



SUOMI—FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

[B] (11) KUULUTUSJULKAISU UTLÄGGNINGSSKRIFT 69637

C (45) Patentti myönnetty
Patent meddelat 10 03 1986

(51) Kv.lk.4/Int.Cl.4 C 11 B 7/00, A 23 D 3/00

(21) Patentihakemus — Patentansökning	823043
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	03.09.82
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag	03.09.82
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig	10.03.83
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	29.11.85
(86) Kv. hakemus — Int. ansökan	
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet Englanti-England(GB) 8127262	09.09.81

(72) Unilever N.V., Burg. s'Jacobplein 1, 3000 DK Rotterdam,
Hollanti-Holland(NL)

(72) Gabriel Jacobus Theodorus Lansbergen, 's-Gravezande,
Josephus Maria Andreas Kemps, Udenhout, Hollanti-Holland(NL)

(74) Leitzinger Oy

(54) Menetelmä margariinirasvaseoksiksi sopivien voirasvojen fraktiomiseksi -
Förfarande för fraktionering av smörfetter lämpliga som margarinfett-
blandningar

(57) Tiivistelmä

Menetelmä kovetetun voirasvan fraktioimiseksi, josta saadaan runsaasti triglyseriidejä sisältävä fraktio (i), joissa on kaksi rasvahapporyhmää, joissa kummassakin on ainakin 16 hiiliatomia ja yksi rasvahapporyhmä, jossa on 2-8 hiiliatomia, jolloin mainittujen triglyseriidien hiilimäärä on välillä 24-42 sekä fraktio (ii) jossa on runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on suurempi kuin 42. Fraktiointi suoritetaan edullisesti liuottimen läsnäollessa, jollainen voi olla esim. asetoni tai heksaani. Fraktion (i) sisältävillä margariinirasvaseoksilla on aikaisempia paremmat voimaiset ominaisuudet.

(57) Sammandrag

Förfarande för fraktionering av härdat smörfett, varav erhålles en fraktion (i) anrikad på triglycerider, som har två fettsyragrupper med åtminstone 16 kolatomer samt en fettsyragrupp med 2-8 kolatomer, varvid antalet kolatomer i nämnda triglycerider är mellan 24-42, samt en fraktion (ii) anrikad på triglycerider med mer än 42 kolatomer. Fraktioneringen utföres företrädesvis i närvaro av ett lösningsmedel såsom t.ex. aceton eller hexan.

Margarinfettblandningar innehållande fraktionen (i) besitter bättre smörliknande egenskaper än tidigare.

Menetelmä margariinirasvaseoksiksi sopivien voirasvojen fraktiomiseksi - Förfarande för fraktionering av smörfetter lämpliga som margarinfettblandningar

Esillä olevan keksinnön kohteena on menetelmä voirasvan fraktiomiseksi, jonka tarkoituksena on saada fraktio, joka on sopiva margariinirasvaseoksina käsiteltäväksi.

Keksinnön kohteena on myös menetelmä valmistaa margariinirasvaseoksia, jotka sisältävät yhtä tai useampaa mainitusta fraktioinnista saatua fraktiota, joilla on aikaisempia paremmat voimaiset ominaisuudet, jolla termillä tarkoitetaan muovautuvuutta ja joustavuutta, jotka ovat vertailukelpoisia oikean, kirnutun voin vastaaviin ominaisuuksiin. Näitä ominaisuuksia ja niiden mittauksia käsitteleviä julkaisuja ovat esim. seuraavat:

J. Dairy Res. 8, 245 (1937), Davies J.C., ja
The British Food Manuf. Ind. Res. Inst., the Rheology of
Margarine and Compound Cooking Fats, osa I (Res. Rep. 37)
ja osa II (Res. Rep. 69), 1956, Prentice J.H.

On olemassa tarvetta saada aikaan margariineja ja levitteitä, joilla on voimaiset ominaisuudet mutta jotka ovat huomattavasti halvempia kuin oikea voi.

Hakija on havainnut, että triglyseriidit, joiden hiilimäärä on 24-42 ja joissa on 2 rasvahapporyhmää ketjun pituudeltaan vähintään 16 hiiliatomia ja yksi rasvahapporyhmä kukin ketjun pituudeltaan 2-8 hiiliatomia, kykenivät antamaan

tavanomaisille margariinirasvaseoksille voimaisia ominaisuuksia kun niitä lisättiin mainittuihin rasvaseoksiin jopa niin vähän kuin 10 paino-%.

Hiilimäärä on triglyseriidimolekyylissä olevien rasvahapporyhmien hiiliatomien summa. Yllä määritellyjä triglyseriidejä, joiden hiilimäärä vaihtelee välillä 24-42 on runsaasti läsnä voirasvassa, mutta niitä on vaikea erottaa tavanomaisia fraktiointimenetelmiä käyttäen muista triglyseriideistä, joiden hiilimäärä on suurempi kuin 42.

Keksintö perustuu siihen oivallukseen, että hyvä fraktiointi voidaan saavuttaa edellyttäen, että voirasva kovetetaan eli hydrataan kunnes olennaisesti kaikki triglyseriideissä olevien rasvahapporyhmien tyydyttämättömät sidokset muuttuvat tyydytetyiksi sidoksiksi.

Hakija on keksinyt, että kovetetun voin fraktiointi liuottimen läsnäollessa voidaan suorittaa erittäin tehokkaasti ja saada fraktio, joka sisältää 65-100 % triglyseriidejä, joiden hiilimäärä vaihtelee välillä 24-42 ja jossa on kaksi rasvahapporyhmää ja niistä kummankin ketjun pituus on vähintään 16 hiiliatomia (edullisesti 15 tai 18 hiiliatomia) ja yksi rasvahapporyhmä, jonka ketjun pituus on 2-8 hiiliatomia.

Tällöin keksinnön mukaisessa menetelmässä suoritetaan seuraavat toimenpiteet:

- a) voirasva hydrataan olennaisesti kaikkien tyydyttämättömien sidosten muuttamiseksi tyydytetyiksi sidoksiksi, ja

b) hydrattu voirasva fraktioidaan liuottimen läsnäollessa joko

- (A) yhdessä vaiheessa lämpötilassa välillä $5 - 20^{\circ}\text{C}$, jolloin saadaan alempana sulava oleiinifraktio (i), jossa on runsaasti triglyseriidejä, joissa on kaksi rasvahapporyhmää, joiden kummankin ketjun pituus on vähintään 16 hiiliatomia ja yksi rasvahapporyhmä, jonka ketjun pituus on $2 - 8$ hiiliatomia ja korkeammalla sulava steariinifraktio (ii), jossa on runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on suurempi kuin 42, tai
- (B) kahdessa vaiheessa, jolloin ensimmäisessä vaiheessa fraktiointi suoritetaan lämpötilassa välillä $5 - 20^{\circ}\text{C}$ ja saadaan ylempänä sulava steariinifraktio (ii), jossa on runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on suurempi kuin 42 ja alempana sulava oleiinifraktio (i), joka sisältää runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on välillä $24 - 42$ ja toinen vaihe sisältää mainitun oleiinifraktion (i) edelleen fraktioinnin jäädyttämällä se edelleen lämpötilaan, joka on alhaisempi kuin se lämpötila, jossa ensimmäinen vaihe suoritettiin, ja on $15 - -5^{\circ}\text{C}$, jolloin saadaan toinen steariini- ja toinen oleiinifraktio.

Toisin sanoen yllä määritellyt triglyseriidit, joiden hiilimäärä on välillä $24-42$, voidaan saada aikaan fraktion (i), joka muodostuu 65-100 %:sti mainituista triglyseriideistä.

glyseriidejä, joiden hiilimäärä on välillä 24-42.

Käytettäessä heksaania liuottimena voidaan fraktiointi suorittaa joko yhtenä vaiheen edullisesti lämpötilassa välillä 5-20°C tai kahtena vaiheena, jolloin ensimmäisen fraktioinnin jälkeen liuokseen jäänyt oleiini jäähdytetään edullisesti lämpötilaan 0-15°C, jolloin toinen steariini ja toinen oleiini erotetaan.

Muille liuottimille voidaan helposti löytää sopivat fraktiointi-olosuhteet.

Hakijat ovat havainneet, että ensimmäinen oleiini, toinen steariini (välifraktio) ja toinen oleiini (loppufraktio) antavat rasvaseoksille voimaiset ominaisuudet käytettyinä margariinien ja emulsiolevitteiden valmistamiseksi. Margariinien ja levitteiden valmistamiseksi näiden rasvaseoksissa käytettävien fraktioiden osuus voi vaihdella välillä 10-100 %, edullisesti välillä 15-50 % riippuen seoksen muiden rasvakomponenttien ominaisuuksista ja niiden kiinteästä rasvapitoisuudesta lämpötiloissa välillä 5-20°C, jolloin tällä lämpötila-alueella pitäisi saavuttaa riittävä leviävyys.

Keksintöä selvitetään nyt seuraavilla esimerkeillä.

Esimerkki 1

Kovetetun voirasvan asetonifraktiointi

Fraktiointi suoritettiin 60 litran kiteytysastiassa, johon kuului sylinterimäinen astia ja sylinterimäinen roottori (halkaisijat vastaavasti 0,3 ja 0,15 m, ja korkeus 1,1 m). Käytetty roottorin nopeus oli kaksi kierrosta sekunnissa. Valmistettiin kovetetun voirasvan asetoniliuos (saatiin hydraamalla oikeata voita nikkeli-katalyytillä 100°C:ssa ilmanpaineessa jodilukuun 0,86 ja sulamispisteeseen 45 °C) kiteytysastia täytettiin ja liuos lämmitettiin noin 40°C:een kirkkaan liuoksen muodostamiseksi. Tämän jälkeen jäähdytysaineen lämpötila laskettiin kiteytysastian vaipan kautta 11°C:een. Noin 3/4-1 tunnin jälkeen liuos jäähdytettiin noin

12°C:een ja stabiloitiin kahden tunnin ajan. Sisältö suodatettiin seitz- suodattimella ja suodatuskakku pestiin 8°C:lla asetonilla. Asetonin poistamisen jälkeen saatiin noin 50 % steariinia (kovafraktio) ja 50 % oleiinia (pehmeäfraktio). Pehmeä fraktio erotettiin kahdeksi osaksi. Tämän jälkeen tämän oleiinin ja asetonin kirkas liuos (1:5) jäähdytettiin kiteytysastiassa joko 0°C:een tai 6°C:een. Kahden tunnin kiteytyksen jälkeen suspensio suodatettiin uudelleen ja pestiin. 6°C:ssa oleiini jaettiin kahdeksi fraktioksi, joista steariini on kovetetun voion välifraktio ja oleiini on loppufraktio. 0°C:ssa välifraktion määrä oli hie- man suurempi. Fraktioinnin analyysitulokset on esitetty taulu- koissa 1 ja 2.

Vertailuesimerkki 1

Voirasvan asetonifraktiointi

Kaikki kokeet suoritettiin voirasvan asetoniliuoksessa, jonka suh- de asetoni: voirasva (tai voirasvafraktiot) oli 5 (painon mukaan). Fraktioinnit suoritettiin 600 litran kiteytysastiassa, joka muo- dostui sylinterimäisestä astiasta ja sylinterimäisestä roottoris- ta (halkaisijat vastaavasti 0,6 ja 0,3 m ja korkeus noin 3 m) roottorin nopeuden ollessa 1,5 kierrosta sekunnissa. Voirasvan (tai voirasvafraktion) asetoniliuos valmistettiin ulkopuolella ja kiteytysastia täytettiin. Tarvittaessa liuos lämmitettiin esim. 35°C:een kirkkaan liuoksen (ei kiteytymisytimiä) aikaan- saamiseksi.

Voin välifraktion aikaansaamiseksi kiteytymisastia täytettiin voi- rasva/asetonilla. Kokeen alkuvaiheessa kiteytysastian vaipan läpi virtaavan jäähdytysaineen lämpötila laskettiin suoraan -45°C:een, joka oli jäähdytysaineen lopullinen lämpötila ja joka on noin 1°C alhaisempi kuin voirasva/asetoniliuoksen loppulämpötila. 1-1,5 tunnissa sisältö jäähdytettiin tähän haluttuun lämpötilaan ja stabiloitiin kaksi tuntia riittävän kiinteän aineksen muodostami- seksi.

Tämän jälkeen sisältä suodatettiin seitz- suodattimessa (halkaisija 0,5 m), joka esikäsiteltiin kietytyslämpötilassa; käytettiin polyester- suodatinkangasta, jonka keskimääräinen huokoskoko oli 80 μ m. 100-150 litran erää suodatettiin ja suodatuskakku pestiin kolme kertaa noin -8°C :lla tuoreella asetonilla. Pesuasetoni lisättiin ensimmäiseen suodokseen. Tämän jälkeen asetoni tislattiin pois ja molempien fraktioiden saanto määriteltiin. Yksi paino-osa saatua steariinia (yhtä kuin kova fraktio) liuotettiin uudelleen viiteen osaan asetonia. Kiteytysastia täytettiin tällä liuoksella. Liuos lämmitettiin kunnes se oli kirkas. Tämän jälkeen tämän liuos jäähdytettiin 22°C :een käyttämällä jäähdytysaineen lämpötilaa 21°C . Käytetty stabilointiaika oli jälleen 2 tuntia ja suodatus suoritettiin seitz- suodattimessa. Suodatinkakku pestiin tuoreella asetonilla, jonka lämpötila oli noin 18°C . Asetonin tislauksen jälkeen saatiin kaksi fraktiota:

- steariini = voirasvan huippufraktio
- oleiini (suodos) = voirasvan keskifraktio.

Fraktion analyysitulokset on esitetty taulukoissa 3 ja 4.

Tässä vertailuesimerkissä on esitetty että lähdetäessä hydraamattomasta oikeasta voista fraktiointi ei johtanut fraktioon, jossa on riittävän suuri määrä triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on välillä 24-42.

KOVETETUN VOIRASVAN ASETONIFRAKTOINTI

* Triglyse- riidin hiili- määrä	Fraktiointi 12°C-0°C:ssa				Fraktiointi 12°C ja 6°C:ssa								
	Kove- tetu voi	ens. stea- riini	ens. ole- iini	"huippu"	ens. stea- riini	ens. ole- iini	toinen stea- riini	toinen oleiini	ens. ole- iini	ens. stea- riini	toinen oleiini	"keski"	"pohja"
24	0.4	-	0.6	-	0.8	-	2.4	-	0.8	0.1	1.4	-	1.4
26	0.2	-	0.4	-	0.3	-	1.2	-	0.4	-	0.8	-	0.8
28	0.6	-	1.1	-	1.0	-	3.1	0.1	1.1	0.3	2.0	0.1	2.0
30	1.2	-	2.3	-	2.0	-	5.6	0.1	2.1	0.4	3.8	0.1	3.8
32	3.1	0.3	5.4	0.1	4.6	0.5	11.6	0.3	5.1	1.0	8.1	0.3	8.1
34	7.2	0.7	12.3	0.5	10.4	4.3	20.5	1.0	10.8	3.6	16.7	1.0	16.7
36	13.0	2.0	20.1	1.5	18.5	16.6	21.6	3.0	19.2	12.4	23.5	3.0	23.5
38	12.7	3.5	20.3	4.1	20.9	25.0	13.8	5.7	20.9	22.7	17.2	5.7	17.2
40	9.6	4.0	14.4	6.3	14.7	18.2	8.7	7.5	14.3	17.2	10.6	7.5	10.6
42	7.5	5.0	9.6	4.0	9.2	11.4	5.4	4.5	9.4	10.9	7.3	4.5	7.3
44	255.5	15.5	86.5	16.5	82.4	76.0	93.9	22.2	84.1	68.6	91.4	22.2	91.4
46	7.3	8.7	6.1	5.2	6.4	8.6	2.6	5.4	6.6	8.9	4.2	5.4	4.2
48	7.9	13.1	3.5	8.9	4.4	6.3	0.7	8.9	4.1	6.9	2.1	8.9	2.1
50	9.0	17.6	2.0	14.2	2.8	3.9	0.8	14.0	2.1	4.6	0.5	14.0	0.5
52	10.1	21.0	1.1	20.7	2.1	2.8	0.7	19.4	1.1	4.6	0.8	19.4	0.8
54	7.9	16.7	0.4	21.1	1.1	1.4	0.5	18.7	1.3	4.1	0.4	18.7	0.4
56	3.0	6.4	0.2	12.4	0.7	0.7	0.4	10.7	0.6	2.2	0.2	10.7	0.2
	0.3	0.6	-	0.8	0.1	-	0.1	0.7	-	-	-	0.7	-

* Parittomat happotrigyseriidit, joissa on pariton hiilimäärä $(2n + 1)$ on sisällytetty triglyseriideihin, joissa on parillinen hiilimäärä $2n$.

TAULUKKO 2

ASETONIFRAKTIOINNILLA SAATU KOVETETUN VOIRASVAN JA FRAKTIOIDEN RASVAHAPPOSEOS
(painoprosentteina)

Pää- rasva hapot	Kovetettu voi	ens. stea- riini "huippu"	ens. ole- iini "keski"	toinen stea- riini "keski"	toinen ole- iini "pohja"	ens. stea- riini "huippu"	ens. ole- iini "keski"	toinen stea- riini "keski"	toinen ole- iini "pohja"
C4:0	3.3	0.7	6.0	5.3	6.9	1.2	5.8	4.9	6.3
C6:0	2.2	0.7	3.6	3.1	4.5	0.9	3.6	3.0	4.0
C8:0	1.4	0.4	2.2	1.6	3.5	0.6	2.3	1.7	2.9
C10:0 + C10.1	3.2	1.3	4.6	3.5	7.2	1.7	4.8	3.8	6.0
	Σ 10,1	Σ 3.1	16.4	13.5	22.1	4.4	16.5	13.4	19.2
C12:0	3.7	2.0	5.1	2.8	9.3	2.2	5.4	3.5	7.4
C13:0	0.1	-	0.1	-	0.2	-	0.1	-	0.2
C14:0	11.3	8.7	13.0	10.6	18.1	8.8	13.9	9.8	17.6
C15 [*] h ^r	0.9	0.6	1.2	0.6	1.8	0.5	1.1	0.6	1.5
C15:0	1.2	1.3	1.5	1.3	1.3	1.0	1.3	1.2	1.5
C16:0 (+ C16:1)	26.4	24.7	27.3	31.1	23.3	24.6	28.4	30.9	25.8
C17 [*] h ^r	0.8	1.0	1.1	0.8	1.1	0.7	0.9	0.8	1.0
C17:0	1.1	1.3	1.2	1.1	0.9	1.2	1.0	1.1	1.0
C18:0	43.2	54.7	31.0	36.9	20.9	54.7	30.3	37.2	23.9
C18:1							0.1	0.1	0.1
C18:2			0.1						
C18:3			0.1						
C20:0	1.1	1.8	1.0	0.8	0.3	1.1	0.5	0.8	0.5
C20:1	0.1	0.3	0.2	-	0.2				

* hr = haaroitettu

TAULUKKO 3

ASETONIFRAKTIOINNILLA SAATUJEN OIKEAN VOIRASVA JA FRAKTIOIDEN
HIILIMÄÄRÄ

Triglyserii- din hiilimäärä *	oikea voirasva	steariini huippufraktio	oleiini keskifraktio	oleiini pohja- fraktio
24	tr	-	tr	0.1
26	0.2	-	tr	0.4
28	0.6	-	0.1	1.0
30	1.2	-	0.2	2.2
32	3.1	0.1	0.7	4.9
34	7.2	0.5	4.3	9.5
36	12.0	1.1	12.7	12.6
38	12.8	1.0	12.1	14.4
40	9.8	1.5	9.0	11.1
42	7.6	4.7	9.2	6.8
	Σ 54.5	8.9	48.3	61.0
44	7.4	11.3	8.9	6.0
46	8.1	19.8	8.7	6.1
48	9.0	22.9	10.8	6.3
50	9.7	22.0	12.8	6.4
52	7.5	11.4	7.7	7.1
54	3.0	2.6	2.1	4.0
56	0.2	0.7	0.3	0.4
58		0.2		

* = Happotriglyseriidit, joiden hiilimäärä on pariton $2n + 1$ on sisällytetty triglyseriideihin, joiden hiilimäärä on $2n$.

TAULUKKO 4

ASETONIFRAKTIOINNILLA SAATUJEN OIKEAN VOIRASVAN JA FRAKTIOIDEN
RASVAHAPPOSEOS

Päärasvahapot	alkuperäinen voi	huippu- fraktio	keski- fraktio	oleiini- fraktio
C ₄ :0	3.8	0.1	2.9	4.6
C ₆ :0	2.5	-	2.0	2.9
C ₈ :0	1.5	0.2	1.1	1.9
C ₁₀ :0 + C ₁₀ :1	<u>3.7</u>	<u>0.9</u>	<u>2.8</u>	<u>4.5</u>
	Σ 11.5	1.2	8.8	13.9
C ₁₂ :0	5.2	3.3	3.9	5.9
C ₁₄ :0	12.5	14.1	12.9	12.3
C ₁₄ :1 + C ₁₅ :0 hr *	2.1	0.7	1.4	2.6
C ₁₅ :0	1.2	1.6	1.3	1.0
C ₁₆ :0	30.9	49.2	42.0	21.7
C ₁₆ :1 + C ₁₇ :0 hr *	2.4	0.7	1.6	3.0
C ₁₇ :0	0.7	1.0	0.8	0.6
C ₁₈ :0	8.9	20.5	12.6	5.4
C ₁₈ :1	20.2	5.4	12.3	27.8
C ₁₈ :2	2.1	0.8	1.4	2.9
C ₁₈ :3	0.7	0.3	0.2	0.9
C ₂₀ :0	0.7	0.6	0.5	0.8
C ₂₀ :1	0.2	-	-	0.4

* = haaroitettu

Seuraavissa esimerkeissä valmistettiin margariineja ja niitä arvioitiin sen jälkeen olosuhteissa, joissa niiden kovuus (raja-arvo) on noin 1000 g/cm^2 tai suurempi, jolloin arvioinnissa käytettiin penetrometriä (kartiokulma 40°C).

Esimerkki 2

Votator- laitteessa valmistettiin margariinia (1) rasvafaasista (83,64 %), joka muodostui oleiinifraktiosta, joka saatiin fraktioimalla kovetettua voirasvaa asetonissa 12°C :ssa (kts. esim. 1) ja väriaineesta (0,2 %) sekä (2) vesifaasista, jonka pH oli 4,2 ja jossa oli vettä (16 %), kaliumsorbaattia (0,1 %) ja maitohappos (0,06 %).

Margariinin muovautuvuuden ja joustavuuden arvioi asiantuntijaraati ja vertasi näitä ominaisuuksia voihiin, joka valmistettiin käsittelemällä voirasva votator- laitteen läpi. Muovautuvuus- ja joustavuustulokset olivat vertailukelpoisia votator- käsitellyn voin arvojen kanssa.

Vertailuesimerkki 2

Votator- laitteessa valmistettiin margariinia aloittamalla (1) rasvafaasista (83,64 %), jossa oli 14,64 % steariinifraktiota, joka saatiin fraktioimalla kovetettua voita asetonissa 12°C :ssa (katso esim. 1), 69 % auringonkukkaöljyä ja 0,2 % väriainetta, ja (2) vesifaasista (pH 4,2), jossa oli vettä (16 %) , kaliumsorbaattia (0,1 %) ja maitohappoa (0,06 %). Tämän margariinin muovautuvuuden ja joustavuuden arvioi asiantuntijaraati ja tuloksia verrattiin votator- käsitellyn voin tuloksiin. Todettiin, että tällä margariinilla oli riittämättömät voimaiset ominaisuudet.

Esimerkki 3

Votator- laitteessa valmistettiin margariinia aloittamalla (1) rasvafaasista (83,64 %), jossa oli toista oleiinia, joka saatiin fraktioimalla kovetettua voirasvaa asetonissa 0°C - 6°C :ssa (kts.

esim. 1) ja väriainetta (0,2 %), ja (2) vesifaasista, jonka pH oli 4,2 ja jossa oli vettä (16 %), kaliumsorbaattia (0,1 %) ja maitohappoa (0,06 %).

Tämän margariinin muovautuvuuden ja joustavuuden arvioi asiantuntijaraati ja näitä arvoja verrattiin voihin, joka oli valmistettu käsittelemällä voirasva votator- laitteen läpi. Margariinin muovautuvuus ja joustavuusarvot olivat vertailukelpoisia votator-käsitellyn voion arvoihin.

Esimerkin 2 ja vertailuesimerkkien 2 ja 3 mukaisesti valmistetut margariinit saatettiin lämpötilavaihteluun lämpötila-alueella 5-25°C. Esimerkeistä 2 ja 3 saadut margariinit säilyttivät voimaiset ominaisuutensa.

Myös lämpötilavaihtelun jälkeen todettiin, että vertailuesimerkin 2 mukaisilla margariineilla oli riittämättömät voimaiset ominaisuudet.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä voirasvan fraktioimiseksi, jonka tarkoituksena on saada fraktio, joka on sopiva margariinirasvaseoksina käytettäväksi, t u n n e t t u siitä, että
- a) voirasva hydrataan olennaisesti kaikkien tyydyttymättömien sidosten muuttamiseksi tyydyttyneiksi sidoksiksi,
 - b) hydrattu voirasva fraktioidaan liuottimen läsnäollessa joko
 - (A) yhdessä vaiheessa lämpötilassa välillä 5 - 20°C, jolloin saadaan alempana sulava oleiinifraktio (i), jossa on runsaasti triglyseriidejä, joissa on kaksi rasvahapporyhmää, joiden kummankin ketjun pituus on vähintään 16 hiiliatomia ja yksi rasvahapporyhmä, jonka ketjun pituus on 2 - 8 hiiliatomia ja korkeammalla sulava steariinifraktio (ii), jossa on runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on suurempi kuin 42, tai
 - (B) kahdessa vaiheessa, jolloin ensimmäisessä vaiheessa fraktiointi suoritetaan lämpötilassa välillä 5 - 20°C ja saadaan ylempänä sulava steariinifraktio (ii), jossa on runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on suurempi kuin 42 ja alempana sulava oleiinifraktio (i), joka sisältää runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on välillä 24 - 42 ja toinen vaihe sisältää mainitun oleiinifraktion (i) edelleen fraktioinnin jäädyttämällä se edelleen lämpötilaan, joka on alhaisempi kuin se lämpötila, jossa ensimmäinen vaihe suoritettiin, ja on 15 - -5°C, jolloin saadaan toinen steariini- ja toinen oleiinifraktio.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että voirasva hydrataan siten, että saadaan jodiluku, joka vaihtelee välillä 0 - 10.
3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u

siitä, että fraktiointi suoritetaan pinta-aktiivisen aineen sisältävän vesiliuoksen läsnäollessa.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että fraktiointi suoritetaan orgaanisen liuottimen läsnäollessa.

5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että liuotin muodostuu asetonista.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että fraktiointi suoritetaan yhdessä vaiheessa lämpötilassa välillä 8 - 20°C alempana sulavan oleiinifraktion (i) saamiseksi jossa fraktiossa on runsaasti triglyseriidejä, joissa on kaksi rasvahapporyhmää, joiden kummankin ketjun pituus on vähintään 16 hiiliatomia ja yksi rasvahapporyhmä, jonka ketjun pituus on 2 - 8 hiiliatomia, sekä ylempänä sulava stearinifraktio (ii), jossa on runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on suurempi kuin 42.

7. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että fraktiointi suoritetaan kahdessa vaiheessa, jolloin ensimmäisessä vaiheessa suoritetaan fraktiointi lämpötilassa välillä 8 - 20°C ylempänä sulavan steariinifraktion (ii) saamiseksi, jossa on runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on suurempi kuin 42 ja alempana sulavan oleiinifraktion (i) saamiseksi, jossa on runsaasti triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on välillä 24 - 42, ja jolloin toisessa vaiheessa suoritetaan mainitun oleiinifraktion lisäfraktiointi jäähdyttämällä se edelleen lämpötilaan, joka on alhaisempi kuin se lämpötila, jossa ensimmäinen vaihe suoritettiin.

8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toinen fraktiointivaihe suoritetaan lämpötilassa

välillä 10 - -5°C, jolloin saadaan toinen steariini- ja toinen oleiinifraktio.

9. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että liuotin on heksaani.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että fraktiointi suoritetaan yhdessä vaiheessa lämpötilassa välillä 5 - 20°C.

11. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että fraktiointi suoritetaan kahdessa vaiheessa, jolloin ensimmäisessä vaiheessa fraktioidaan hydrattu voirasva lämpötilassa välillä 5 - 20°C ja saadaan ylempänä sulava steariinifraktio (ii) ja alempana sulava oleiinifraktio (i) ja jolloin toisessa vaiheessa oleiinifraktio jäähdytetään edelleen toisen steariini- ja toisen oleiinifraktion aikaansaamiseksi.

12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toinen vaihe suoritetaan lämpötilassa välillä 0 - 15°C.

13. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että fraktio (i) sisältää 65 - 100 % edellä määritellyjä triglyseriidejä, joiden hiilimäärä on välillä 24 - 42.

14. Menetelmä valmistaa margariinirasvaseoksia, t u n n e t t u siitä, että emulsion rasvafaasiin sisällytetään 10 - 100 paino-% vaatimuksen 1 mukaisen menetelmän mukaan valmistettua rasvaa joka sisältää triglyseridejä, joiden hiilimäärä on välillä 24 - 42 ja joissa on kaksi rasvahapporyhmää, joissa kummassakin on vähintään 16 hiiliatomia ja yhden rasvahapporyhmän, jossa on 2 - 8 hiiliatomia.

Patentkrav

1. Förfarande för fraktionering av smörfett för att erhålla en fraktion, som är lämplig att användas i margarinfettblandningar, k ä n n e t e c k n a t därav, att
 - a) smörfett hydreras för att omvandla väsentligen alla omättade bindningar till mättade bindningar
 - b) det hydrerade smörfettet fraktioneras i närvaro av ett lösningsmedel, antingen
 - (A) i ett steg i en temperatur mellan 5-20°C för att erhålla en lägre smältande oleinfraktion (i) berikad på triglycerider innefattande 2 fettsyragrupper med vardera en kedjelängd av minst 16 kolatomer och en fettsyragrupp med en kedjelängd av 2-8 kolatomer en högre smältande stearinfraktion (ii) anrikad på triglycerider med mer än 42 kolatomer, eller
 - (B) i två steg, varvid i första steget fraktioneringen utföres i en temperatur mellan 5-20°C, för att erhålla en högre smältande stearinfraktion (ii) anrikad på glycerider med mer än 42 kolatomer och en lägre smältande oleinfraktion (i) anrikad på triglycerider med antalet kolatomer mellan 24-42, och i andra steget utföres ytterligare fraktionering av nämnda oleinfraktion (i), genom att ytterligare nedkyla den till en temperatur, som är lägre än den temperatur vid vilken första steget utfördes, och som är 15 - -5°C, och varvid erhållas en andra stearin- och en andra oleinfraktion.
2. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att smörfett hydreras så, att ett jodtal varierande mellan 0-10 erhålles.
3. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att fraktioneringen utföres i närvaro av en vatten-

lösning, som innehåller ett ytaktivt ämne.

4. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att fraktioneringen utföres i närvaro av ett organiskt lösningsmedel.

5. Förfarande enligt patentkrav 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att lösningsmedlet är aceton.

6. Förfarande enligt patentkrav 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att fraktioneringen utföres i ett steg i en temperatur mellan 8-20°C för att erhålla en lägre smältande oleinfraktion (i) anrikad på triglycerider, som har två fettsyragrupper med minst 16 kolatomer i vardera kedjan och en fettsyragrupp med 2-8 kolatomer i kedjan samt en högre smältande stearinfraktion (ii) anrikad på triglycerider med mer än 42 kolatomer.

7. Förfarande enligt patentkrav 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att fraktioneringen utföres i två steg, varvid i första steget fraktioneringen utföres i en temperatur mellan 8 - 20°C, för att erhålla en högre smältande stearinfraktion (ii) anrikad på glycerider med mer än 42 kolatomer och en lägre smältande oleinfraktion (i) anrikad på triglycerider med antalet kolatomer mellan 24-42, och varvid i andra steget utföres ytterligare fraktionering av nämnda oleinfraktion, genom att ytterligare nedkyla den till en temperatur, som är lägre än den temperatur vid vilken första steget utfördes.

8. Förfarande enligt patentkrav 7, k ä n n e t e c k n a t därav, att det andra fraktioneringssteget utföres i en temperatur mellan 10 och -5°C, varvid erhålles en andra stearin och ett andra oleinfraktion.

9. Förfarande enligt patentkrav 4, k ä n n e t e c k n a t

därav, att lösningsmedlet är hexan.

10. Förfarande enligt patentkrav 9, k ä n n e t e c k n a t därav, att fraktioneringen utföres i ett steg i en temperatur mellan 5-20°C.

11. Förfarande enligt patentkrav 9, k ä n n e t e c k n a t därav, att fraktioneringen utföres i två steg, varvid i första steget fraktioneras hydrerat smörfett i en temperatur mellan 2-50°C och erhålles en högre smältande stearingfraktion (ii) och en lägre smältande oleinfraktion (i) och varvid i andra steget oleinfraktionen kyles ytterligare, för att erhålla en andra stearinfraktion och en andra oleinfraktion.

12. Förfarande enligt patentkrav 11, k ä n n e t e c k n a t därav, att det andra steget utföres i en temperatur mellan 0-15°C.

13. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att fraktionen (i) innehåller 65-100 % ovan definierade triglycerider med antalet kolatomer mellan 24-42.

14. Förfarande för framställning av margarinfettblandningar k ä n n e t e c k n a t därav, att emulsionens fettfas omfattar 10-100 viktprocent fett, som är framställt med förfarandet enligt patentkravet 1, och som innehåller triglycerider med ett koltal på mellan 24-42, och med två fettsyragrupper med minst 16 kolatomer i vardera samt en fettsyragrupp med 2-8 kolatomer.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Hakemusjulkaisuja:-Ansökningspublikationer: Saksan Liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE) 2 832 636 (A 23 D 5/00). Iso-Britannia-Storbritannien(GB) 2 013 705 (C 11 B 7/00).

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: USA(US) 4 201 718 (C 11 C 3/12).