

(19) DANMARK



DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET



(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT** (11) 144735 B

- (21) Ansøgning nr. 56/77 (51) Int.Cl.³ C 11 B 7/00
(22) Indleveringsdag 7. jan. 1977
(24) Løbedag 7. jan. 1977
(41) Alm. tilgængelig 9. jul. 1977
(44) Fremlagt 24. maj 1982
(86) International ansøgning nr. -
(86) International indleveringsdag -
(85) Videreførelsesdag -
(62) Stamansøgning nr. -
(30) Prioritet 8. jan. 1976, 651/76, GB

(71) Ansøger UNILEVER NV, Rotterdam, NL.

(72) Opfinder Hendrikus Jacobus van den Berg, NL.

(74) Fuldmægtig Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

- (54) Fremgangsmåde til adskillelse
af komponenter med højere
smeltepunkt fra komponenter
med lavere smeltepunkt af et
fedtmateriale.

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til adskillelse af komponenter med højere smeltepunkt, dvs. faste partikler, fra komponenter med lavere smeltepunkt af et fedtmateriale, fortrinsvis fedtsyrer og deres estere og især fedtstoffer.

Adskillelse af fast partikelformet materiale fra et flydende fedtmateriale, hvori det er dispergeret, udføres under raffinerings- og fraktioneringsoperationer. Ved de sidstnævnte kan bestemte fedtsyrer eller glycerider i fedtstoffer eller glyceridolier udfældes som faste partikler, sædvanligvis ved køling, og fraskilles f.eks. ved filtrering fra andre stoffer, der bliver tilbage i den flydende fase, undertiden opløst i opløsningsmidler.

UK 144/35B

Ved disse operationer sker adskillelsen af den faste og den flydende fase ofte langsomt, og udfældningen i form af partikler kan fastholde en stor mængde af den flydende komponent i fedtmaterialet ved adsorption, og afløbningen af komponenter i den flydende fase fra den kan være ringe, selv ved centrifugering, især ved omkrystallisationsoperationer. Gentagen vaskning af det faste materiale til fjernelse af væske, der hæfter til det, kan være nødvendig, men tager mere tid og betyder et ekstra forbrug af opløsningsmiddel.

Selv om derfor en mere fuldstændig adskillelse kan være i høj grad ønskelig, enten til forbedring af kvaliteten af den faste fase eller af udbyttet af væsken, er den i alle tilfælde tidsrøvende og bekostelig og kan endog være uigennemførlig i praksis.

Ved fremgangsmåden ifølge nærværende opfindelse omdannes komponenter med højere smeltepunkt, dvs. det partikelformede materiale, til en aggregat-form, der er lettere at adskille fra den flydende fase ved afløbning, idet fremgangsmåden er ejendommelig ved, at fedtmaterialet først smeltes og derpå afkøles til udkrystallisation af komponenterne med højere smeltepunkt og derefter udsættes for homogen omrøring, indtil en væsentlig mængde partikler er aggregeret, hvorefter det flydende fedtmateriale adskilles derfra.

En homogen omrøring sker, når hastighedsgradienten mellem hver to partikler i blandingen, der støder radialt op til hinanden, er den samme. Under indvirkning af den homogene omrøring vil partiklerne af den faste fase koalitere til agglomerater, hvorfra vedhængende flydende fase meget lettere løber af i de derpå følgende adskillelsesoperationer.

En homogen omrøring bevirkes fortrinsvis ved hjælp af en omrører med glat profil, idet turbulens i det fedtmateriale, der underkastes homogen omrøring, bør nedsættes til et minimum. En homogen omrøring, der giver laminær bevægelse, tilvejebringes gennem en omrører med glat og regelmæssig profil, f.eks. en cylindrisk omrører, der er koncentrisk med og roterer i et kammer, der indeholder fedtmaterialet, om en lodret, skrå eller vandret akse.

De radiale dimensioner for omrøreren er ikke kritiske, men små omrørere kan virke langsomme til hidføring af aggregering,

når andre faktorer ellers er ens. Fortrinsvis udgør omrøreren fra $1/3$ til $2/3$ af omrøringskammerets diameter, især ca. halvdelen af denne diameter, men den strækker sig fortrinsvis praktisk taget gennem den fulde dybde af fedtmaterialet i kammeret til sikring af en fuldstændig omrøring. Selve dybden er ikke kritisk i forhold til de radiale dimensioner, i det mindste ved portionsvis operationer, men den er under alle omstændigheder fortrinsvis mindst lige så stor som den radiale bredde af den ring af fedtmateriale, der indesluttet mellem kammerets og omrørers vægge, især dobbelt så dyb eller mere. Et særligt træk ved opfindelsen er, at der ikke kræves nogen hjælpevæske til fremme af aggregeringen af partiklerne.

Ifølge opfindelsen er det således særlig hensigtsmæssigt, at den homogene omrøring tilvejebringes i et cylindrisk kammer, der indeholder fedtmaterialet, ved hjælp af en dermed koncentrisk cylindrisk omrører, idet diameteren af kammeret er 1,5-3 gange omrørers diameter.

Ligeledes er det ifølge opfindelsen særlig hensigtsmæssigt, at kammeret er i det mindste lige så dybt som den radiale bredde af det fedtmateriale, der er indesluttet i kammeret mellem dettes og omrørers vægge.

Hastigheden for omrøreren bør fortrinsvis være så ringe, som det er foreneligt med opnåelse af den ønskede virkning, fortrinsvis fra 1 til 200, især fra 10 til 100 omdr./minut (rpm), og fortrinsvis svarende til en hastighedsgradient på mellem 1 og 250 m/min/m, især 10-100 m/min./m radialt. I tilfælde, hvor den iagttagne aggregering fremkommer utilbørligt langsomt med en lille omrører, er det bedst at erstatte denne med en større omrører, der kører med samme eller lavere hastighed, til opnåelse af en hurtigere aggregering. Ifølge opfindelsen er det således hensigtsmæssigt, at omrøreren bringes til at rotere med en hastighed på 10-100 rpm. til tilvejebringelse af en hastighedsgradient på 10-100 m/min/m radialt.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er velegnet til både portionsvis og kontinuerlig udførelse, men i det sidste tilfælde er kammeret fortrinsvis dybt i forhold til ringbredden, for at der derved kan tilvejebringes flere blandestadier i den ringformede zone indeholdende fedtmaterialet og forenes god sammenblanding med maksimal berøring mellem flydende og fast materiale.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er af særlig betydning for fraktioneret krystallisation af fedtsyrer og deres estere, især fedtstoffer. Disse materialer omfatter glyceridolier, der normalt er flydende. Fraktioneret krystallisation kan anvendes til fjernelse af urenheder eller til fraskillelse af specielle fraktioner af fedtmaterialet med ønskede smelteegenskaber, og den kan udføres i nærværelse eller fraværelse af opløsningsmiddel for fedtmaterialet, selv om fremgangsmåden er særlig værdifuld til såkaldte tørre fraktioneringsprocesser i fraværelse af et opløsningsmiddel, hvor der træffes væsentligt længere filtreringstider på grund af den høje viskositet af den flydende olein-fraktion. Denne kan fraskilles ved vaskning af krystallerne med en vandig dispersion af et passende overfladeaktivt middel som ved den såkaldte Lanza-proces. Egnede opløsningsmidler til fedtfraktionering omfatter acetone, hexan eller nitropropan, samt methanol til fedtsyrer, fortrinsvis indeholdende lidt vand. Mængden af opløsningsmiddel kan ifølge opfindelsen variere fra 5:1 til 1:2 efter vægt i forhold til fedtmaterialet. Der kan dog også anvendes andre opløsningsmidler, der er kendt inden for dette område.

Fortrinsvis hidføres den fraktionerede krystallisation in situ under den homogene omrøring, idet fedtmaterialet afkøles fra helt flydende eller opløst tilstand, indtil krystallisationen af den fraktion, der skal fraskilles, er fuldstændig, og samtidig udsættes for den homogene omrøring. Et til formålet egnet apparat omfatter fortrinsvis et omrøringskammer udstyret med en co-aksial omrører, begge af den ovenfor beskrevne glatte cylindriske form og størrelse, og køleorganer til køling af indholdet i kammeret, fortrinsvis gennem kammerets og omrørers vægge. En lavere grænse kan være nødvendig for omrørers rotationshastighed til sikring af en fyldestgørende varmeoverføring og undgåelse af for stor afsætning af krystaller på køleoverfladerne, hvilket hæmmer varmeoverføringen. I modsætning til mange former for krystallisationsapparater skal omrøreren ikke skrabe mod væggene i kølekammeret, idet sådanne organer ikke vil give homogen omrøring.

Afkølingshastigheden påvirkes også af temperaturforskellen mellem køleoverfladen og fedtmaterialet, idet store temperaturforskelle fremmer hurtig afkøling, men under dannelse af mikrokrystallinsk vækst, hvorimod små temperaturforskelle giver

større krystaller, men meget langsommere. De her angivne temperaturforskelle er målt til midten af væsken og er fortrinsvis under 10°C , målt radialt. En temperaturforskel på $5-20^{\circ}\text{C}$, fortrinsvis $5-10^{\circ}\text{C}$, opretholdes fortrinsvis mellem kølemediet og massen af den væske, der undergår køling, i det mindste indtil der fremkommer krystaller. Derefter kan der tilvejebringes en større forskel, men fortrinsvis ikke på mere end 25°C , især $10-20^{\circ}\text{C}$.

I overensstemmelse med det ovenfor anførte er det særlig hensigtsmæssigt, at der anvendes en temperaturforskel mellem kølemediet og fedtmaterialet på under 10°C , målt midtvejs mellem væggene af kammeret og omrøreren, til køling af fedtmaterialet.

Endvidere er det ifølge opfindelsen hensigtsmæssigt, at fedtmaterialet holdes ved konstant temperatur efter kølingen til stabilisering af udfældningen.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen kan anvendes til både spiselige og ikke-spiselige vegetabiliske, animalske og marine fedtstoffer, samt deres fraktioner og hydrogenerede og omesterificerede derivater såvel som deres fedtsyrebestanddele, f.eks. talgolie, palmeolie, solsikkeolie, saflorolie, jordnøddolie, sojabønneolie og laurinolie.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er også anvendelig til udførelse af vinterisering, der er en form for fraktioneret krystallisation, som er almindeligt anvendt til spiseolier, f.eks. palme- eller bomuldsfrøolie eller sojabønneolie, der hydrogeneres svagt til forbedring af dens resistens mod forringelse ved opbevaring, når den er beregnet til anvendelse som salatolie eller stegeolie, for derved at forhindre indtræden af uklarhed ved henstand ved omgivelsestemperatur på grund af fraktioneret krystallisation af en højere smeltende stearinfraktion i olien. Ved vinteriseringsprocesserne fjernes stearinen ved filtrering efter afkøling af olien, men der kan af de ovenfor anførte årsager optræde betydelige tab ved de sædvanlige vinteriseringsprocesser ved adskillelse af olien- og stearinfraktionerne, og i alle tilfælde vil en lille mængde af stearinen ofte hårdnakket forblive i olien og udkrystalliseres senere ved opbevaring, medmindre olien afkøles til meget lavere temperaturer med deraf følgende tab af endnu mere olie. Gennem den foreliggende opfindelse tilvejebringes der en økonomisk og effektiv vinteriseringsproces,

der medfører minimale olietab og giver maksimal effektivitet.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er også effektiv til fraktionering af fedtmateriale til udvinding af en væsentlig del af en højere smeltende fast fraktion ved en enkelt fraktionering, nemlig så meget som en fjerdedel af den samlede vægt af fedtmaterialet. Ved sædvanlig praksis absorberer den faste fraktion almindeligvis mindst det dobbelte af sin egen vægt af den lavere smeltende, flydende fraktion, og faste fraktioner på mere end ca. en fjerdedel af den samlede behandlede vægtmængde danner derfor opslæmninger, hvis adskillelse i de flydende og faste fraktioner, hvoraf de består, er yderst vanskelig, hvad enten den sker ved filtrering eller centrifugering. Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen bliver krystallerne sammen-aggregeret og tilbageholder en væsentlig mindre del af den flydende fraktion.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen kan udføres ved temperaturer f.eks. fra -20 til 50°C , idet temperaturerne kun begrænses af de fysiske grænser for opløsningsmidler, hvor der anvendes sådanne, og den mængde faststof, der skal fjernes, hvoraf ikke mere end 35% er at foretrække. Fraskillelsen af det agglomererede faste materiale kan ske f.eks. ved dekantering eller ved tyngde- eller trykfiltrering eller ved centrifugering.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er af særlig betydning for udvindingen af fedtfraktioner med ønskede egenskaber til anvendelse i fødevarerindustrien. Ved sammensætningen af margarinefedtstoffer fremstilles der f.eks. ofte blandinger af fedtstoffer, der fås ved fraktioneringsmetoder, for derved at opnå ønskede fysiske eller kemiske karakteristika. Det kan f.eks. kræves, at fedtstofferne udviser specificerede smeltekarakteristika, eller der kan af hensyn til kostsammensætningen være ønsket et højt indhold af polyumættede fedtsyrer. Omhyggelig fraktionering under udnyttelse af fremgangsmåden ifølge opfindelsen muliggør opnåelse af fedtstoffer, der opfylder sådanne forlangender. Til konfekturindustrien er det også muligt at opnå hårde smør-sorter med de kritiske smelteegenskaber, der kræves for fedtstoffer til dette formål, ved fraktionering under anvendelse af fremgangsmåden ifølge opfindelsen, især ud fra palmeolie, men også ud fra andre vegetabiliske fedtstoffer, der kan hærdes før eller efter fraktioneringen.

De følgende eksempler skal tjene til nærmere illustrering af fremgangsmåden ifølge opfindelsen, der dog ikke omfatter dennes anvendelse ved tilvirkning af levnedsmidler.

Eksempel 1

Et cylindrisk krystallisationskammer, der var udstyret med en konkav bund og en dækplade, var også forsynet med en cylindrisk rotor fæstnet til en lodret rotor-aksel, der strakte sig ind i kammeret og omdrejedes ved hjælp af motor-organer monteret over pladen og understøttet i lejer placeret i midten af dækpladen og kammerets konkave bund.

Kammeret var ca. halvt så dybt som det var bredt, og rotoren, der strakte sig praktisk taget gennem kammerets fulde dybde, var halvt så bred som kammeret. Kammeret selv var udstyret med en udvendig kølekappe, hvori der kunne cirkulere en vandig ethylenglycol-opløsning kølet til en forud bestemt temperatur.

Sojabønneolien blev svagt hydrogenet til et iodtal på 110-112 under anvendelse af en frisk, understøttet nikkelkatalysator, hvilket forbedrer oliens stabilitet mod oxidativ forringelse, men fører til uklarhed i olien ved henstand på grund af krystallisation af en stearinfraktion. Denne sidste fjernes fra olien ved hjælp af fremgangsmåden ifølge opfindelsen under anvendelse af det beskrevne apparat.

Efter fjernelse af katalysatoren afkøledes olien til 36°C og anbragtes i krystallisationskammeret. Omrøreren bragtes til rotation, således at den gav en hastighedsgradient på ca. 15 m/min/m i væsken i det ringformede rum. Den i kølekappen cirkulerende vandige ethylenglycol holdtes således, at den gav en temperaturgradient på $20^{\circ}\text{C}/\text{m}$, målt radialt gennem olien, til et målepunkt midt mellem beholderens og rotorens vægge. Når temperaturen nåede 21°C , fremkom der krystaller, og temperaturforskellen forøgedes til $35^{\circ}\text{C}/\text{m}$, indtil der var nået en sluttemperatur på 3°C . Derefter filtreredes olien gennem en standardvakuumfiltreringsenhed, hvilket gav 74% af en olein på 3 timer, beregnet på vægten af den hydrogenerede olie. Denne olein forblev klar ved 0°C i mindst 5 timer, medens den hydrogenerede total-olie afsatte stearinkrystaller selv ved henstand ved 20°C .

I et sammenligningsforsøg, hvor der anvendtes sædvanlige fraktioneringsmetoder med en almindelig omrører i beholderen i stedet for rotor-omrøreren og skrabende berøring til fjernelse af det på væggene i beholderen dannede krystallinske materiale, indstilledes betingelserne til at give en lignende filtreringstid, men der opnåedes herved kun et udbytte på 60%. Olein-produktet var i begge tilfælde egnet til anvendelse som steegeolie, idet det forblev klart ved opbevaring under omgivelsesbetingelser.

Eksempel 2

Der udførtes en række forsøg med fraktionering af en lignende hærdet sojabønneolie, der ved 30°C anbragtes i et lignende apparat omfattende et kammer med en diameter på 60 cm og en højde på 1 meter og indeholdende en rotor-omrører med en diameter på 30 cm. Der iagttoges virkningen på filtreringshastigheden og olein-udbyttet og fraktioneringstemperatur og temperaturforskellen, der i hvert forsøg holdtes konstant, og i alle forsøgene var omdrejningshastigheden 42 rpm, svarende til en hastighedsgradient på 264 m/time/m. Der iagttoges også virkningen af "stabiliseringen" ved, at det afkølede fedt holdtes i 2 timer på fraktioneringstemperaturen.

I alle forsøgene opnåedes der en olein, som forblev klar ved 0°C efter 5 timer. Yderligere enkeltheder fremgår af følgende tabel:

Tabel

<u>Forsøg</u>	<u>Afkølingsbetingelser</u>			<u>Tid (timer) fra 30°C</u>	<u>Olein- udbytte %</u>	<u>Filtrerings- hastighed m³/m²/time</u>
	<u>Forskel °C</u>	<u>Stabiliserings- tid (timer)</u>	<u>Slut °C</u>			
1)	3-4	-)	0	10	67,6	5,2
)		)				
1a)		2)		12	65,7	4,0
2)	10	-)	0	6	63,6	0,99
)		)				
2a)		2)		8	60,8	0,68
3	6	-	-1,5	7	61,3	0,63

Forsøgene 1 og 2 viser den kendelige formindskelse i filtreringshastighed og den betydelige forøgelse i olein-udbytte, som sker, når Δt nedsættes, for den samme sluttemperatur. Sammenligning af forsøgene 1 og 1a og af 2 og 2a viser overraskende, at en "stabiliseringsperiode" ved fraktioneringstemperaturen er skadelig, hvilket er i modsætning til de sædvanlige fraktioneringsmetoder. Endelig viser forsøg 3 også, at et godt olein-udbytte kan opnås, sammenligneligt med forsøg 2a, selv ved den lave temperatur på -1,5°C, ved at man opretholder en lavere Δt og undgår længere tids stabiliseringstemperatur.

Eksempel 3

En palmeolie med et iodtal på 53 omrørtes med 100 rpm i en cylindrisk beholder, der var dobbelt så dyb som bred og udstyret med en kølekappe og en coaksial cylindrisk rotor, der strakte sig praktisk taget gennem den fulde dybde af olien, og hvis diameter var halvt så stor som beholderens. Fra 50°C afkøledes olien med 12°C pr. time til 28°C, ved hvilken temperatur den holdtes under kontinuerlig omrøring i 5 1/2 time, hvor NMR-analyse på en prøve viste dannelse af 8% faststof. Olien filtreredes ved samme temperatur med en gennemstrømningshastighed på over 10 m³/m²/time ved et filtreringstryk på 0,5 atm.

Filtratet udgjorde 80% af den oprindelige palmeolie, hvilket gav en remanens på 20% tilbageholdt af filteret.

Eksemplet gentoges i et kontinuerligt arbejdende apparatur af samme proportioner under anvendelse af en omrøringshastighed på 40 rpm, til der var opnået 9% faststof, og filtratet udgjorde igen 80% af den oprindelige olie med et iodtal på 57, og filtreringshastigheden var 6,5 m³/m²/time. Opholdstiden var 2 timer.

Ved en krystallisationstemperatur på 13°C og en omrørerhastighed på 80 rpm udvandttes der fra det kontinuerlige apparatur en flydende fraktion i et udbytte på 45% med et iodtal på 63,2 ved en filtreringshastighed på 0,5 m³/m²/time. Dette er en udmærket udvinding i betragtning af den svære remanens, der skulle fjernes. Opholdstiden var 5 timer.

Eksempel 4

En malayisk palmeoliefraktion (iodtal 58,4), der var opnået ved tør fraktionering af palmeolie, blandedes med en fire gange så stor vægtmængde af acetone og fraktioneredes ved 3°C ved afkøling i det i eksempel 3 beskrevne portions-apparat fra 50°C til 3°C med en hastighed på 12°C pr. time under omrøring med 300 rpm. Efter omrøring i 3 timer ved denne temperatur skete filtreringen hurtigt, og filtreringsremanensen vaskedes fire gange, hver gang med en vægtmængde acetone, der var 1,25 gange så stor som vægten af udgangsolien. Efter afdampning af opløsningsmiddel opnåedes der en remanens på 36% (iodtal 41,3) med et udbytte af filtreret olie på 64% (iodtal 68,5), beregnet på udgangsolien.

Eksempel 5

Eksempel 4 gentoges ved -6°C , idet der afkøledes fra 30°C med en stabilisering på 5 timer og som opløsningsmiddel anvendtes en lige så stor vægtmængde hexan. Efter vaskning af filtreringsremanensen to gange med hexan, idet der hver gang anvendtes hexan i lige så stor vægtmængde som udgangsolien, og afdampning af opløsningsmidlet opnåedes der en filtrat-olie på 64,1 vægt% af udgangsolien med et iodtal på 67,8 og en remanens på 35,9% med et iodtal på 43,2.

Eksempel 6

Talg-fedtsyrer med et iodtal på 56 opløstes i en 1,5 gange så stor vægtmængde af en blanding af 92% methanol og 8% vand og fraktioneredes i det i eksempel 3 beskrevne apparat ved afkøling fra 30°C til -7°C med en afkølingshastighed på 18°C pr. time under omrøring med 200 rpm, hvorefter der straks filtreredes som beskrevet ovenfor og vaskedes to gange med det samme opløsningsmiddel, hver gang med 88% af den oprindelige syrevægt. Efter afdampning af opløsningsmidlet udvandedes der et filtrat med et iodtal på 95,2 i et udbytte på 56,1% sammen med 43,9% af en filtreringsremanens med et iodtal på 5,8, der forelå som et fritstrømmende granulært materiale, hvoraf 92% af partiklerne havde en diameter på ca. 0,5 mm.

P a t e n t k r a v .

1. Fremgangsmåde til adskillelse af komponenter med højere smeltepunkt fra komponenter med lavere smeltepunkt af et fedtmateriale, k e n d e t e g n e t ved, at fedtmaterialet først smeltes og derpå afkøles til udkrystallisation af komponenterne med højere smeltepunkt og derefter udsættes for homogen omrøring, indtil en væsentlig mængde af partikler er aggregeret, hvorefter det flydende fedtmateriale adskilles derfra.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den homogene omrøring tilvejebringes i et cylindrisk kammer, der indeholder fedtmaterialet, ved hjælp af en dermed koncentrisk cylindrisk omrører, idet diameteren af kammeret er 1,5-3 gange omrørers diameter.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t ved, at kammeret er i det mindste lige så dybt som den radiale bredde af det fedtmateriale, der er indesluttet i kammeret mellem dettes og omrørers vægge.

4. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at omrøreren bringes til at rotere med en hastighed på 10-100 rpm. til tilvejebringelse af en hastighedsgradient på 10-100 m/min./m radialt.

5. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at der anvendes en temperaturforskel mellem kølemidlet og fedtmaterialet på under 10°C, målt midtvejs mellem væggene af kammeret og omrøreren, til køling af fedtmaterialet.

6. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at fedtmaterialet holdes ved konstant temperatur efter kølingen til stabilisering af udfældningen.

7. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at der er et opløsningsmiddel for fedtmaterialet til stede.

8. Fremgangsmåde ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved, at mængden af tilstedeværende opløsningsmiddel udgør 0,5-5 vægtdele af fedtmaterialet.

Fremdragne publikationer:
