polymorfe form av den nylig krystalliserte blanding 25 % A 4 ; 75 % B 6 ble funnet å være  $\beta$ -primær og viste seg å være stabil.

#### EKSEMPEL 9

##### Fremstilling av fettkomponent A 6

En annen batch av palme-olein-fraksjonen fra eksempel 1 ble selektivt hydrogenert som beskrevet der, med unntagelse av at hydrogeneringstemperaturen var 180°. Etter 5 timer fikk man en herdet olje med de egenskaper som er vist i tabell 9a.

##### Fremstilling av fettkomponent B 7

En olein-fraksjon oppnådd ved aceton-fraksjonering av en selektivt herdet rapsolje og med de egenskaper som er vist i tabell 9a, ble selektivt hydrogenert ved den fremgangsmåte som er beskrevet i eksempel 1 for fettkomponent A 1, med unntagelse av at det ble brukt 1 del katalysator til 100 deler olje og at temperaturen var 185°. Det herdete produkt som ble oppnådd etter 2 timers hydrogenering, hadde de egenskaper som er vist i tabell 9a.

Tabell 9a

	Komponent A 6	Herdet rapsfrö- olein-fraksjon	Komponent B 7
Jodtall	53,5	81,0	75,8
Glidende smp. °	37,1	28,0	32,7
Trans-indeks %	45	53	62
Dilatasjoner			
D <sub>20</sub>	1640	320	1225
D <sub>25</sub>	-	110	855
D <sub>30</sub>	1010	15	390

129603

24

	Komponent A 6	Herdet rapsfrö- olein-fraksjon	Komponent B 7
D <sub>35</sub>	520	-	50
D <sub>40</sub>	40	-	0
Fettsyrer			
Mettede			
C <sub>16</sub>	31,8	3,6	3,3
C <sub>18</sub>	5,3	1,1	3,2
C <sub>20</sub>	0,2	0,3	1,5
C <sub>22</sub>	0	0,8	3,2
Umettede			
C <sub>16</sub> -monoen	0	-	0,3
C <sub>18</sub> -monoen	61,6	31,0	27,7
C <sub>18</sub> -dien	1,1	8,2	5,6
C <sub>20</sub> -monoen	0	10,5	9,4
C <sub>22</sub> -monoen	0	45,0	45,6

Blanding av fettkomponentene A og B

Blandinger av fettkomponentene A 6 og B 7 ble laget som tidligere, og dilatasjonene vist i tabell 9b.

Tabell 9b

<u>Mengdeforhold</u>		<u>Dilatasjoner</u>				
A 6	B 6	D <sub>20</sub>	D <sub>25</sub>	D <sub>30</sub>	D <sub>35</sub>	D <sub>40</sub>
0	100	1225	855	390	50	0
15	85	1275	950	530	40	0
30	70	1260	915	425	40	10
50	50	1285	930	450	35	10
75	25	1365	1020	560	150	10
35	15	1510	1255	865	360	20
100	0	1640	-	1010	520	40

Et isodilatasjonsdiagram ble tegnet som beskrevet ovenfor, se figur 7. Det viser et maksimum ved blandingen 15 % A 6 : 85 % B 7, idet størsteparten av toppen tilsvarende fra 10 til 22 % A 6.

Spisefettene som fremstilles ved en fremgangsmåte i henhold til oppfinnelsen, kan brukes som erstatning for sjokoladefett, i



karamell, kakebelegg og som krem for kjeksfill. Således kan et sjokolademateriale lages ved at det i resepten for produktet inngår passende smaksstoffer, f.eks. kakaopulver, sukker, tørrmelk og lecitin. Egnede resepter på produkter hvor spise-fett-produktene fra eksempel 3 inngår, er som følger:

VektdelerResept A (melkesjokolade)

Spisefett (b) fra eksempel 3	35,5
Kakaopulver (inneholdende 10-12 % kakaosmør)	5
Melis	43
Skummet tørrmelk	15,5
Lecitin	0,45

Resept B (melkesjokolade)

Spisefett (b) fra eksempel 3	30
Kakaopulver (inneholdende 10-12 % kakaosmør)	5
Melis	43
Tørrmelk av helmelk	22
Lecitin	0,45

Resept C (karamell)

Spisefett (b) fra eksempel 3	6
Granulert sukker	12
Glukose	12
Sötet, kondensert melk av helmelk	12
Vann	1

Resept D (krem for kjeksfill)

Spisefett (a) fra eksempel 3	40
Melis	60

129603

P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåte for fremstilling av et hardt fett egnet for anvendelse som kakaosmør-erstatning ved selektiv hydrogenering, og eventuelt løsningsmiddelfraksjonering, av naturlige fett som inneholder glycerider av polyetensyrer, k a r a k t e r i s e r t ved at det lages en blanding av:

fra 10 til 50 vekt% av en urandomisert fettkomponent A, i hvis triglycerider de totale fettsyrer har et  $C_{16}$ - og  $C_{18}$ -syreinnhold på minst 90 vekt%, hvorav fra 10 til 45 % er mettet fettsyre, og

fra 50 til 90 vekt% av en urandomisert fettkomponent B, i hvis triglycerider de totale fettsyrer har et  $C_{20}$ - og  $C_{22}$ -syreinnhold på fra 30 til 75 vekt% og ikke mer enn 20 % mettet fettsyre,

idet begge komponenter A og B har minst 85 % av 2-posisjonene besatt av et  $C_{18}$ -monoetensyreradikal, og en trans-indeks på mellom 40 og 75, og de totale fettsyrer i triglyceridene i komponentene A og B inneholder mindre enn 10 vekt% polyetensyrer,

ved selektivt å hydrogenere og eventuelt løsningsmiddelfraksjonere, enten sammen eller separat, forløpere av komponentene A og B som består av naturlige fett, eller fettfraksjoner avledet fra disse, hvis glycerider inneholder store mengder av polyetensyrer, inntil komponentene A og B er dannet, mens dersom forløperne er hydrogenert og eventuelt løsningsmiddelfraksjonert separat, de separate komponenter A og B blandes til slutt.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t ved at fettkomponenten A har fra 15 til 40 % mettede  $C_{16}$ - og  $C_{18}$ -syrer, ikke mer enn 6 % andre mettede fettsyrer, og en transindeks på mellom 40 og 60.

3. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t ved at fettkomponenten B har minst 50 vekt%  $C_{20}$ - og  $C_{22}$ -syrer, hvorav minst 75 % av de totale  $C_{20}$ - og  $C_{22}$ -syrer er  $C_{22}$ -syre, mindre enn 12 % er mettet fettsyre, og en transindeks på mellom 50 og 70.

4. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t ved at de separate fettkomponenter A og B blandes, idet komponent A har et jodtall på mellom 50 og 75, og komponent B har et jodtall på mellom 65 og 80.

**129603**

- (56) Anførte publikasjoner:  
Alment tilgjengelig norsk søknad nr. 3109/68

FIG. 1.

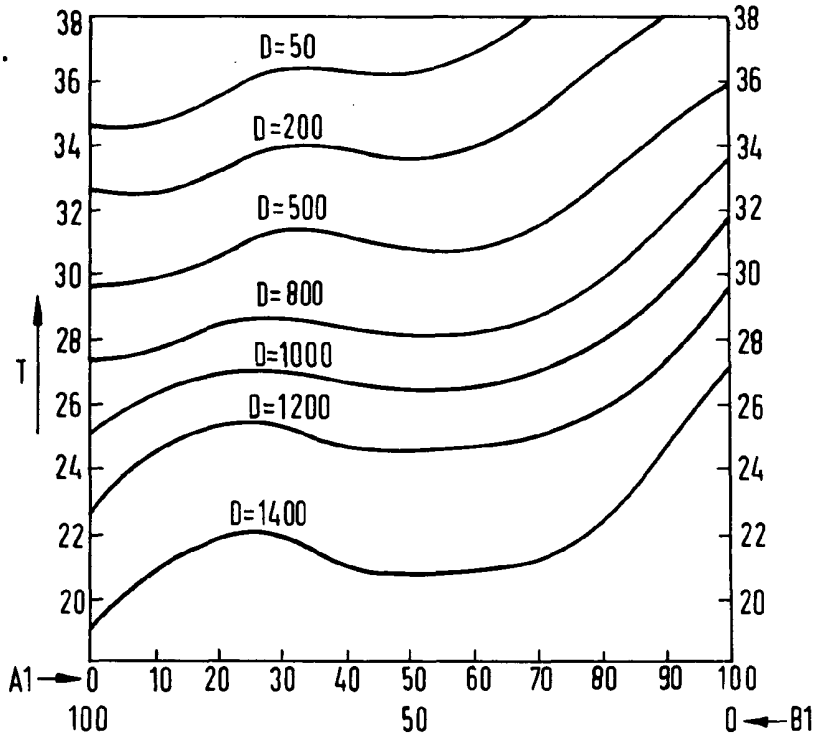
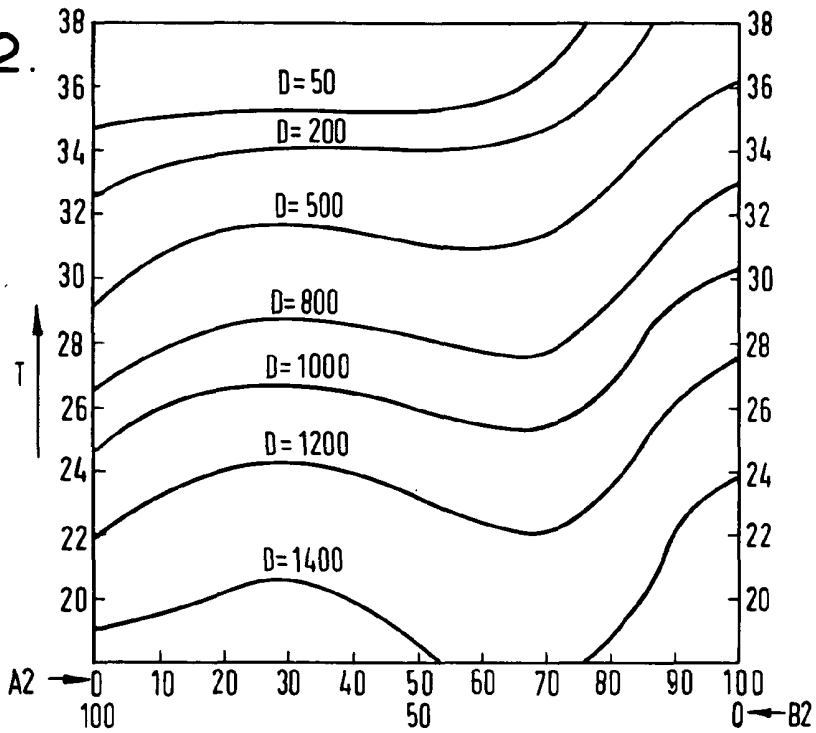


FIG. 2.



129603

FIG. 3.

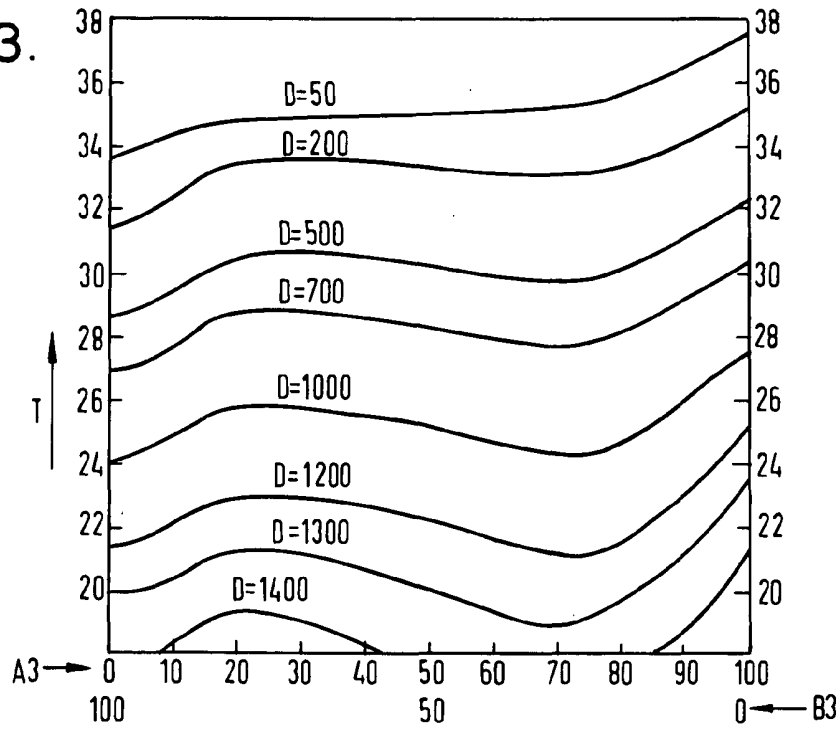
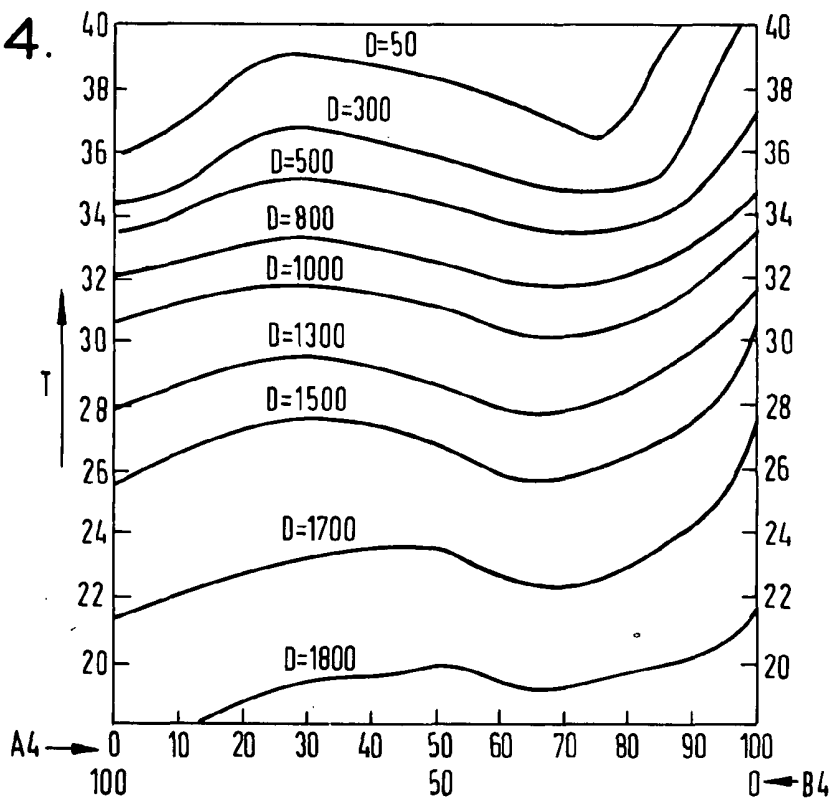


FIG. 4.



129603

FIG. 5.

