



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(51) Int. Cl.³: C 11 B

1/10

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



(12) **PATENT SCHRIFT** A5

(11)

639 995

(21) Gesuchsnummer: 3559/78

(22) Anmeldungsdatum: 03.04.1978

(30) Priorität(en): 14.04.1977 US 787660

(24) Patent erteilt: 15.12.1983

(45) Patentschrift
veröffentlicht: 15.12.1983

(73) Inhaber:
United States Department of Commerce,
Springfield/VA (US)

(72) Erfinder:
James Clifford Craig, jun., Maple Glen/PA (US)
Michael Frederick Kozempel, Warminster/PA
(US)
Stanley Elias, Elkins Park/PA (US)

(74) Vertreter:
Patentanwaltsbureau Isler & Schmid, Zürich

(54) Verfahren zum Fraktionieren von Talg.

(57) Talg wird kontinuierlich in einem Lösungsmittel gelöst und in einem Kristallisationssystem derart verarbeitet, dass drei Fraktionen entstehen. Von diesen weist eine die physikalischen und thermalen Eigenschaften von Kakaobutter auf. Eine zweite Fraktion ist hart und hochschmelzend, die dritte ist eine flüssige Ölfraction. Die nominale Verweilzeit der kristallisierenden Lösung im System bei konstanter Kristallisationstemperatur beträgt weniger als 10 Minuten. Alle drei Fraktionen sind in der Nahrungsmittel-Industrie verwendbar.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum Fraktionieren von Talg in drei verschiedenen Fraktionen, nämlich eine harte, hochschmelzende feste Fraktion, eine plastische feste Fraktion mit physikalischen und thermischen Eigenschaften ähnlich von Kakaobutter, und einer flüssigen Ölfraction, dadurch gekennzeichnet, dass man

1) den Talg in einem geeigneten Lösungsmittel löst, die Lösung einem oder mehreren Kristallisatoren zuführt, die Lösung durch die Kristallisatoren bei einer vorgewählten konstanten Kristallisationstemperatur zirkuliert und einen harten, hochschmelzenden Feststoff auskristallisiert,

2) das Filtrat aus der vorherigen ersten Kristallisation in einem vorgewählten konstanten Kristallisationstemperaturbereich zirkuliert und einen plastischen Feststoff auskristallisiert, dessen physikalische und thermische Eigenschaften ähnlich der von Kakaobutter sind, und

3) das Lösungsmittel aus dem Filtrat aus der zweiten Kristallisation entfernt, wobei man eine Fraktion aus einem flüssigen Öl erhält,

wobei bei dem Verfahren Vorrichtungen zum kontinuierlichen Zuführen des gelösten Talg zu den Kristallisatoren, zum kontinuierlichen Entfernen des kristallisierten Produktes, zum Begrenzen der nominalen Verweilzeit der Lösung in den Kristallisatoren bei einer vorgewählten konstanten Kristallisationstemperatur verwendet werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der vorgewählte Temperaturbereich in Stufe 1 15 bis 20°C und der vorgewählte Temperaturbereich in Stufe 2 1 bis 7°C ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Lösungsmittel ein Kohlenwasserstoff oder ein Keton verwendet wird.

4. Verfahren nach Patentanspruch 1, gekennzeichnet durch die Stufen:

a) Auflösen des Talgs in einem geeigneten Lösungsmittel, wobei das Verhältnis des Lösungsmittels zum Talg ausreicht, um den Talg zu lösen, und um eine Fraktionierung bei einem für die Kristallisation geeigneten Verhältnis der Konzentration des gelösten Stoffes und der Temperatur zu bewirken;

b) Umlaufen der Lösung von Stufe (a) durch einen oder mehrere Kristallisatoren, bis eine konstante Kristallisationstemperatur erreicht ist;

c) Filtrieren der Lösung und Sammeln des Niederschlags aus der Stufe (b), wobei dieser Niederschlag die harte erste Fraktion ist;

d) Umlaufenlassen des Filtrates aus Stufe (c) durch einen oder mehrere Kristallisatoren, bis eine konstante Kristallisationstemperatur erreicht worden ist;

e) Filtrieren der Lösung und Sammeln des in Stufe (d) gewonnenen Niederschlags, wobei dieser Niederschlag die plastische zweite Fraktion ist;

f) Entfernen des Lösungsmittels aus dem Filtrat der Stufe (e), wobei man die flüssige dritte Fraktion erhält, wobei die nominale Verweilzeit bei einer vorbestimmten konstanten Kristallisationstemperatur auf 10 Minuten oder weniger begrenzt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsmittel Aceton ist, dass die Menge des Acetons zum Löslichmachen des Talgs und zur Bewirkung der Kristallisation 8 bis 10 Teile Aceton pro ein Teil Talg ist, dass die konstante Kristallisationstemperatur für die erste Kristallisation 15 bis 20°C beträgt, und dass die konstante Kristallisationstemperatur für die zweite Kristallisation 1 bis 7°C beträgt.

6. Produkt, hergestellt nach dem Verfahren gemäss Anspruch 1.

7. Produkt nach Anspruch 6, hergestellt nach dem Verfahren gemäss Anspruch 2.

8. Verfahren zum Fraktionieren von Talg in drei verschiedenen Fraktionen, nämlich einer Fraktion aus einem harten, hochschmelzenden Feststoff, einem plastischen Feststoff, dessen physikalische und thermische Eigenschaften ähnlich der von Kakaobutter sind, und einer Fraktion aus einem flüssigen Öl, dadurch gekennzeichnet, dass man

(1) den Talg in einem geeigneten Lösungsmittel auflöst, die Lösung zu einem oder mehreren Kristallisatoren führt, die Lösung durch die Kristallisatoren bei einer vorgewählten konstanten Kristallisationstemperatur zirkulieren lässt, einen Niederschlag auskristallisiert, der aus einer Kombination einer Fraktion aus einem harten, hochschmelzenden Feststoff und einer Fraktion eines plastischen Feststoffes besteht,

(2) dass man das Lösungsmittel aus dem Filtrat des vorhergehenden Niederschlags entfernt, wobei man eine Fraktion eines flüssigen Öls gewinnt,

(3) dass man den in Stufe (1) erhaltenen Niederschlag in einem geeigneten Lösungsmittel wieder auflöst, die Lösung zu einem oder mehreren Kristallisatoren führt, die Lösung durch die Kristallisatoren bei einer vorgewählten konstanten Kristallisationstemperatur zirkulieren lässt und eine Fraktion aus einem harten, hochschmelzenden Feststoff gewinnt,

(4) dass man das Lösungsmittel aus dem Filtrat der Stufe (3) der festen Fraktion entfernt und dabei einen plastischen Feststoff erhält, dessen physikalische und thermische Eigenschaften ähnlich der von Kakaobutter sind, wobei das Verfahren durchgeführt wird in Vorrichtungen zur kontinuierlichen Zufuhr des gelösten Talgs zu den Kristallisatoren, zum kontinuierlichen Entfernen des kristallisierten Produktes und zum Begrenzen der nominalen Verweilzeit einer Lösung in den Kristallisatoren bei einer vorgewählten konstanten Temperatur.

9. Verfahren nach Anspruch 8, gekennzeichnet durch die Stufen:

(a) Auflösen des Talgs in einem geeigneten Lösungsmittel, wobei das Verhältnis des Lösungsmittels zum Talg ausreicht, um den Talg zu lösen und um die Fraktionierung in einem für die Kristallisation erforderlichen Verhältnis von Konzentration an gelöstem Stoff und Temperatur zu bewirken;

(b) Umlaufenlassen der Lösung der Stufe (a) durch einen oder mehrere Kristallisatoren, bis eine konstante Kristallisationstemperatur erreicht wurde;

(c) Filtrieren der Lösung und Sammeln des Niederschlags, der sich in Stufe (b) gebildet hat, wobei dieser Niederschlag eine Kombination aus einer ersten und einer zweiten Fraktion ist;

(d) Entfernen des Lösungsmittels aus dem Filtrat der Stufe (c), wobei man eine dritte Fraktion erhält;

(e) Wiederauflösen des Niederschlags, der in Stufe (c) erhalten wurde, in einem geeigneten Lösungsmittel, wobei das Verhältnis von Aceton zum Lösungsmittel ausreicht, um den Niederschlag aufzulösen, und um eine Fraktionierung zu bewirken bei einem für die Kristallisation geeigneten Verhältnis von Konzentration an gelöstem Stoff und Temperatur;

(f) Umlaufenlassen der Lösung aus Stufe (e) durch einen oder mehrere Kristallisatoren, bis eine konstante Kristallisationstemperatur sich eingestellt hat;

(g) Filtrieren der Lösung und Sammeln des in Stufe (f) gebildeten Niederschlags, wobei dieser Niederschlag die vorerwähnte erste Fraktion darstellt;

(h) Entfernen des Lösungsmittels aus dem Filtrat der Stufe (g), wobei man die vorher erwähnte Fraktion erhält, wobei die Verweilzeit in den Kristallisatoren auf ein Maximum von 10 Min. begrenzt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsmittel Aceton ist, dass die zum Lösen des Talgs und zur Bewirkung der Kristallisation benötigte Menge an Aceton 7 bis 10 Teile Aceton pro 1 Teil Talg ist, dass die konstante Kristallisationstemperatur für die erste Kristallisation 1 bis 7°C ist und die konstante Kristallisationstemperatur für die zweite Kristallisation 15 bis 20°C ist.

11. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass der vorgewählte Temperaturbereich in Stufe (1) 1 bis 7°C und der vorgewählte Temperaturbereich in Stufe (3) 15 bis 20°C ist.

12. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass ein geeignetes Lösungsmittel ein Kohlenwasserstoff oder ein Keton ist.

13. Produkt, hergestellt nach dem Verfahren gemäss Anspruch 9.

14. Produkt nach Anspruch 13, hergestellt nach dem Verfahren gemäss Anspruch 11.

Rindertalg ist ein komplexes Material, das hauptsächlich aus Glycerinestern besteht. Die Merzhzahl der Fettsäuren hat 14 bis 18 Kohlenstoffatome in der Kette, und sie sind sowohl gesättigt als auch ungesättigt. Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung hat ein typisches Rindertalg die folgende Fettsäurezusammensetzung:

Säure	Prozent
Hexadekan	26
Hexadecen	5
Octadekan	15
Octadecen	44

Die restlichen 10% Rindertalgfettsäuren treten in geringeren Konzentrationen auf.

Die physikalischen Eigenschaften von Talg oder von Talgfraktionen hängen nicht nur von den darin enthaltenen Fettsäuren ab, sondern auch von der Art, in welcher diese Fettsäuren am Glycerinmolekül verteilt sind. Die Anzahl der Glyceride ist ausserordentlich gross, weil nur 5 Fettsäuren allein theoretisch 125 Triglyceride, einschliesslich aller Stellungsisomere, bilden können. Um das Problem der Zusammensetzung zu vereinfachen, beschreibt man die Fette häufig nach dem Typ und Prozentsatz der Fettsäuren von sehr ähnlichen Glyceriden. Bezeichnet man die gesättigten und ungesättigten Säuregruppen als S bzw. U, so kann man die folgenden 6 Triglyceridarten formulieren in Abhängigkeit von der Zahl und der Stellung der gesättigten und ungesättigten Gruppen daran:

Glycerid-Art					
1	2	3	4	5	6
$\begin{bmatrix} \text{S} \\ \text{S} \\ \text{S} \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} \text{S} \\ \text{S} \\ \text{U} \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} \text{S} \\ \text{U} \\ \text{S} \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} \text{S} \\ \text{U} \\ \text{U} \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} \text{U} \\ \text{S} \\ \text{U} \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} \text{U} \\ \text{U} \\ \text{U} \end{bmatrix}$

Rindertalg enthält eine grosse Anzahl an Glyceriden, welche eine Vielzahl von physikalischen Eigenschaften aufweisen. Einige sind fest oder halbfest bei Raumtemperatur, während andere flüssig sind. Im natürlichen Zustand vereint 5 bilden sie ein Rindertalg mit nur sehr begrenzten Anwendungsmöglichkeiten.

Infolgedessen ist es eine Aufgabe der Erfindung, aus Rindertalg Glyceridmischungen mit vorbestimmten physikalischen Eigenschaften herzustellen, und dadurch die Anwendbarkeit von Talg zu erhöhen und ihn als Quelle für eine Vielzahl von Fetten nach Mass mit spezifischen Verwendbarkeiten zu machen.

Ein weiteres Ziel der Erfindung ist es, aus Rindertalg spezifische Glyceridmischungen herzustellen, von denen jede ausgeprägte thermische Eigenschaften und eigene spezifische Anwendbarkeiten aufweisen und die man zu Nahrungsmitteln verarbeiten oder einer Vielzahl von Nahrungsmitteln zugeben kann.

Obwohl gegenwärtig nur Produkte, die aus essbarem Talg hergestellt wurden, für den menschlichen Konsum verwendet werden können, ist das Verfahren der Erfindung sowohl für nicht essbaren Talg wie für essbaren Talg anwendbar.

Zum Stand der Technik wird US-PS 3 944 585 genannt, in welcher beschrieben wird, dass Talg durch eine diskontinuierliche Vielstufen-Kristallisation in fünf Fraktionen aufgeteilt werden kann. Jede der vier Kristallisationen, die erforderlich sind, um fünf Fraktionen zu erhalten, benötigt 16 bis 20 Stunden.

Die vorliegende Erfindung ermöglicht nun ein kontinuierliches Verfahren zum Fraktionieren von Talg in drei unterschiedliche Fraktionen zur Verfügung zu stellen.

Die erfindungsgemässen Verfahren sind in den Ansprüchen 1 und 8 definiert.

Erfindungsgemäss wird Talg in drei verschiedene Fraktionen aufgeteilt, nämlich in ein flüssiges Öl (Fraktion Nr. 1), in einen harten, hochschmelzbaren Feststoff (Fraktion Nr. 2) und in einen plastischen Feststoff, dessen physikalische und thermische Eigenschaften denen von Kakaobutter ähneln (Fraktion Nr. 3), wobei man eine von zwei möglichen Kristallisationsausführungen anwenden kann. Bei beiden Ausführungsarten wird Talg in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst, die Lösung wird einem oder mehreren Kristallisatoren zugeführt und dort in einem vorgewählten konstanten Kristallisationstemperaturbereich zirkuliert, und die Lösung wird dann filtriert, um, in Abhängigkeit vom Temperaturbereich, einen harten, hochschmelzenden Feststoff oder eine Kombination aus einem harten, hochschmelzenden Feststoff und einem plastischen Feststoff mit physikalischen und thermischen Eigenschaften ähnlich von Kakaobutter zu erhalten. 40 Bei der ersten Ausführungsform erhält man ein Produkt, das ein harter, hochschmelzender Feststoff ist (Fraktion 2). Das Filtrat aus der Kristallisation des harten, hochschmelzenden Feststoffes wird durch den Kristallisor in einem vorgewählten konstanten Kristallisationstemperaturbereich 45 zirkuliert, wobei man einen plastischen Feststoff erhält, dessen physikalische und thermische Eigenschaften denen von Kakaobutter ähneln (Fraktion 3), und das Lösungsmittel wird aus dem Filtrat der letzteren Kristallisation entfernt, wobei man ein flüssiges Öl (Fraktion 1) erhält.

Nach der zweiten Ausführungsform ist der Niederschlag aus der ersten Kristallisation eine Kombination aus einem harten, hochschmelzenden Feststoff und aus einem plastischen Feststoff, dessen physikalische und thermische Eigenschaften ähnlich denjenigen von Kakaobutter sind. Das 65 Lösungsmittel wird von dem Filtrat der Kristallisation des vereinten Produktes entfernt, wobei man ein flüssiges Öl (Fraktion Nr. 1) erhält. Die vereinten Niederschläge werden in einem geeigneten Lösungsmittel wieder gelöst, die Lösung

wird einem oder mehreren Kristallisatoren zugeführt und in einem vorgewählten konstanten Kristallisationstemperaturbereich zirkuliert, wobei ein harter, hochschmelzender Feststoff (Fraktion Nr. 2) kristallisiert. Das Lösungsmittel wird von Filtrat dieser zweiten Kristallisation entfernt, wobei man einen plastischen Feststoff erhält, dessen physikalische und thermische Eigenschaften ähnlich denen von Kakaobutter sind (Fraktion 3).

Bei beiden Verfahren werden Vorrichtungen angewendet, um das in Lösung befindliche Talg kontinuierlich einem Kristallisationsverfahren zuzuführen, um das kristallisierte Produkt kontinuierlich zu entfernen, und um die nominale Verweilzeit oder Lösung in dem Kristallisationsverfahren bei einer vorher ausgewählten konstanten Kristallisationstemperatur zu begrenzen. Obwohl bevorzugt wird die nominale Verweilzeit einer Lösung in dem Kristallisationsverfahren auf 10 Min. oder weniger zu begrenzen, kann die nominale Verweilzeit auch länger sein, wenn man dies wünscht oder wenn dies geeigneter erscheint.

Die Zeichnung stellt eine schematische Ansicht einer Vorrichtung, die für die vorliegende Erfindung verwendet werden kann, dar.

Im allgemeinen wird gemäß der Erfindung Rindertalg in genau definierte Fraktionen aufgeteilt, von denen jede ihre eigenen Fettsäure- und Glyceridzusammensetzungen aufweist, und jede ihre eigenen thermischen Eigenschaften hat, und wobei die Aufteilung durch eine genaue Vielstufen-Kristallisation erfolgt.

Bisher hätte man die physikalischen und chemischen Eigenschaften dieser Fraktionen mittels ihres Schmelzpunktes, des Fest-Fett-Index und der Jodzahl bestimmt. Diese klassischen analytischen Bewertungen geben aber nur wenig spezifische Informationen über die komplexe chemische Natur der Glyceridkomponente oder das multikristalline Verhalten dieser Stoffe. Um Glyceridmischungen mit spezifischen physikalischen Eigenschaften herzustellen, und um jede Mischung so zu beschreiben, dass die Beschreibung sich auch auf die chemischen Zusammensetzungen und das physikalische Verhalten bezieht, werden hier modernere und ausgeprägtere Techniken der Thermoanalyse angewendet.

Thermische Energie wird während einer physikalischen oder chemischen Änderung in einer Probe absorbiert oder abgegeben. Differential-Abtast-Kalorimetrie (DSC) stellt eine Anwendung einer Thermalanalyse dar, bei welcher diese physikalischen oder chemischen Änderungen direkt als Energieeinheiten gemessen werden. Aus dem thermischen Profil kann die relative Reinheit einer kristallinen Verbindung und deren Schmelzpunkt, die Fusionswärme, die spezifische Wärme und im Falle von fettartigen Materialien die polymorphe Form oder Formen bestimmt werden. Glyceride weisen gemeinsam mit nahezu allen langkettigen Verbindungen das Phänomen der Polymorphie, d.h. der Fähigkeit, in mehr als einer kristallinen Form zu existieren, auf. Polymorphie wird häufig bei natürlichen Fetten beobachtet, wenn diese eine verhältnismässig einfache Zusammensetzung haben und aus einigen vorherrschenden Glyceriden bestehen. Glyceride können in wenigstens drei oder mehr polymorphen Formen vorkommen. Die Beta ist die höchst schmelzende und stabilste Form, Beta prime ist eine Zwischenverbindung und Alpha ist die am niedrigsten schmelzende Form des kristallinen Fetts.

Es ist wesentlich, die polymorphen Veränderungen zu verstehen, um solche Fette, die bestimmte physikalische Erscheinungsformen während ihrer Herstellung und Lagerung beibehalten sollen, richtig zu vermischen und wärmezubehan-

deln. Die polymorphe Form der Triglyzeride bestimmt deren Konsistenz, Plastizität, Körnigkeit und andere physikalische Eigenschaften. Kakaobutter ist ein besonders gutes Beispiel für ein sehr polymorphes Fett. Sie ist leicht durch Temperaturbehandlung in die stabile Beta-Kristallform zu bringen und eine Fettfraktion, die als Ersatz für Kakaobutter geeignet sein soll, muss ähnliche thermische Eigenschaften aufweisen.

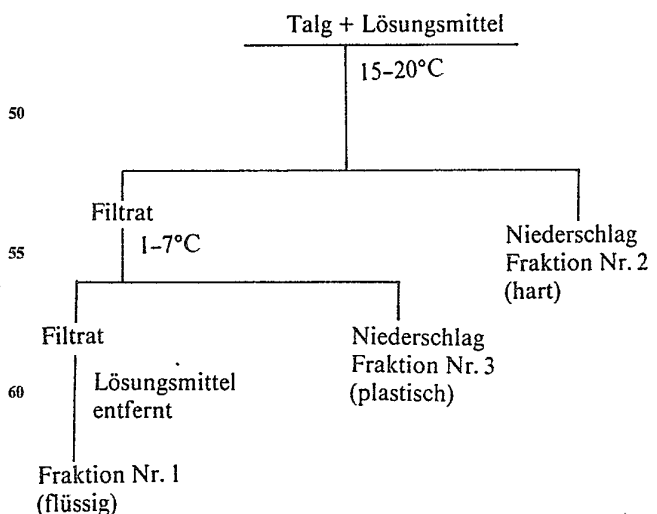
Unter Anwendung dieser leistungsfähigen Verfahrensweise hat man für jede Fraktion oder für jedes Produkt ein thermisches Profil erhalten, welches die thermischen Eigenschaften der Fraktionen bestimmt und ein Zusammensetzungsprofil, welches die Glyceridkomponente definiert.

Die Erfindung unterscheidet sich von anderen Lösungskristallisationsverfahren, weil sie in spezieller Weise bestimmt ist, aus Rindertalg spezifische einzelne Glyceridmischungen herzustellen, von denen jede ihre eigenen unterschiedlichen thermischen Eigenschaften und ihre eigenen unterschiedlichen Glyceridzusammensetzungen aufweist. Die Neuheit und die Vorteile der Erfindung über bekannte Fraktionierungs- und Kristallisationsverfahren lässt sich leicht durch einen Direktvergleich des Standes der Technik zum Fraktionieren und Kristallisieren von Rindertalg zeigen. Arbeitet man beispielsweise genau nach dem Verfahren, das in den Beispielen 2 und 4 der US-PS 2 975 062 beschrieben wird, so werden Produkte bzw. Fraktionen erhalten, die vollständig verschiedene Glyceridzusammensetzungen und DSC-Thermoprofile aufweisen als die Produkte gemäß der vorliegenden Erfindung. Das heisst, die Produkte waren vollständig anders als die erfindungsgemässen und für die beabsichtigten Verwendungszwecke vollständig ungeeignet. Darüber hinaus wird erfindungsgemäss die gesamte Menge des Talgs zur Herstellung von brauchbaren Produkten, basierend auf der Glyceridzusammensetzung und dem Thermoprofil, verwendet.

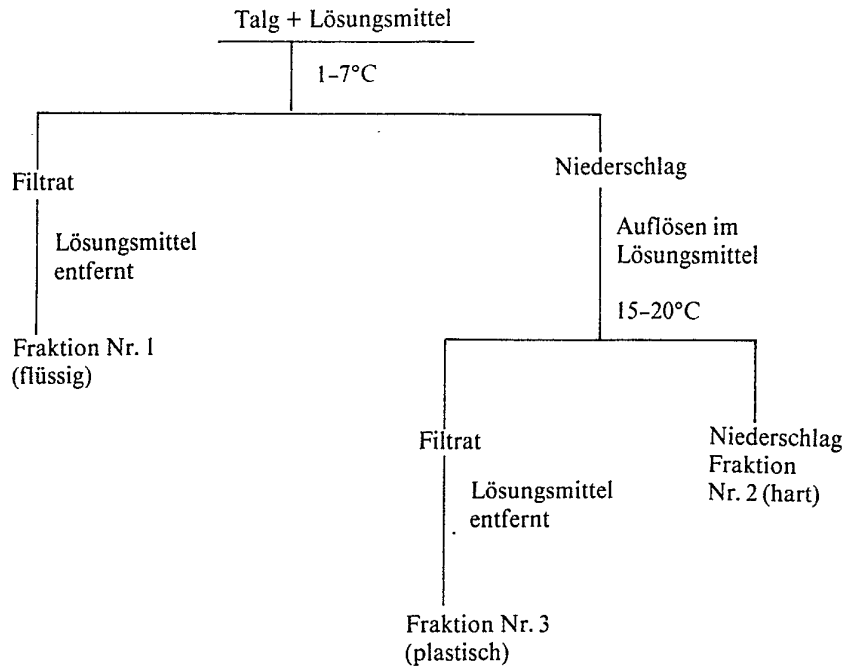
Bei dem ersten wie auch bei dem zweiten Verfahren kann eine Vielzahl von Lösungsmitteln verwendet werden. So sind beispielsweise Kohlenwasserstofflösungsmittel oder Ketone geeignet und insbesondere Petroläther, C₃-C₇-Ketone, beispielsweise Aceton, Methyläthylketon und Methylisobutylketon.

Es folgt eine schematische Darstellung des bevorzugten Temperaturbereiches für die Kristallisation bei den beiden Verfahren:

1. Verfahren:



2. Verfahren:



Die Wirksamkeit des erfindungsgemässen Verfahrens, die Eigenschaften der erhaltenen Fraktionen für einen typischen Ansatz werden in Tabelle I gezeigt:

Tabelle I

Fraktionen	Ausbeute %	Art der Fraktion	Hauptglyzeridart
1	65	flüssig	monogesättigt Nr. 4, Nr. 5 tri-ungesättigt Nr. 6
2	20	fest(kristallin)	trigesättigt Nr. 1
3	15	fest(plastisch)	digesättigt Nr. 2, Nr. 3

Aus der Vielzahl von Glyzeriden aus Rindertalg mit den vorerwähnten Kombinationen von gesättigten-ungesättigten Säuren werden die Typen 1, 2, 3, 4, 5 und 6, also spezifische Glyzeride, je nach ihrer Verhaltungsweise in Lösungsmitteln wie Aceton bei verschiedenen Temperaturen getrennt. Diese Fraktionen weisen physikalische Eigenschaften auf, die erheblich von denen des ursprünglichen Talgs verschieden sind, aber sie sind immer noch eine komplexe Mischung aus Glyzeriden. Beschreibt man diese Fraktionen nach der Hauptglyzeridart, so bedeutet dies nicht, dass nur dieser eine Typ als Glyzerid vorliegt, und alle anderen in den anderen Fraktionen vorliegen. Im Gegenteil heisst dies, dass die Zusammensetzung der Fraktion, die durch die Hauptglyzeridart angegeben wird, geringere Mengen von wenigstens einem zusätzlichen Glyzeridtyp einschliesst.

Als flüssiges Fett kann die Fraktion 1 als Ausgangsmaterial zur Herstellung von Salatöl verwendet werden. Die feste Fraktion 2 ähnelt hydrierten Stearinen hinsichtlich der Schmelzeigenschaften und ist deshalb geeignet für ein härteres Fett in Hartfett- und Margarinezusammensetzungen, in denen es die Plastizität regeln kann und den plastischen Bereich erhöhen kann, ohne dass eine Hydrierung nötig ist. Die plastische Fraktion 3 ist halbfest und ähnelt in ihrer Zusammensetzung und ihren Eigenschaften sehr stark Kakaobutter.

Um einen essbaren Talg herzustellen, wird dieser in einen Kessel oder in einen anderen Behälter gegeben zusammen mit etwa der zehnfachen Menge seines Gewichtes an einem

geeigneten Lösungsmittel. Die Mischung wird erhitzt, bis der innere Druck etwa 0,35 kg/cm² Überdruck beträgt und wird gerührt, bis eine vollständige Vermischung vorliegt und der Talg vollständig gelöst ist. Der aufgelöste Talg wird dann nach einem der beiden Kristallisationsverfahren behandelt.

Beim ersten Verfahren wird die Lösung in ein System eingegeben, welches eine Zentrifugal- oder eine andere geeignete Pumpe und ein oder mehrere Kristallisatoren enthält. Für die Zwecke der Erfindung wurden in den Beispielen 1 bis 4 Hüllen- und Röhren-Wärmeaustauscher als Kristallisatoren verwendet. Wärmeaustauscher mit geriffelter Oberfläche wurden als Kristallisatoren in allen anderen Beispielen verwendet. Die Temperatur wird in den Kristallisatoren mittels eines an den äusseren Oberflächen umlaufenden Kühlmittels geregelt. Wenn die Temperatur in dem System etwa 15 bis 20°C erreicht hat, wird der umlaufende Lösungsmittelstrom so aufgeteilt, dass ein Teil einem Filter zugeführt wird, während der Rest im Kreislauf läuft. In dem Masse, wie Material aus dem System durch das Filter abgezogen wird, wird frische Lösung in das System aus dem Zuführungskessel eingeleitet. Der Fluss des Kühlmittels in den Kristallisatoren wird so eingestellt, dass der Lösungsmittelstrom bei etwa 15 bis 20°C gehalten wird. Auf dem Filter wird eine harte, hochschmelzende Feststoff-Fraktion Nr. 2 gesammelt. Der Druck auf dem Filter beträgt hierbei weniger als etwa 1,75 kg/cm² Überdruck. Wenn die gesamte Lösung in das System eingeführt wurde, und eine vorbestimmte Menge an Filtrat gesammelt wurde, wird der Auslass des Lösungsmittelzuführungskessels geschlossen, und ein Waschkessel, der Lösungsmittel enthält, wird an das System angeschlossen. Das Lösungsmittel, beispielsweise Aceton, wird auf etwa die gleiche Temperatur wie das Verfahrenssystem gekühlt. Die Filterkuchen wird gewaschen, bis eine vorbestimmte Menge an Waschlösung gesammelt wurde. Die Waschlösung, die getrennt vom Filtrat gesammelt wird, wird verdampft, um das Lösungsmittel wiederzugewinnen. Das Filtrat wird dann in den das jetzt leere und gekühlte Zuführungsgefäss gegeben. Das Filtrat wird dann in das System gegeben und der kontinuierliche Zuführungs-/Abzieh-Prozess, wie er vorher beschrieben wurde, wird wiederholt mit der Ausnahme, dass der Verfahrensstrom auf etwa 1 bis 7°C gehalten wird. Dabei wird auf dem Filter als Fraktion Nr. 3 ein plastischer Feststoff

gewonnen, der physikalische und thermische Eigenschaften aufweist, die ähnlich von Kakaobutter sind. Der Niederschlag wird, wie vorher angegeben, gewaschen. Man erhält ein flüssiges Öl (Fraktion Nr. 1), wenn man das Lösungsmittel vom Filtrat abtrennt.

Die zweite Verfahrensweise ist die gleiche wie die erste mit der Ausnahme, dass die Kristallisationen in umgekehrter Reihenfolge durchgeführt werden. Die erste Kristallisation wird bei etwa 1 bis 7°C durchgeführt, wobei man als Niederschlag eine Kombination aus einem harten, hochschmelzenden Feststoff und einem plastischen Feststoff, dessen physikalische und thermische Eigenschaften ähnlich der von Kakaobutter sind, erhält. Der Filterkuchen wird, wie vorher angegeben, gewaschen, gesammelt und in das leere Zuführungsgefäß mit einem Lösungsmittelvolumen gegeben, das gleich dem Öl enthaltenden Filtrat ist. Nachdem der Filterkuchen im Lösungsmittel aufgelöst wurde, wird er dem System zugeführt und kontinuierlich bei etwa 15 bis 20°C kristallisiert. Aus dem Filtrat wird ein harter, hochschmelzender Feststoff (Fraktion Nr. 2) als Niederschlag und ein plastischer Feststoff (Fraktion Nr. 3), dessen physikalische und thermische Eigenschaften ähnlich der von Kakaobutter sind, gewonnen.

Die Produkte bei beiden Verfahren sind die gleichen und werden in der Reihenfolge von abnehmenden Ausbeuten beschrieben:

Fraktion Nr. 1: Ein Öl, bei Raumtemperatur (etwa 21°C) flüssig und beim Gefrieren fest. Das Öl wird in einer Menge von 65 ± 5 Gew.-% des Ausgangsmaterials gewonnen.

Nr. 2: Ein weißer, harter, hochschmelzender Feststoff, der bei etwa 50°C schmilzt. Diese Fraktion wird in einer Menge von etwa 20 ± 10 Gew.-% des Ausgangsmaterials gewonnen.

Nr. 3: Ein weißes bis schwachgelbes plastisches Fett, das fest bei oder unterhalb 21°C ist, und das scharf bei etwa Körpertemperatur (37°C) schmilzt. Diese Fraktion hat physikalische und thermische Eigenschaften, die ähnlich denen von Kakaobutter sind, und es kann als Ersatz- oder Streckmittel für Kakaobutter verwendet werden. Diese Fraktion wird in einer Menge von 5 bis 30 Gew.-% des Ausgangsmaterials gewonnen.

Die Erfindung wird in den folgenden Beispielen unter Bezugnahme auf die Figur beschrieben. Die Beispiele 1, 2, 5, 6 und 7 wurden nach dem Verfahren Nr. 1 durchgeführt, während Beispiele 3 und 4 nach dem Verfahren Nr. 2 durchgeführt wurden.

Beispiel 1

2837 g eines essbaren Talgs wurden in ein 75 l fassendes, ummanteltes, mit Glas ausgekleidetes Kessel 2 gegeben, der oben mit einem Sichtglas, einem Thermopaar und einem Anker-Typ-Rührer ausgerüstet war. Zum Auflösen des Talgs wurde Aceton zugegeben, so dass man eine Lösung aus 8,7 Gew.-Teilen Aceton und 1 Gew.-Teil Talg erhielt. Die Lösung wurde in das System aus dem Kessel 2 durch die Leitung 14 eingeführt und mittels einer Zentrifugalpumpe 6 durch die Kristallisatoren 8 und 10 umlaufen gelassen. Das Kühlmedium wurde durch die äussere Wandung der Kristallisatoren 8 und 10 und des Filters 12 geleitet. Wenn die umlaufende Lösung in dem System eine konstante Temperatur von etwa 19°C erreicht hatte, wurde die Lösung an der Verbindungsstelle 16 aufgeteilt, so dass ein Teil der Lösung zum Filter 12

zugeführt wurde und ein Teil der Lösung im Kristallisationssystem umlief. Nachdem ein Teil der Lösung durch das Filter 12 entfernt worden war, wurde frische Lösung aus dem Kessel 2 dem System zugeführt. Die konstante Temperatur der Zirkulationslösung von etwa 19°C wurde aufrechterhalten, bis die gesamte Lösung dem System zugeführt war, und alles kristallisiert und filtriert war. Der Filterkuchen wurde mit Aceton aus dem Kessel 4 gewaschen. Die Ausbeute an dem ersten Niederschlag, dem harten, hochschmelzenden Feststoff betrug etwa 25% der ursprünglichen Talgmenge. Die Konzentration der ursprünglichen zugeführten Lösung war 10,3 Gew.-% Fett und der des Filterkuchens 7,5 bis 7,7 Gew.-%.

Das Filtrat, das nun etwa 12,1 Gew.-Teile Aceton und 1 Gew.-Teil unkristallisiertes Talg enthielt, und etwa 7,6 Gew.-% Fettkonzentration hatte, wurde in einen Kessel 2 überführt und dem Kristallisationssystem wie vorher angegeben, zugeführt, mit der Ausnahme, dass die konstante Temperatur jetzt 6 ± 1°C betrug. Nachdem das gesamte Filtrat dem System aus dem Kessel 2 zugeführt worden war, wurde Aceton als Waschlösungsmittel aus dem Kessel 4 zum Waschen des Filterkuchens gepumpt, der etwa 14% der ursprünglichen Talgmenge ausmachte. Dieser zweite Niederschlag ist das plastische Fett, das Kakaobutter ähnelt. Nach Temperieren bei 20°C wurden die thermischen Eigenschaften dieser Fraktion durch Differential-Abtast-Kalorimetrie gemessen und festgestellt, dass hier ein ausgezeichneter Ersatz für Kakaobutter vorlag. Das Lösungsmittel wurde vom Filtrat entfernt, wobei man die flüssige Ölfraktion in einer Menge von etwa 61% erhielt.

Beispiel 2

Essbarer Talg wurde in Aceton in einer Konzentration von 9,2 Gew.-% (9,84 Teile Aceton pro 1 Teil Talg) gelöst. Die Verfahrensweise vom Beispiel 1 wurde wiederholt. Die erste Kristallisation wurde bei einer konstanten Temperatur von etwa 19 ± 1°C durchgeführt und man sammelte die harte, hochschmelzende Fraktion (Ausbeute etwa 18%). Das Filtrat, dessen Konzentration etwa 7,3 bis 7,6 Gew.-% (etwa 12,2 Teile Aceton pro 1 Teil Lösungsmittel) betrug, wurde wie im Beispiel 1 beschrieben, bei einer konstanten Temperatur von etwa 6 ± 1°C kristallisiert. Nachdem die gesamte Talglösung dem System zugeführt und dort verarbeitet worden war, wurde Aceton in das System gegeben, um den auf dem Filter befindlichen Kuchen zu waschen. Der Niederschlag, dessen Ausbeute etwa 17% betrug, wurde bei 20°C temperiert und analysiert. DSC zeigte an, dass hier ein ausgezeichneter Ersatz für Kakaobutter vorlag. Das Lösungsmittel wurde vom Filtrat der zweiten Kristallisation entfernt, wobei man eine flüssige Ölfraktion in einer Ausbeute von etwa 65% erhielt.

Beispiel 3

2824 g essbarer Talg wurden in Aceton im Kessel 2 gelöst, wobei man eine Lösung aus 7,6 Gew.-Teile Aceton und 1 Gew.-Teil Talg bzw. eine Gewichtskonzentration von 11,7% erhielt. Die Arbeitsweise war im wesentlichen die gleiche wie in den Beispielen 1 und 2 mit der Ausnahme, dass die Reihenfolge der Kristallisationen umgekehrt war. Die erste Kristallisation wurde bei einer konstanten Temperatur von etwa 5°C durchgeführt. Der erste Niederschlag war eine Kombination aus der harten, hochschmelzenden Fraktion und der Fraktion, die Eigenschaften ähnlich von Kakaobutter hat. Die flüssige Ölfraktion wurde aus dem Filtrat gewonnen. Der verbleibende Niederschlag wurde in Aceton wieder aufgelöst, wobei man eine Lösung von etwa 30,1 Gew.-Teilen Aceton und etwa 1 Gew.-Teil des zu lösenden Stoffes erhielt, bzw. eine Gewichtskonzentration von 3,2%. Diese Lösung wurde durch

das System mit den Kristallisatoren 8 und 10 geleitet und bei einer konstanten Temperatur von etwa 19°C kristallisiert und dann durch das Filter 12 filtriert. Nachdem die gesamte Lösung aus dem Kessel 2 durch das System geschickt worden war, wurde der Niederschlag (die harte, hochschmelzende Fraktion) mit Aceton aus dem Kessel 4 gewaschen. Die plastische Fettfraktion wurde aus dem Filtrat gewonnen. Nach Tempern bei 20°C wurde die plastische Fettfraktion mittels DSC analysiert. Die Analyse zeigte an, dass diese Fraktion hervorragend als Ersatz für Kakaobutter geeignet war.

Beispiel 4

Essbarer Talg wurde in Aceton gelöst, wobei man eine Lösung aus 9,95 Gew.-Teilen Aceton und 1 Gew.-Teil Talg bzw. einer Gewichtskonzentration von 9,1% erhielt. Die Verarbeitung war die gleiche wie in Beispiel 3. Die erste Kristallisation wurde bei einer konstanten Temperatur von etwa 3 bis 6°C durchgeführt. Der Niederschlag aus der ersten Kristallisation wurde in Aceton wieder aufgelöst, wobei man eine Lösung aus etwa 30 Gew.-Teilen Aceton und 1 Gew.-Teil des zu lösenden Stoffes erhielt, bzw. einer Gewichtskonzentration von 3,7% und die Kristallisation wurde wie in den vorhergehenden Beispielen bei einer konstanten Temperatur von etwa 19°C durchgeführt. Nach dem Tempern der Fraktion aus dem plastischen Fett bei 20°C wurde mittels DSC festgestellt, dass man hier einen guten Ersatz für Kakaobutter hatte.

Beispiel 5

3318 g eines essbaren Talgs wurden in 33180 g Aceton im Kessel 2 aufgelöst und die Verfahrensweise wurde gemäss den Beispielen 1 und 2 durchgeführt. Die erste Kristallisation wurde durchgeführt, nachdem die Temperatur in den Kristallisatoren 8 und 10 konstant auf etwa 18°C eingestellt hatte. Zu diesem Zeitpunkt war die Temperatur im Verfahrensstrom im Filter 12 12°C. Die Ausbeute an Niederschlag, dem harten, hochschmelzenden Feststoff, betrug etwa 18,1%. Das Filtrat aus der ersten Kristallisation, dessen Konzentration 7,5% betrug, wurde in den Kessel 2 überführt und dort bei einer Temperatur behandelt, die bei etwa 6°C in den Kristallisatoren 8 und 10 lag. Die Temperatur des Verfahrensstroms im Filter 12 betrug zu dieser Zeit etwa 1°C. Der Niederschlag aus dieser Kristallisation, einem plastischen Fett, das Kakaobutter ähnelte, wurde bei 20°C getempert.

DSC zeigte an, dass das plastische Fett ein ausgezeichneter Kakaobutterersatz war. Die Ausbeute dieser Fraktion betrug etwa 13,7%. Das Lösungsmittel wurde vom Filtrat entfernt, wobei man eine Fraktion eines flüssigen Öls in einer Ausbeute von 68,1% erhielt.

Beispiel 6

3432 g eines essbaren Talgs wurden in 34320 g Aceton im Kessel 2 gelöst und das Verfahren im wesentlichen in gleicher Weise durchgeführt wie im Beispiel 5 mit der Ausnahme, dass die erste Kristallisation durchgeführt wurde, nachdem sich eine konstante Temperatur von etwa 16°C in den Kristallisatoren 8 und 10 eingestellt hatte. Die Temperatur des Filtrats aus dem Filter 12 betrug 16°C. Die Ausbeute an hartem, hochschmelzendem Feststoff betrug etwa 17,5%, die Filtratkonzentration betrug etwa 7,5%. Das Filtrat wurde wie in dem Beispiel 5, nachdem sich eine konstante Temperatur von etwa 3°C in den Kristallisatoren 8 und 10 eingestellt hatte, kristallisiert. Die Filtrattemperatur betrug etwa 4°C. Die Aus-

beute an einer Fraktion eines plastischen Fetts betrug etwa 19,8%. Nach Tempern bei etwa 20°C zeigte DSC an, dass die Fraktion aus dem plastischen Fett ein ausgezeichnetes Ersatzmittel für Kakaobutter war. Das Lösungsmittel wurde vom Filtrat (Konzentration 5,7%) entfernt, wobei man 62,6% einer Fraktion des flüssigen Öls erhielt.

Beispiel 7

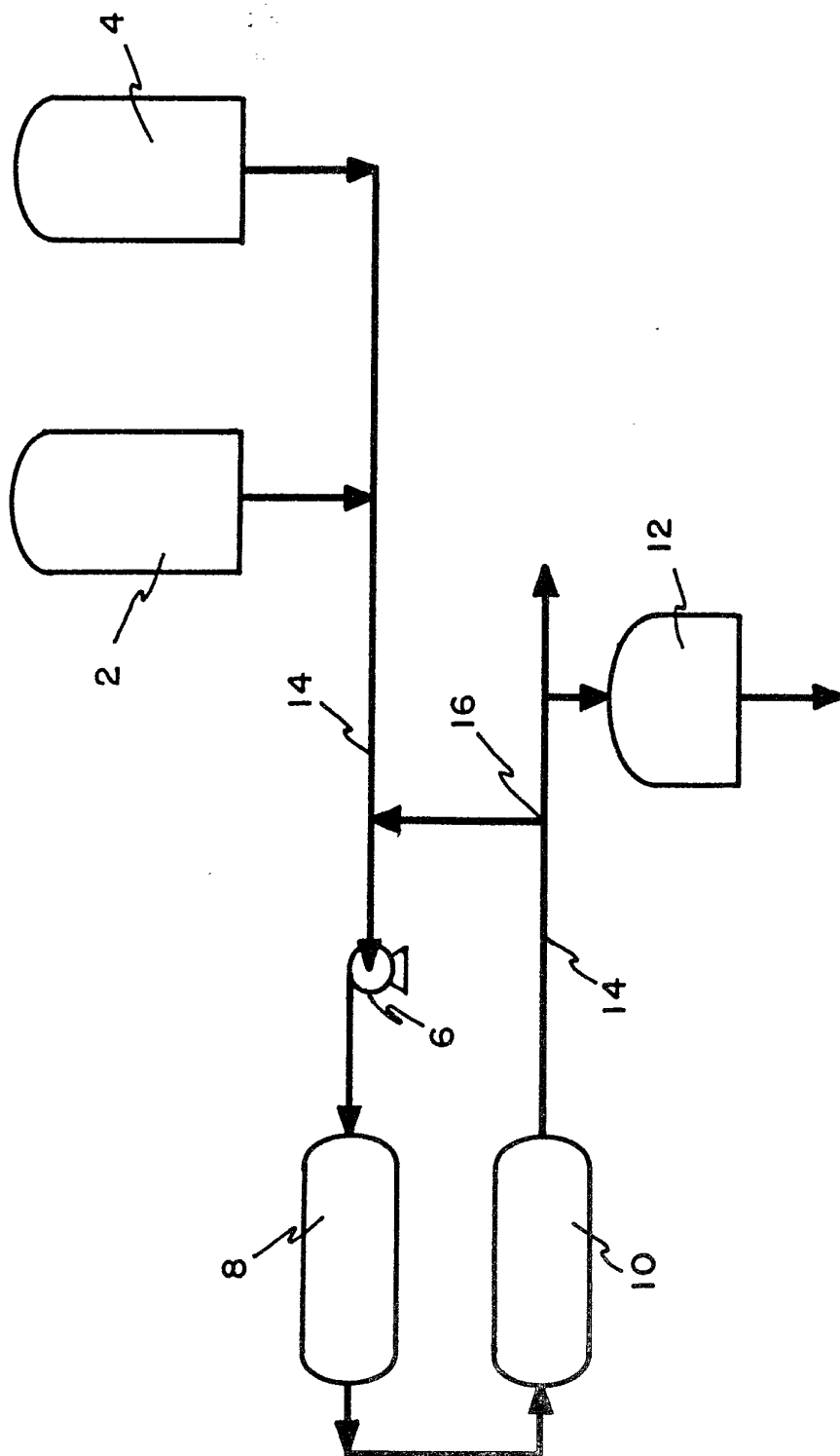
4566 g eines essbaren Talgs wurden in 45 660 g Aceton im Kessel 2 gelöst. Das Verfahren war im wesentlichen das gleiche wie im Beispiel 5. Die erste Kristallisation wurde durchgeführt, nachdem sich in den Kristallisatoren 8 und 10 eine konstante Temperatur von etwa 17°C eingestellt hatte.

Die Temperatur des Filtrats aus dem Filter 12 betrug 17°C. Die Ausbeute an hartem, hochschmelzendem Feststoff betrug 17,7%. Das Filtrat, dessen Konzentration etwa 7,9 bis 8,0% betrug, wurde in den Kessel 2 überführt und dort in den Kristallisatoren kristallisiert, nachdem sich eine konstante Temperatur von etwa 3°C eingestellt hatte. Die Temperatur des Filtrats aus dem Filter 12 betrug etwa 4°C. Die Ausbeute an plastischem Fett betrug 18,2%. Nach Tempern bei 20°C zeigte DSC an, dass das plastische Fett ein ausgezeichneter Kakaobutterersatz war. Das Filtrat aus der Kristallisation bei 3°C hatte eine Konzentration von etwa 6,1 bis 6,2%. Das Lösungsmittel wurde aus dem Filtrat entfernt, wobei man 64,1% einer Fraktion des flüssigen Öls erhielt.

Bei einer kontinuierlichen Verfahrensweise gemäss der Erfindung benötigt man lediglich zwei Kristallisatoren und erhält 3 Produkte, während man nach dem Verfahren US-PS 3 944 585 vier Kristallisationen benötigt, um fünf Produkte zu erhalten. Ausserdem weist die Fraktion des plastischen Fetts gemäss der Erfindung die gleichen physikalischen und thermischen Eigenschaften auf wie die der Fraktion 3 in US-PS 3 944 585. Durch DSC wird bei dem plastischen Fett gemäss der vorliegenden Erfindung gezeigt, dass dieses ein ausgezeichnetes Fett ist und als Kakaobutterersatz oder -streckmittel verwendet werden kann.

Der wesentliche Unterschied zwischen dem erfindungsgemässen Verfahren und dem der vorerwähnten US-Patentschrift ist die für das Verfahren benötigte Zeit. Bei dem bekannten Verfahren benötigt jede Kristallisation etwa 16 bis 20 Stunden, so dass man nahezu eine Woche benötigt, um das Verfahren vollständig durchzuführen. Beim erfindungsgemässen Verfahren beträgt die tatsächliche Kristallisationszeit eines jeden Anteils der Lösung bei konstant eingestellten Kristallisationstemperaturen 10 Min. oder weniger. Ein Fachmann, der das Verfahren der US-PS 3 944 585 kannte, würde nicht annehmen, dass ein derartiges schnelles und kontinuierliches Verfahren Fraktionen ergibt, welche so unterschiedliche Eigenschaften wie die drei Fraktionen gemäss der vorliegenden Erfindung haben. Insbesondere war nicht vorhersehbar, dass eine dieser Fraktionen ein plastisches Fett ist mit physikalischen und thermischen Eigenschaften, die Kakaobutter ähneln.

Obwohl in den Beispielen nur ein Lösungsmittel, nämlich Aceton verwendet wurde, können natürlich andere Lösungsmittel mit gleichem Erfolg verwendet werden. Da bei Verfahren, bei denen zu lösende Stoffe und Lösungsmittel vorkommen, die Löslichkeit von der Konzentration und der Temperatur abhängt, ist eine Vielzahl von Kombinationen aus Lösungsmitteln, Konzentrationen und Temperaturen beim erfindungsgemässen Verfahren möglich.

*Fig. 1*