

1232/93

57.223/ZE

**KÖZZÉTÉTELI-
PÉLDÁNY**

12710/93
NÖK CMB 5/01
HSD 4/01

67458

Zsiradékok kéntelenítése adszorpciós módszerekkel

W.R. Grace & Co.-Conn.

A bejelentés napja: 1993. 05. 04.

Elsőbbsége: 1992. 05. 05. (07/878,944)

Amerikai Egyesült Államok

K I V O N A T

A találmány tárgya eljárás kéntartalmú vegyületeknek
zsiradékokból történő eltávolítására.

Az eljárás értelmében

- a) választanak egy kéntartalmú vegyületeket tartalmazó
zsiradékot;
- b) választanak egy szilika-hidrogélt;
- c) az a) pont szerinti zsiradékot érintkezésbe
hozzák a b) pont szerinti szilika-hidrogéllal;
- d) hagyják, hogy a kén megkötődjék a szilika-hidrogél
felületén.

szil. adsz. Cg

1292/93

**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

12710

20862/93

S. T. G. & K.
Budapesti Nemzeti Könyvtár
Könyvtári Osztály
1051 Budapest, Fülöpzsolt 10.
Telefon: 145-3753, Fax: 142-3364

57.224/ZE

NSZC

CMB 3/00
A23 D 7/02

67458

Zsiradékok k ntelen t se adszorpci s m dszerekkel

W.R. Grace and Co.-Conn., NEW YORK, N.Y.

AMERIKAI EGYES LT  LLAMOK

Feltal l k: TOENEBOEHN, Gabriella, J., Columbia,
WELSH, William A., Highland,
Amerikai Egyes lt  llamok

A bejelent s napja: 1993. 05. 04.

Els bbs ge: 1992. 05. 05. (07/878,944)

Amerikai Egyes lt  llamok

A zsírsav-alapú anyagok (zsiradékok) - mint például glicerid-olajok, viasz-észterek, tejzsír és egyéb zsírsav-származékok - már régóta használatosak, mert sok ilyen anyag a természetes, állati vagy növényi eredetű (így például a növény-olajok, faggyú, tejzsír, halolaj).

Ezeket a zsiradékokat sok esetben közvetlenül, nyers állapotukban használják, de a modern kereskedelmi termékek rendszerint finomítási eljárásokkal készülnek. Ezek az eljárások az egészségügyi, felhasználási és esztétikai szempontokból nem kívánatos különféle szennyező anyagok eltávolítására szolgálnak.

A zsiradékok szennyező anyagként tartalmazhatnak színtestecskéket, mint pl. klorofill, foszfolipidek (foszfati-dok), nyomelemeket, szabad zsírsavakat (FFA), mézgákat, szappanokat és/vagy egyéb szennyezéseket. A szennyező anyagoknak ez a változatossága vezetett számos finomítási eljárás kifejlesztéséhez, köztük olyanokéhoz is, amelyek kémiai és vagy fizikai kezelési lépések különböző kombinációiból állnak. A tisztítási eljárások részletes áttekintése megtalálható a "Handbook for Soy Oil Processing and Utilization" című műben, szerkesztették David R. Erikson és munkatársai, ASA/AOCS Monograph, 1980.

A zsiradékok kéntis tartalmazhatnak, természetes kénvegyületek vagy a különböző feldolgozási és finomítási műveletekből származó szennyeződések formájában. Így például ismeretes, hogy egyes glicerid-olajok, nevezetesen a napraforgó-olaj és a repceolaj kis mennyiségű ként tartalmaznak episzulfi-

dok, izocianátok, tiocianátok, oxazolidintionok, szulfátok és kéntartalmú zsírsavak alakjában. Ezek az olajoldható kénvegyületek a növényi magvak feldolgozása során a kéntartalmú glukozinátokon végbemenő enzimes lebomlás termékei. Ugyancsak ismert, hogy a halolajok is tartalmaznak természetes kénvegyületeket. A kén nagyrésze a gyantátlanítási és a lúgos finomítási műveletek során eltávozik, de például a finomított napraforgó-olajok még mindig tartalmaznak 9 ppm (egymilliomodrész) vagy annál több ként.

A kénvegyületek esztétikai és finomítási problémákat is okoznak. További káros hatásuk, hogy hozzájárulnak az olajok vagy egyéb zsiradékok melegítéskor tapasztalható kellemetlen szagához. Ezen kívül ezek a kénvegyületek mérgezik a hidrogénezési katalizátorokat, aminek következtében növekszik a katalizátor-felhasználás (és ennek megfelelően az eltávolítandó hulladék mennyisége) vagy növekszik a hidrogénezés időtartama, s ezáltal csökken a termelékenység. Ez fontos gazdasági szempont, mert a növényolajok hidrogénezése hatalmas méretekben folyik. Ezen reakcióban az anyag viszkozitásának megváltoztatására a kettőskötések egy részét eltávolítják (például a napraforgóolaj átalakítása margarinná). Úgy találták, hogy a hagyományos finomítási vagy olajfeldolgozási módszerekkel a kéntartalom nem csökken olyan mértékben, hogy a hidrogénezési problémák elkerülhetők lennének. Sőt, az aktivált derítőfölddel végzett kezelés során a kéntartalom még növekedhet is.

Annak, hogy a kén mérgezi a hidrogénezési nikkel-katalizátort, egyik hatása, hogy a triglicerid kettőskötések izomerizációjára irányuló szelektivitás a természetben előfor-

duló cisz-izomertől a természetben nem található transz-izomer felé fordul. Ez a reakció feltehetően akkor megy végbe, mikor a triglicerid zsiradék megkötődik a katalizátoron, de mindaddig nem hidrogéneződik, míg nem deszorbeálódik. A transz-izomer megnövekedett aránya jellegzetesen megemeli az olvadáspontot, de egészségügyi hatása is van a természetesebb cisz-izomerhez képest.

A cisz- és transz-izomerek jelenlétét infravörös spektroszkópiával, a telítetlenség mértékét pedig NMR módszerekkel határozhatjuk meg. Így a cisz : transz arányt a kettőskötések azonos hidrogénezettségi szintjén számíthatjuk és vethetjük össze. Ha a katalizátor kevésbé mérgezett, akkor magasabb cisz/transz arányt tapasztalunk. Tehát ha az adszorptívként a hidrogénezés előtt eltávolítjuk, akkor csökken a transz-izomer aránya, tehát nagyobb lesz a cisz/transz arány, vagyis a természeteshez közelebb álló terméket kapunk.

F. Cho-Ah-Ying és munkatársai ["Adsorptiv Removal of Sulfur from Canola Oil", Fat. Sci. Technol., No. 4, pp. 132-5 (1991)] leírnak egy alumínium-oxidot, alumínium-szilikátot, kovasavat vagy TriSyl^R szilikagélt (Davison Division, W. R. Grace & Co.-Conn.) és derítőföldeket alkalmazó vizsgálatot a kén fizikai adszorpciójának meghatározására. Megállapításaik között szerepel, hogy az aktiválatlan TriSyl^R szilikagélhez viszonyítva az aktivált (240°C-on 3 órán át szárított) adszorbens minden vizsgált koncentrációban nagyobb kapacitással adszorbeálta a Raney nikkel^Rként. Ezért Cho-Ah-Ying az összes további kísérlethez az aktivált szilikagél adszorbenst választotta. A cikkben leírják, hogy 2-4 % alumínium-oxid, alumíni-

um-szilikát, kovasav vagy TriSyl^R szilikagél hozzáadása (feltehetőleg aktiválatlan formában) nem javította tovább a kén eltávolítását.

Tehát a találmány tárgya fizikai adszorpciós eljárás kénnek zsiradékokból történő eltávolítására. Úgy találtuk, hogy az amorf szilika-hidrogélek kitűnő készséget mutatnak a kéntartalmú glukozinátok enzimes lebomlási termékeinek adszorbeálására. A találmány szerinti eljárás az alábbi lépésekből áll:

- a) választunk egy kénvegyületeket tartalmazó zsiradékokot;
- b) választunk egy szilika-hidrogélt;
- c) az a) pont szerinti zsiradékokat érintkezésbe hozzuk a b) pont szerinti szilika-hidrogéllal; és
- d) hagyjuk, hogy a kén megkötődjék a szilika-hidrogélen.

Ezt azután követheti egy szárítási lépés, majd pedig a szilika-hidrogél elválasztása a kéntelenített zsiradéktól.

A találmány további tárgya eljárás zsiradékok katalitikus hidrogénezési idejének csökkentésére, melynek során a zsiradékokat a hidrogénezés előtt szilika-hidrogéllal hozzuk érintkezésbe, hogy csökkentsük a benne jelenlévő kéntartalmú vegyületek mennyiségét.

A találmány további tárgya javított minőségű, megnövelt cisz/transz olefin izomer-arányú hidrogénezett zsiradék. A kénmegkötési eljárás csökkenti a cisz-vegyületeknek transz-vegyületekké történő átizomerizálódását, ami a hidrogénezési katalizátor mérgezésének következtében megy végbe.

A találmány szerinti eljárásban használt szilika-

-hidrogél előnyösen legalább 25 t% illóanyagot tartalmaz. Egy másik megvalósításban a szilika-hidrogélt szerves vagy szervetlen savval vagy savanyú sóval kezeljük.

A találmány tárgya tágabb értelemben eljárás bármely, kénvegyületeket tartalmazó zsiradék kezelésére, melynek során a zsiradékot a kéntartalmú vegyületek eltávolítására egy szilika-hidrogéllal hozzuk érintkezésbe. Közelebbről: a szilika-hidrogéleket hatásosnak találtuk a kéntartalmú glukozinátok enzimmes lebomlási vagy hidrolizálási termékeinek adszorbeálásában. E vegyületeknek a zsiradékból történő eltávolítása javítja a zsiradék minőségét, mert a kéntartalmú vegyületek hevítéskor kellemetlen szagúak. Számottevő gazdasági előnyök is realizálhatók a hidrogénezési katalizátorokat, különösen a nikkel-katalizátorokat mérgező kénvegyületek eltávolításával. A művelet eredményeként a reakcióidő vagy a katalizátorból felhasznált mennyiség csökkenése révén javul a hidrogénezési művelet minősége.

Mint mondtuk, zsiradékként használhatunk gliceridolajokat, viasz-észtereket, tejzsírt vagy egyéb zsírsav-származékokat. A találmánynak várhatóan különös jelentősége lesz a napraforgó- és a repceolaj feldogozásában, valamint a nedves őrlésből származó kukoricaolaj és a halolajok feldogozásában, amelyek támadó jellegű kénvegyületeket tartalmaznak. De a találmány szerinti eljárás használható bármely, kéntartalmú vegyületeket — így episzulfidokat, izotiocianátokat, tiocianátokat, oxazolidintionokat vagy kéntartalmú aminosavakat — tartalmazó zsiradékhoz. Az izotiocianátok bomlástermékei (hidrogén-szulfid és egyéb szulfidok) melyek különösen hatásos ka-

talizátormérgek, ugyancsak a kéntartalmú bomlástermékeknek közé számítandók.

A kukoricaolaj is tartalmaz kénvegyületeket, bár ezek más forrásból származnak. A természetes kénvegyületek a talajból tápanyagként adszorbeálhatók és megemészthetők. Ezen kívül a nedves őrlés során tartósítószerként kén-dioxidot alkalmazunk, az így kapott kukoricaolaj ezért körülbelül 20-30 ppm ként tartalmaz. A kén-dioxid a ciszteinnel és a cisztinnel reagálva nyomnyi mennyiségben jelenlévő kéntartalmú proteinek képez az olajban. A halolajok - így például a makrélaolaj - természetes kénvegyületeket tartalmaznak. Más zsiradékok tartalmazhatnak vagy szennyeződhetnek kénvegyületekkel, amelyek a találmány szerinti eljárással eltávolíthatók.

A zsiradék a finomítási folyamat bármely alkalmas lépésében vagy fázisában kezelhető a találmány szerinti eljárással. A kezelést előnyösen a hidrogénezés előtt alkalmazzuk, hogy annak a hidrogénezésre gyakorolt előnyös hatásait a lehető legnagyobb mértékben kiaknázzuk.

A találmány szerinti eljárásban a kén eltávolítására adszorbensként szilika-hidrogélt használunk. Azt találtuk, hogy az amorf szilika-hidrogéleknek bizonyos affinitásuk van a fent ismertetett kénvegyületekhez, és nagyon hatékonyan alkalmazhatók ezen vegyületeknek zsírokból adszorpciós úton történő eltávolítására. Ez meglepő felfedezés, hiszen Cho-Ah-Ying a fent idézett cikkben azt írta, hogy ecélra aktivált (szárított) szilikagélek használhatók előnyösen.

A találmány szerinti eljárásban olyan szilika-hidrogéleket alkalmazunk, melyekben az adszorbens szilika-

hidrogél részének összes illóanyagtartalma (IV) legalább 25 t%, előnyösen legalább 40 t%, még előnyösebben legalább 65 t%. Az adszorbenst alkalmazhatjuk egyéb kompozíciókkal együtt, melyek a zsiradékkal és szennyezéseivel szemben lehetnek inertek, vagy pedig acélból vannak jelen, hogy a zsiradékból egy vagy több egyéb (vagyis a kéntartalmú vegyületektől eltérő) szennyezést eltávolítsanak. Például a szilika-hidrogélt használhatjuk derítőfölddel együtt a nyomnyi mennyiségben jelenlévő fémek és/vagy színtestecskék eltávolítására.

A szilika-hidrogél részecskemérete a találmány szempontjából nem döntő fontosságú, de az üzemi körülményeknek megfelelően kell megválasztani. Előnyösen legfeljebb 250 mikron körüli részecskeméretet alkalmazunk, de ez nem feltétlenül szükséges.

Általában a 3 mikronnál kisebb részecskeméret kerülendő, mert problémákat okozhat a szűrésnél. Az ultra-nagy (>250 mikron) részecskék a diffúziós ellenállás következtében adszorpciós problémákat okozhatnak. Az adszorbenst a kezelendő olaj tömegére számítva előnyösen 0,05 - 5 t%, még előnyösebben 0,1 - 4,0 t%, a legelőnyösebben 0,1 - 2,0 t% arányban alkalmazzuk.

A találmány szerinti eljáráshoz használt szilikagél tisztasága a foszfolipidek adszorpciója szempontjából nem kritikus tényező. De ha a végterméket élelmiszer minőségű olajnak szánjuk, akkor ügyelni kell arra, hogy az alkalmazott szilikagél ne tartalmazzon kioldható szennyezéseket, melyek a termék(ek) tisztaságát rontanák. Ezért előnyösen lényegében tiszta amorf szilikagélt alkalmazunk, amely csak kis mennyiségű,

tehát legfeljebb 20 %, előnyösen legfeljebb 10 % egyéb szervetlen komponenst tartalmaz. Például az alkalmas szilikagélek tartalmazhatnak vasat vas(III)-oxid, alumíniumot alumínium-oxid, titánt titán-dioxid, kalciumot kalcium-oxid, nátriumot nátrium-oxid, cirkóniumot cirkónium-oxid alakjában és/vagy nyomelemeket.

A találmány szerinti eljárásban a hagyományos amorfszilika-hidrogélek mellett savval kezelt hidrogégeket is használhatunk adszorbensként. Kívánt esetben a közönséges és a savkezelt hidrogégeket keverten is alkalmazhatjuk. A savkezelt hidrogégeket úgy állíthatjuk elő, hogy egy szilika-hidrogélt szerves vagy szervetlen savval vagy savanyú sóval kezelünk, úgy, hogy a hidrogél pórusaiban sav maradjon vissza, mint például az USA 4,877,765 és az USA 4,949,115 számú szabadalmi leírás szerinti eljárásban. Ecélra szerves savként használhatunk például citromsavat vagy borkősavat, szervetlen savként például kénsavat, foszforsavat vagy sósavat. A savkezelt hidrogélt előállíthatjuk oly módon, hogy a szilika-hidrogélt savas oldatban szuszpendáljuk, vagy pedig bármely más alkalmas, a fenti USA szabadalmi leírásokban ismertetett módszerrel.

A találmány szerinti eljárást bármely olyan módszerrel végrehajthatjuk, amely megfelelő érintkezést biztosít a hidrogél és a zsiradék között annak előmozdítására, hogy a kén az adszorbens felületén megkötődjék. A kezelési technológia függ a finomító berendezés elrendezésétől, melynek megválasztása az átlagos szakember ismerteinek körébe tartozik. Az érintkezés történhet fürdőben vagy folyamatos feldolgozással, csak az a feltétel, hogy az adszorpció előmozdítására megfelelő mér-

tékű érintkezést tartunk fenn a hidrogél és a zsiradék között.

A zsiradék bármely alkalmas hőmérsékleten kezelhető, amelyen folyadék állapotban van jelen, előnyösen azonban 40-160, még előnyösebben 70-120°C közötti hőmérsékletre melegítjük. A találmány szerinti adszorpciót végezhetjük vákuumban vagy atmoszferikus nyomáson. A hőmérsékletet és a nyomást úgy kell megválasztani, hogy a zsiradékot óvjuk a károsodástól. Például atmoszferikus nyomáson, levegőnek kitéve előnyösen 70°C alatt dolgozunk, míg vákuum alkalmazása esetén a hőmérséklet a 260°C-ot is elérheti.

E kezelés után a szilika-hidrogélt eltávolítjuk a zsiradékból. A kén tartalmú adszorbenst előnyösen a zsiradék hidrogénezése előtt távolítjuk el. De az adszorbenst nem szükséges közvetlenül a zsiradékkal történő érintkezés után eltávolítani, adott esetben kényelmesebb lehet egyéb feldolgozási műveleteket is végrehajtani az adszorbens eltávolítása előtt. Például a zsiradékot érintkezésbe hozhatjuk egy további adszorbenssel a klorofill vagy egyéb szennyezések eltávolítására, és ezt követően a kénmegkötő és a klorofillt megkötő adszorbens egy lépésben eltávolítható.

Az elválasztáshoz bármely alkalmas módszert használhatunk. Talán a legcélszerűbb az adszorbensnek szűréssel való eltávolítása. Más módszerek, mint például centrifugálás vagy ülepítés elfogadhatók lehetnek a kén eltávolítása szempontjából, de előfordulhat, hogy a finomítási folyamat egészét tekintve kevésbé gazdaságosak.

A kénmentesített zsiradékot azután a kívánt módon használhatjuk vagy kezelhetjük tovább. Glicerid-olajoknál való-

színűleg a hidrogénezés lesz a leggyakoribb következő feldolgozási lépés. Azt már tudjuk, hogy a kéntartalmú vegyületeknek amorf szilika-hidrogélek felületén történő adszorpció útján végzett eltávolítása csökkenti a hidrogénezési időt, s ezáltal a katalizátorból felhasználandó mennyiséget. Továbbá a kéntartalmú vegyületek eltávolítása olyan hidrogénezési terméket eredményez, melyben rendkívül nagy, előnyösen 5,0-nél nagyobb az olefin izomerek cisz:transz aránya.

Az alábbi példák a találmány további illusztrálására szolgálnak, annak oltalmi körét nem befolyásolják.

1. Példa

(Kén eltávolítása)

Ehhez a példához szuper-mézgamentesített, 5,8 ppm összes kén tartalmazó napraforgóolajat használtunk. A kéntartalom meghatározását induktív kapcsolású plazma atomemissziós spektroszkópiával (ICP) végeztük. Szilika-hidrogél adszorbensként TriSyl^R (Davison Division, W. R. Grace & Co.-Conn.) szilika-hidrogélt alkalmaztunk. 1. számú kontroll-adszorbensként szárított szilika-hidrogélt (kemencében 200°C-on 2 órán át szárított TriSyl^R szilikagél), 2. számú kontroll-adszorbensként pedig egy kereskedelmi kiváló minőségű aktivált derítőföldet (ABE) használtunk.

Az adszorpciós kezelésekhez napraforgóból több 300 g-os adagot üveglombikban, 70°C-os vízfürdőn 20 percen át melegítettünk. Ezután hozzáadtuk az I. táblázaton feltüntetett adszorbens-mennyiségeket, és 1400/perc fordulatszámú keverőbe-

rendezéssel elkevertük az olajban. A lombikot áthelyezzük 100°C-os vízfürdőre, 8000 Pa vákuum alá, és 40 percig folyamatosan keverjük. Ezután levesszük a fürdőről, és 70°C alá hítjük, miközben a vákuumot fenntartjuk. Ezután a vákuumot megszüntetjük, és az adszorbenst leszűrjük az olajról.

Az I. táblázaton láthatók az egyes kezelt mintáknak az összes kéntartalomban kifejezett eredményei. A szárított szilikagél (1. kontroll-adszorbens) az irodalomban leírtaknak megfelelően csökkentette a kéntartalmat. Az ABE (2. kontroll-adszorbens) hatástalannak mutatkozott az összes kéntartalom csökkentésében. A szilika-hidrogél meglepő mértékben jobb teljesítményt nyújtott, mint ami az irodalmi adatok alapján várható volt, amint az az I. táblázat utolsó oszlopában látható. Ezen az alapon a szilika-hidrogél teljesítménye felülmúlta a szárított szilikagél kontrollét.

I. Táblázat

Felhasználás (t%)

Kezelés	Össz. illó (t%) ¹	Eredeti állapotban	Száraz- anyagra ²	Össz. kén (ppm)	Adszorbe- ált kén
adszorbens nélkül	—	—	—	5,8	—
1. kontroll	5,9	1,0	0,95	3,6	231
1. kontroll	5,9	3,0	2,85	2,0	133
2. kontroll	17,8	3,5	—	6,0	—
hidrogél	64,6	1,5	0,52	2,6	615
hidrogél	64,6	3,0	1,04	2,5	317

- 1 – Összes illóanyagtartalom a 955°C-os izzítással mért tömegvesztés alapján
2 – az adszorbens tömege a nedvességtartalomnak az 1. megjegyzés szerinti eltávolítása után
3 – ICP-vel mérve
4 – szárított szilícium-dioxidra számítva, mg/kg

2. Példa

(Hidrogénezés)

Az 1. példa szerinti adszorpciós kezelés után az olajból meghatározott mennyiségű mintákat ABE kezeléssel fehérítettünk, hogy a hidrogénezés előtti glicerid-olajra vonatkozó előírásoknak megfelelő kis foszfor- és klorofill-koncntrációt (általában < 1,0 ppm foszfor és < 0,05 ppm klorofill A) kapjunk. Az 1. példában a 2. kontroll-adszorbenssel kezelt olajokat itt nem kezeltük külön ABE-vel.

A kezelt olajmintákat azután keverővel felszerelt reaktor-tartályban, nem-szelektív körülmények között hidrogéneztük, a reakció előrehaladását a törésmutatónak folyamat közben, 40°C-on végzett mérésével követtük. A hidrogénezési kö-

rülmények a következők voltak:

- 180°C
- 2×10^5 Pa
- keverés 600 ford./perc
- 500 g-os olajminták az 1. példa mintáiból
összeöntve
- 0,01 t% Ni-AOCS Reference Catalyst N^o2*
- Végpont: törésmutató 40°C-on = 1,4616

Az 1,4616-os törésmutatóval jelzett végpontot úgy választottuk meg, hogy az körülbelül 80-as jódszámnak feleljen meg. A katalizátor viszonylagos hatékonyságának mérésére mértük a megadott törésmutató eléréséhez szükséges időt (ezzel közvetett módon azt mértük, hogy az adszorbenssel végzett kezeléssel mennyire sikerült megóvni a katalizátort a kénmérgezésről). Az eredményeket a II. táblázatban adjuk meg, ahol látható, hogy a találmány szerinti, szilika-hidrogél adszorbenssel végzett kezelés jelentős mértékben csökkenti a hidrogénezési időt, ami megfelel az I. példában látható kén tartalom-csökkenésnek.

a Ni-AOCS Reference Catalyst N^o2 beszerezhető az American Oil Chemists' Society-től, P.O. Box 3489, Champaign, Illinois 61826-3489.

2. Táblázat

Kezelés	Felhasználás eredeti állapotban (t%) ¹		A kezelt olaj adatai (ppm)			Hidrogénezési idő (perc)
	szilikagél	ABE	P	klorof.A	kén	
adszorbens nélkül	—	—	12	22	5,8	—
1.kontroll + ABE	1,0	2,50	<0,3	0,04	4,9	180
1.kontroll + ABE	3,0	1,75	<0,3	0,05	3,6	75
2.kontroll	—	3,50	<0,3	0,04	6,0	360
hidrogél + ABE	1,5	2,65	<0,3	0,06	4,0	90
hidrogél + ABE	3,0	1,90	<0,3	0,05	4,2	107

1 — ICP emissziós spektroszkópiával mérve

3. Példa

A 2. példában kapott olajokat hasonlítottunk össze hidrogénezés után cisz- és transz-izomer-tartalmuk szempontjából. Nicolet 205 FTIR (Fourier-transzformációs infravörös, 32 soros, 4 cm^{-1} feloldású, sólemezek között kapilláris filmmel) készülékkel minden mintára két vagy három adatot gyűjtöttünk. Az intenzitások csúcsértékeit egy meghatározott, korrigált alapvonalú spektrumtartományon belüli integrálással kaptuk. Az eredmények az alábbi III. táblázatban láthatók a transz- ($915\text{-}870\text{ cm}^{-1}$) és a cisz- ($750\text{-}700\text{ cm}^{-1}$) kettőskötések integrált sávjai közötti arány feltüntetésével. Az FTIR intenzitáscsúcsok számításának relatív pontosságát 10 %-ra becsüljük.

III. Táblázat

Kezelés	Felhasználás eredeti állapotban (t%) ¹		Cisz/transz arány
	szilikagél	ABE	
2. kontroll adszorbens	—	3,5	4,6
hidrogél+ABE	3,0	1,9	12,0

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás kéntartalmú vegyületeknek zsiradékokból történő eltávolítására, azzal jellemezve, hogy

- a) választunk egy kéntartalmú vegyületeket tartalmazó zsiradékot;
- b) választunk egy szilika-hidrogélt;
- c) az a) pont szerinti zsiradékot érintkezésbe hozzuk a b) pont szerinti szilika-hidrogéllal;
- d) hagyjuk, hogy a kén megkötődjék a szilika-hidrogél felületén.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy kiindulási anyagként glicerid-olajokat, viasz-étereket, tejzsírt, egyéb zsírsav-származékokat vagy ezek keverékeit alkalmazzuk.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy glicerid-olajként napraforgó- vagy repceolajat alkalmazunk.

4. A 3. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy glicerid-olajként mézgátlanított napraforgó- vagy repceolajat alkalmazunk.

5. A 3. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy glicerid-olajként lúgosan finomított napraforgó- vagy repceolajat alkalmazunk.

6. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy glicerid-olajként halolajat alkalmazunk.

7. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy glicerid-olajként kukoricaolajat alkalmazunk.

8. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy olyan zsiradékból indulunk ki, amely kéntartalmú vegyületként kéntartalmú glukozinátok enzimatis leomlásának termékeit tartalmazza.

9. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy olyan zsiradékból indulunk ki, amely kéntartalmú vegyületként a zsiradékok természetben előforduló komponenseit tartalmazza.

10. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy olyan zsiradékból indulunk ki, amely kéntartalmú vegyületként episzulfidokat, tiocianátokat, izotiocianátokat, szulfátokat, oxazolid-metionokat, kéntartalmú aminosavakat vagy ezek keverékeit tartalmazza.

11. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egy további, szárítási műveletet is alkalmazunk.

12. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a szilika-hidrogélt a továbbiakban elválasztjuk a kéntelenített zsiradéktól.

13. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy olyan szilika-hidrogélt alkalmazunk, amely legalább 25 t% illóanyagot tartalmaz.

14. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egy szerves vagy szervetlen savval vagy savanyú sóval előkezelt szilika-hidrogélt alkalmazunk.

15. Javított eljárás zsiradékok finomítására derítőföld alkalmazásával, mely műveleti lépésként tartalmazza a foszfolipidek eltávolítását, a fehéritést és szagtalanítást, azzal jellemezve, hogy a zsiradékot, amelyet az adott esetben jelenlévő foszfolipid- és klorofill-tartalomnak a kereskedelmiileg elfogadható szintre történő csökkentésére előzetesen derítőföld adszorbenssel kezeltünk, egy szilika-hidrogéllal hozzuk érintkezésbe a kén eltávolítására.

16. A 15. igénypont szerinti javított eljárás, azzal jellemezve, hogy kiindulási anyagként glicerid-olajokat, viasz-étereket, tejzsírt, egyéb zsírsav-származékokat vagy ezek keverékeit alkalmazzuk.

17. A 16. igénypont szerinti javított eljárás, azzal jellemezve, hogy glicerid-olajként napraforgó-, repce- vagy halolajat alkalmazunk.

18. A 15. igénypont szerinti javított eljárás, azzal jellemezve, hogy olyan szilika-hidrogélt alkalmazunk, amely

- 10 -

legalább 25 t% illóanyagot tartalmaz.

19. A 15. igénypont szerinti javított eljárás, azzal jellemezve, hogy egy szerves vagy szervetlen savval vagy savanyú sóval előkezelt szilika-hidrogélt alkalmazunk.

20. Eljárás zsírsavak nikkel katalizátorral végzett hidrogénezése során a reakcióidő csökkentésére, azzal jellemezve, hogy a zsiradékot a hidrogénezés előtt egy szilika-hidrogéllal hozzuk érintkezésbe.

21. Javított eljárás kéntartalmú vegyületeket tartalmazó zsiradék finomítására és hidrogénezésére, azzal jellemezve, hogy a zsiradékot a kénvegyületek eltávolítására a hidrogénezés előtt egy szilika-hidrogéllal hozzuk érintkezésbe.

22. 5,0-nél nagyobb cisz/transz izomer-arányú zsiradék, amelyet a kénvegyületek eltávolítására a hidrogénezés előtt egy szilika-hidrogéllal hoztak érintkezésbe.

22. 5,0-nél nagyobb

A meghatalmazott



Kovács Zsuzsanna
Szakmai Igazgató
az SZJA Értéktároló Kft. vezérigazgatója
Szakmai Igazgató
H-1031 Budapest, Mátyásföldi út 10.
Telefon: 153-3733, Fax: 153-3664