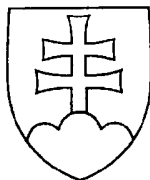


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

283 139

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁷:

A23D 9/00

A23D 7/00

C11C 3/10

C11B 7/00

- (21) Číslo prihlášky: **804-97**
(22) Dátum podania prihlášky: **4. 12. 1995**
(24) Dátum nadobudnutia účinkov patentu: **4. 3. 2003**
Vestník ÚPV SR č.: **3/2003**
(31) Číslo prioritnej prihlášky: **94203727.6**
(32) Dátum podania prioritnej prihlášky: **22. 12. 1994**
(33) Krajina alebo regionálna organizácia priority: **EP**
(40) Dátum zverejnenia prihlášky: **5. 11. 1997**
Vestník ÚPV SR č.: **11/1997**
(47) Dátum sprístupnenia patentu verejnosti: **10. 1. 2003**
(62) Číslo pôvodnej prihlášky v prípade vylúčenej prihlášky:
(86) Číslo podania medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **PCT/EP95/04820**
(87) Číslo zverejnenia medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **WO96/19115**

(73) Majiteľ: **UNILEVER N. V., AL Rotterdam, NL;**

(72) Pôvodca: **Huizinga Hindrik, Maassluis, NL;**
Sassen Cornelis Laurentius, Vlaardingen, NL;
Vermaas Leo Frans, Maassluis, NL;
Schur Paul, Willowdale, Ontario, CA;

(74) Zástupca: **Majlingová Marta, Ing., Bratislava, SK;**

(54) **Názov: Margarínová tuková zmes, spôsob prípravy tuhého tuku a plastická emulzná nátierka**

(57) **Anotácia:**

Margarínová tuková zmes a W/O emulzná nátierka obsahuje 5 až 14 % hmotnostných tuhého tuku, ktorým je stearínová frakcia interesterifikovanej zmesi 25 až 65 % hmotnostných stearínu nestuženého laurylového tuku a 75 až 35 % hmotnostných stearínu nestuženého C₁₆₊ tuku. Tiež sa poskytuje spôsob prípravy takéhoto tuhého tuku bez použitia chemickej modifikácie alebo rozpúšťadlovej, alebo Lan-za frakcionizácie.

Oblasť techniky

Vynález sa týka plastických W/O emulzných nátierok a tukových zmesí na použitie v nich. Vynález sa zvlášť týka tukových zmesí vhodných na výrobu plastických W/O emulzných nátierok, ktoré majú vysoký obsah kvapalného oleja, málo alebo žiaden stužený tuk, v podstate sú bez obsahu trans-nenasýtených mastných kyselín a s relatívne nízkou hladinou obsahu nasýtených mastných kyselín. Tiež sa týka spôsobu prípravy tuhého tuku, ktorý je vhodný na použitie v tejto tukovej zmesi.

Doterajší stav techniky

Na výrobu plastických W/O emulzných nátierok, napríklad margarínu, sa musí použiť margarínový tuk, ktorý má dobre vyvážený pomer kvapalných a tuhých tukov v celej oblasti teplôt použitia, ktorá je obvyčajne od 5 °C po asi 20 °C.

Doterajšie pokusy na splnenie tohto cieľa boli urobené s použitím zmesí prírodných tukov, ktoré majú dostatočný obsah tuhých látok, čo však vedie k produktom neuspokojivej roztierateľnosti, konzistencie a pocitu v ústach. Použitie zmesí tukov, ktoré sú stužené do rôzneho stupňa nasýtenia, je ďalším prístupom, ale z nutričných dôvodov sa v posledných rokoch prejavuje požiadavka, že hladina nasýtených mastných kyselín (SAFA) zložiek triacylových glyceridov tukov sa má udržiavať čo možno najnižšia.

Na splnenie tejto potreby boli na trhu cieleňé istý čas W/O emulzné nátierky. Typicky obsahuje margarínový tuk týchto produktov asi 87 % hmotnostných kvapalného oleja, napríklad slnečnicového oleja a 13 % hmotnostných tuhého tuku, ktorý pozostáva z náhodne interesterifikovanej zmesi úplne stuženého laurylového tuku, napríklad úplne stuženého palmového oleja a úplne stuženého palmového oleja.

Výhodnou metódou opísanou v EP 89,082 na výrobu takýchto tuhých tukov je náhodné interesterifikovanie čiastočne alebo úplne hydrogenovaného laurylového tuku, ktorý má teplotu topenia v rozsahu od 30 do 41 °C, s tukom, ktorý môže byť úplne alebo čiastočne hydrogenovaný, frakcionizovaný alebo nefrakcionizovaný, kde najmenej 60 % hmotnostných zvyškov mastných kyselín sú zvyšky C₁₆- alebo C₁₈- mastných kyselín. Tento C₁₆-C₁₈ tuk sa výhodne vyberá z palmového tuku, sójového oleja, slnečnicového oleja, kukuričného oleja, repkového oleja, ktorý má teplotu topenia od 50 do 71 °C; a frakcionizovanie interesterifikovanej zmesi. Frakcionizácia sa výhodne uskutoční v organickom rozpúšťadle. Príklady EP 89,082 ilustrujú nátierky zahŕňajúce margarínové tuky, ktoré obsahujú 90 alebo až 93 % hmotnostných slnečnicového oleja a len 7 alebo 10 % hmotnostných tuhého tuku. Tento tuk sa vyrába pomocou 2 stupňovej frakcionizácie v acetóne tak, aby sa získala stredná frakcia náhodne interesterifikovanej zmesi 50 dielov úplne hydrogenovaného palmojadrového tuku a 50 dielov úplne hydrogenovaného palmového tuku.

Dnes existujú spotrebiteľia, ktorí prejavujú záujem o chemicky modifikované tuky, napríklad hydrogenáciou alebo stužením, ktoré môže viesť k trans-nenasýteniu, ak je zahrnuté čiastočné stuženie.

Na splnenie potreby nátierok s nízkymi obsahmi SAFA v margarínovom tuku, ktorý bol vyrobený bez použitia hydrogenácie, CA 2 098 314 navrhuje pripraviť tuhý tuk chemickým interesterifikovaním zmesi všeobecne rovnakých podielov palmového stearínu a palmojadrového stea-

rínu. Tento tuhý tuk by mal mať nasledujúce obsahy tuhých látok, podľa merania pomocou AOCS metódy CD 16 – 81:

Teplota (°C)	% tuhých látok	rozptyl ±x %
5	70,49	2 %
10	64,45	2 %
20	49,83	2 %
25	45,66	2 %
30	34,13	2 %
35	22,17	2 %
40	10,90	2 %

Aby sa získal margarínový tuk na výrobu nátierok, zmiešava sa 14 až 21,1 % hmotnostných, výhodne 14,5 až 16 % hmotnostných, zvlášť asi 16 % hmotnostných tohto tuhého tuku s doplnkom rastlinného oleja, napríklad olivového oleja, kanola oleja a/alebo slnečnicového oleja.

Tento prístup z CA 2,098,314 vedie k produktom s vyššími obsahmi SAFA a nižšími obsahmi cis-nenasýtených mastných kyselín (UFA), so zvlášť nižšími obsahmi úplne cis polynenasýtených kyselín (PUFA), než v opísaných produktoch, pretože pomer SAFA a UFA alebo PUFA je široko determinovaný množstvami tuhého tuku a kvapalného oleja v margarínovom tuku. To by sa mohlo javiť ako nevyhnutná cena, ktorá sa má zaplatiť za nepoužitie úplne stužených olejov. Takýto záver je však nežiaduci. Preto existuje potreba margarínových tukov, ktoré sú také dobré ako doterajšie produkty z hľadiska nutričných vlastností, ako aj senzorických vlastností výsledných nátierok, ale ktoré sú vyrobené bez použitia hydrogenácie.

Podstata vynálezu

Zistili sme teraz, že tento cieľ sa môže dosiahnuť v značnom rozsahu. Podľa toho tento vynález poskytuje margarínový tukovú zmes v podstate obsahujúcu 86 až 95 % hmotnostných kvapalného oleja a 5 až 14 % hmotnostných tuhého zásobného tuku, tento tuhý tuk je stearínová frakcia interesterifikovanej zmesi 25 až 65 % hmotnostných, a výhodne 35 až 55 % hmotnostných, stearínu nestuženého laurylového tuku a 75 až 35 % hmotnostných, a výhodne 65 až 45 % hmotnostných, stearínu nestuženého C₁₆₊ tuku. Výhodné uskutočnenia tejto tukovej zmesi sú uvedené v nárokoch 2 až 9. Vynález ďalej poskytuje plastickú W/O emulznú nátierku, ktorá obsahuje vodnú fázu a olejovú fázu, ktorá prevládajúco pozostáva z margarínovej tukovej zmesi podľa tohto vynálezu.

Ak sa na interesterifikáciu vyberú nestužené prírodné rastlinné tukové produkty, ktoré majú dostatočný obsah nasýtených mastných kyselín, ako napríklad laurylové tukové frakcie a frakcie palmového oleja, môže sa na minimum zredukovať chemická modifikácia tukov a hladina trans-mastných kyselín v konečnej tukovej zmesi sa môže ľahko obmedziť takmer na nulu.

Boli sme však veľmi prekvapení, že s našim tuhým tukom vyrobeným z nehydrogenovaného tuku, sme dosiahli dosť podobné výsledky vzhľadom na nutričné vlastnosti nátierky ako EP 89,082. EP 89,082 sa plne sústreďuje na dosiahnutie minimálneho obsahu SAFA v hraniciach senzorickej prijateľných vlastností produktu. Na tento cieľ používa úplný rozsah techník modifikácie tuku vrátane hydrogenácie, chemickej interesterifikácie, rozpúšťadlovej frakcionizácie a dokonca chemickej syntézy triglyceridov. Ako bude vysvetlené ďalej, zistili sme, že s našim prístupom sme v podstate dosiahli účinnosť EP 89,082 bez použitia rozpúšťadlovej frakcionizácie, chemickej interesterifi-

kácie, alebo ďalších techník chemickej modifikácie. Tieto výsledky sa môžu dosiahnuť len s použitím najmiernejších biologických a fyzikálnych techník enzymatickej interesterifikácie, suchej frakcionizácie a zmiešavania.

Ďalej sme zistili, že s našim prístupom, v porovnaní s produktmi založenými na hydrogenovanom tuhom tuku, ako najbežnejšie aplikovanom pre tieto nízko SAFA W/O nátiery, sa môžu získať produkty so zlepšeným pocitom v ústach a zlepšeným topením sa v ústach.

Pojmy „tuk“ a „olej“ sú v tejto prihláške používané ako synonymá. Pojem „tuhý tuk“ zodpovedá triglyceridom mastných kyselín, z ktorých najmenej väčšina, výhodne najmenej 90 % hmotnostných z mastných kyselín sú nasýtené mastné kyseliny. Takéto triglyceridové zmesi sú pri teplote okolia tuhého. Tuhý tuk môže obsahovať dva alebo viaceré rôzne tuhé tuky, t. j. môže pozostávať z 2 alebo viacerých stearinových frakcií, z ktorých sa každá získa frakcionizovaním interesterifikovanej zmesi 25 až 65 % hmotnostných nenasýteného stearinu laurylového tuku a 75 až 35 % hmotnostných stearinu nestuženého C₁₆₊ tuku. „Margarínový tuk“ je tuková zmes, ktorá je vhodná na použitie ako samostatný tuk v plastických W/O nátiarkach alebo v margaríne; takýto margarínový tuk obyčajne zahŕňa tuhý tuk a kvapalný olej. Pojem „kvapalný olej“ sa používa v tejto prihláške pre triglyceridové zmesi, ktoré sa lejú pri 5 °C. Výhodne je obsah tuhých zložiek v kvapalnom oleji 0 pri 20 °C, výhodnejšie je 0 pri 15 °C. Tuhé tuky, z ktorých boli odstránené zložky s nižšou teplotou topenia budú označované ako „stearínové frakcie“. Stearínová frakcia je na účely opisu a nároky definovaná ako triglyceridová zmes alebo tuková zmes, z ktorej bolo odstránených najmenej 10 % hmotnostných zložiek s nižšou teplotou topenia niektorým spôsobom frakcionizácie, napríklad suchou frakcionizáciou, viac-stupňovou protiprúdovou suchou frakcionizáciou alebo rozpúšťadlovou frakcionizáciou.

V tejto prihláške sú všetky diely, podiely a percentá hmotnostné; množstvo mastných kyselín v oleji alebo tuku je založené na celkovom množstve mastných kyselín v zmienenom oleji alebo tuku a množstvo tuhého tuku a/alebo tuhého tuku v tukovej zmesi je založené na celkovej hmotnosti zmienenej tukovej zmesi, ak to nie je uvedené inak.

Obsah tuhých zložiek (SFC) je v tomto opise a nárokoch vyjadrené ako N-hodnota, v podstate, ako je definovaná v Fette, Seifen Anstrichmittel 80, 180 - 186 (1978). Stabilizačným aplikovaným profilom je zahriatie na teplotu 80 °C, udržiavanie oleja počas najmenej 10 minút pri teplote 60 °C alebo vyššej, uchovávanie oleja počas 16 hodín pri teplote 0 °C a potom 30 minút pri teplote merania s výnimkou, kde je to uvedené inak.

Na zníženie hladiny obsahu nasýtených mastných kyselín a pritom ešte na získanie prijateľnej reológie nátiery pripravenej nakoniec s použitím tukovej zmesi podľa tohto vynálezu sa interesterifikovaná zmes frakcionizuje a odstránia sa z nej zložky s nižšou teplotou topenia. Vo výhodnejšom uskutočnení je frakcionizácia vedená tak, že menej ako 15 % hmotnostných a dokonca výhodnejšie menej ako 10 % hmotnostných skupín nenasýtených mastných kyselín sa zachová v stearínovej frakcii.

Z dôvodov „prirodzenosti“, t. j. minimálnej alebo žiadnej chemickej modifikácie bude interesterifikácia výhodne enzymaticky katalyzovaná interesterifikáciou s konverzným pomerom výhodne viac ako 80 %, výhodnejšie viac ako 90 % a najvýhodnejšie viac ako 95 %. V tejto oblasti sa enzymatické reakcie nezahŕňajú ako chemické modifikácie. „Stupeň konverzie“ alebo „konverzný pomer“ sa vhodne

hodnotí s použitím CN-číselnej analýzy nasledujúcim spôsobom:

$$\text{Stupeň konverzie}(x) = \frac{[\text{CN}_{44} + \text{CN}_{46}](x) - [\text{CN}_{44} + \text{CN}_{46}]}{[\text{CN}_{44} + \text{CN}_{46}](100) - [\text{CN}_{44} + \text{CN}_{46}]} \times 100 \%$$

CN₄₄ a CN₄₆ označuje množstvo glyceridov, ktorých zvyšky mastných kyselín esterifikované na glyceride majú 44 a 46 uhlíkových atómov

(0) označuje zmes stearinu laurylového tuku a stearinu C₁₆₊ tuku pred začiatkom interesterifikácie,

(100) označuje zmes potom, ako bola interesterifikácia uskutočnená do úplnosti,

(x) označuje zmes, ktorej stupeň konverzie sa určuje.

Analýza počtu uhlíkov je v tejto oblasti dobre známa technika. Vhodný opis je napríklad daný v EP 78,568.

Rovnako sú z dôvodov prirodzenosti uprednostňované produkty suchej frakcionizácie pred produktmi rozpúšťadlovej frakcionizácie.

Enzymatická interesterifikácia sa môže výhodne urobiť pomocou 1,3 špecifickej lipázy ako biokatalyzátora. Boli sme prekvapení, že sa takouto interesterifikáciou dali dosiahnuť požadované výsledky. Zvyšky nenasýtených mastných kyselín, ktoré sú v praxi vždy prítomné v nestuženom stearíne laurylového tuku a stearíne nestuženého C₁₆₊ tuku sa obohatia v polohe-2 triglyceridov. Teda relatívne nízke množstvo nenasýtených mastných kyselín, napríklad 10 % hmotnostných, zodpovedá podstatne väčšiemu množstvu nenasýtených triglyceridov, teoreticky do 30 % hmotnostných. V 1,3 enzymatickej interesterifikácii sa mastné kyseliny v polohe-2 triglyceridov nemenia. Očakávali sme, že na získanie uspokojivých produktov by to mohlo viesť k potrebe použitia väčšieho množstva tuhého tuku, ale zistili sme, že s prístupom podľa tohto vynálezu to tak nie je.

V praxi bude laurylovým tukom kokosový olej, palmový olej alebo olej babasu, hoci v princípe sa tiež môžu použiť niektoré vzácnejšie laurylové tuky. Pod pojmom stearinu C₁₆₊ tukov sa mienia stearíny prírodných tukov, ktoré majú najmenej 65 % hmotnostných nasýtených mastných kyselín s dĺžkou reťazca 16 uhlíkových atómov alebo viac.

Na zlepšenie účinnosti tuhého tuku z interesterifikačnej reakcie a na zníženie jeho relatívneho množstva pri použití na to, aby sa poskytla margarínová tuková zmes s požadovaným nízkym obsahom SAFA, sa musí použiť stearínová frakcia laurylových tukov. Konkrétne sme zistili, že je výhodné použitie stearínovej frakcie palmojadrového oleja. Stearín laurylového tuku výhodne obsahuje menej ako 15 % hmotnostných, výhodnejšie menej ako 10 % hmotnostných nenasýtených mastných kyselín. Iné výhodné rysy stearinu laurylového tuku sú:

Vlastnosť	výhodne	výhodnejšie	najvýhodnejšie
I.V.	≤ 15	5 - 12	6 - 9
C ₈ - C ₁₄	≥ 70	≥ 75	≥ 80
C ₁₂ - C ₁₄	≥ 65	≥ 70	≥ 75

C₈-C₁₄ označuje spojené množstvá zvyškov mastných kyselín tuku, ktoré majú dĺžku reťazca najmenej 8 a najviac 14 uhlíkových atómov. C₁₂-C₁₄ má zodpovedajúci význam. Stearínová frakcia laurylového tuku sa výhodne vyrába suchou frakcionizáciou laurylového tuku s použitím metód, ktoré sú v tomto odbore dobre známe.

Zo skôr vyjadreného dôvodu sú stearínmi C_{16+} tuku stearíny nenasýtených prírodných tukov, ktoré obsahujú výhodne najmenej 80 % hmotnostných a výhodnejšie najmenej 90 % hmotnostných nasýtených mastných kyselín. Vhodným príkladom tohto tuku je stearín palmového oleja. Stearín C_{16+} tuku sa môže získať pomocou rozpúšťadlového alebo Lanza frakcionizačného procesu. Výhodne sa však pripravuje bez použitia organického rozpúšťadla alebo vodného prostredia obsahujúceho povrchovo aktívne látky, t. j. výhodne sa pripravuje suchou frakcionizáciou, napríklad s použitím jedno- alebo dvojstupňovej suchej frakcionizácie na získanie frakcie s vyššou teplotou topenia. Je zvlášť výhodné, ak sa stearín C_{16+} tuku pripravuje pomocou viacstupňového protiprúdového suchého frakcionizačného procesu. Takýto proces je opísaný v EP 399,597. Najvýhodnejšie sa stearín palmového oleja pripravuje takýmto procesom.

Iné výhodné rysy stearínu laurylového tuku sú:

Vlastnosť	výhodne	výhodnejšie	najvýhodnejšie
Zvyšky nenasýtených mastných kyselín (% hmotnosti)	≤ 20	≤ 15	7–10
Jódové číslo	≤ 18	6–16	10–15
Obsah C_{16}	≥ 70	75–88	80–85

Obsah C_{16} označuje obsah zvyškov kyseliny palmitovej v tuku.

Zistili sme, že aby bolo možné získať požadovaný nízky obsah SAFA v margarínovej tukovej zmesi, je potrebné použiť v zmesi, ktorá sa interesterifikuje, 25 až 65 % hmotnostných nestuženého stearínu laurylového tuku a 75 až 35 % hmotnostných stearínu nestuženého C_{16+} tuku. Pri vyšších množstvách laurylového stearínu sa nedal dosiahnuť požadovaný nízky obsah SAFA. Zistili sme, že pri použití vyšších množstiev stearínu C_{16+} tuku už neboli dobré organoleptické vlastnosti výslednej nátierky.

Štruktúruci účinok tukovej zmesi získanej interesterifikáciou, keď sa používa ako tuhý tuk, je optimálny, ak sa použije interesterifikačná reakcia 35 až 55 % hmotnostných stearínu laurylového tuku a 45 až 65 % hmotnostných stearínu C_{16+} tuku.

Voľba a množstvo nenasýteného stearínu laurylového tuku a stearínu C_{16+} tuku a stupeň konverzie v prípade enzymatickej interesterifikácie sa výhodne vyberajú tak, že hodnota $CN_{44}+CN_{46}$ interesterifikovanej zmesi meraná podľa analýzy počtu uhlíkov je najmenej 25, výhodnejšie najmenej 27, zvlášť 30 až 50. CN_{48+} je výhodne najviac 45, výhodnejšie najviac 40, zvlášť 12 až 38. CN_{48+} označuje spojené množstvo CN_{48} a vyšších uhlíkových čísel, odrážajúc celkové množstvo triglyceridov, v ktorých 3 reťazce spolu majú 48 alebo viac uhlíkových atómov.

Na získanie tuhého tuku sa musí interesterifikovaná zmes frakcionizovať tak, aby sa získal stearín. Toto sa môže uskutočniť rozpúšťadlovou frakcionizáciou, ale výhodne sa stearínová frakcia získa pomocou suchej frakcionizácie, napríklad pomocou jedno- alebo dvojstupňovej frakcionizácie, tak aby sa získala frakcia s vyššou teplotou topenia. Napríklad v dvojstupňovej frakcionizácii sa najprv môže získať stearín, ktorý sa potom frakcionizuje znova a stearín z druhého stupňa sa môže použiť ako tuhý tuk. Stearín sa tiež môže získať podrobným interesterifikovanej zmesi mnohostupňovej protiprúdovej suchej frakcionizácii na získanie stearínu. Nech sa použije ktorýkoľvek spôsob, výhodne sa uskutočňuje tak, že získaný stearín, ktorý sa má použiť ako tuhý tuk, obsahuje menej ako 15 % hmotnostných, výhodnejšie menej ako 10 % hmotnostných, zvlášť

menej ako 9 % hmotnostných nenasýtených mastných kyselín.

Iné výhodné rysy stearínu sú:

$CN_{44}+CN_{46} > 25$, výhodnejšie 30 až 60, zvlášť 35 až 55, a $CN_{48+} < 55$, výhodnejšie < 50 , zvlášť 20 až 48.

Zvláštny význam majú z hľadiska frakcionizácie vlastnosti získaného vedľajšieho produktu. Frakcionizácia je drahý proces a výťažok frakcie jednej primárne požadovanej látky môže byť malý, často oveľa menej ako 50 % hmotnostných. Ak potom vedľajšie produkty, takzvaná sekundárna frakcia alebo frakcie nemajú atraktívne vlastnosti v porovnaní s bežne dostupnými olejmi a tukmi, frakcionizačné ceny môžu robiť celý návrh ekonomicky neuskutočniteľným. Zistili sme, že vo väčšine výhodných spôsobov výroby tuku s vlastnosťami požadovanými pre túto margarínovú tukovú zmes, frakcionizácia interesterifikovanej zmesi sa môže prekvapivo uskutočniť suchým frakcionizačným procesom za poskytnutia ako sekundárneho produktu oleínovej frakcie s veľmi atraktívnymi vlastnosťami.

Podľa toho vynález tiež poskytuje spôsob prípravy zásobného tuhého tuku vhodného na použitie ako tuhý tuk v margarínových tukových zmesiach podľa tohto vynálezu, kde:

- * pripraví sa zmes z 25 až 65 % hmotnostných, výhodne 35 až 55 % hmotnostných nestuženého sucho frakcionovaného palmojadrového stearínu a 75 až 35 % hmotnostných, výhodne 65 až 45 % hmotnostných nestuženého stearínu sucho frakcionovaného palmového oleja,

- * zmes sa enzymaticky interesterifikuje na stupeň konverzie najmenej 80 %, výhodne najmenej 90 %, výhodnejšie 95 až 100 %

- * interesterifikovaná zmes sa sucho frakcionizuje s použitím separačnej teploty 31 až 42 °C, výhodne 33 až 38 °C, a

- * získa sa stearínová frakcia.

Ďalšie výhodné aspekty v súvislosti s prípravou tuhého tuku zmienené skôr sú tiež výhodnými rysmi tohto procesu. Takto získaný tuhý tuk je najvýhodnejším tuhým tukom použitým v margarínovej tukovej zmesi. Frakcionizácia interesterifikovanej zmesi je výhodne jedностupňová a suchá frakcionizácia poskytujúca jednu stearínovú frakciu a jednu oleínovú frakciu.

Vo výhodnom uskutočnení sa z frakcionizačného kroku procesu tiež získava oleínová frakcia, ktorá má výhodne tento profil obsahu tuhého tuku:

Oleín	výhodne	výhodnejšie	najvýhodnejšie
N_{10}	≥ 89	90 až 97	91 až 95
N_{20}	55 až 87	60 až 83	62 až 80
N_{30}	6 až 35	10 až 32	15 až 30
N_{35}	0 až 12	0 až 10	0 až 8

Tento oleín je pripravený bez akejkoľvek chemickej modifikácie, ako je napríklad hydrogenácia alebo chemická interesterifikácia a bez použitia rozpúšťadlovej alebo Lanza frakcionizácie. Je už vynikajúco vhodný na použitie ako tuk na varenie alebo pečenie alebo na použitie na prípravu takýchto tukov alebo W/O emulzných nátierok, napríklad margarínov, ktoré nie sú navrhované s minimálnym obsahom SAFA. V závislosti od požadovanej tvrdosti takýchto nátierok, sa tento oleín môže vhodne včleniť do margarínového tuku takýchto nátierok s hladinou do 50 % hmotnostných alebo aj vyššou. Spojené vlastnosti nízkeho N_{35} , vysokého N_{20} a „prirodzenosti“ robia tento oleín veľmi atraktívnym.

Margarínová tuková zmes v podstate obsahuje 86 až 95 % hmotnostných kvapalného oleja a 5 až 14 % hmotnostných tuhého tuku. Pod „v podstate obsahuje“ sa mieni, že margarínová tuková zmes by nemala obsahovať viac ako 5 % hmotnostných iného glyceridového tuku než kvapalný olej a tuhý tuk. Výhodne margarínový tuk pozostáva z 86 až 95 % hmotnostných kvapalného oleja a 5 až 14 % hmotnostných tuhého tuku, výhodnejšie margarínový tuk obsahuje 5 až 12 % hmotnostných tuhého tuku, zvlášť 6 až 10 % hmotnostných tuhého tuku, doplnok pozostáva z kvapalného oleja.

Výhodnými kvapalnými olejmi sú nízko erukový repkový olej, sójový olej, slnečnicový olej, saflórový olej, ľanový olej, varianty týchto olejov s vysokým obsahom zvyškov kyseliny olejovej, podzemnicový olej, olivový olej a zmesi dvoch a viacerých z nich. Je zvlášť výhodné, ak sa kvapalný olej vyberá tak, že pomer „omega6“ a „omega3“ nenasýtených mastných kyselín je medzi 20 : 1 a 2 : 1, zvlášť medzi 10 : 1 a 5 : 1.

Plastická W/O emulzná nátierka obsahuje vodnú fázu a olejovú fázu pozostávajúcu z viac ako 50 % hmotnostných margarínovej tukovej zmesi podľa tohto vynálezu. Olejová fáza môže obsahovať okrem margarínovej tukovej zmesi malé množstvá aditív, ako sú napríklad bežne používané v takýchto produktoch. Môže napríklad obsahovať emulzifikátory, príchuti, farbivá, vitamíny atď. Podobne môže vodná fáza okrem vody obsahovať zložky mlieka, príchuti, konzervačné látky, štruktúrujúce a gélujúce reagenty, atď. Emulzná nátierka výhodne obsahuje 10 až 85 % hmotnostných olejovej fázy a 90 až 15 % hmotnostných vodnej fázy.

Výhodne emulzná nátierka pozostáva z 30 až 83 % hmotnostných olejovej fázy a 17 až 70 % hmotnostných vodnej fázy. Výhodne sú zložkami použitými v nátierke inými ako margarínová tuková zmes prírodné zložky, skôr ako zložky vyrábané chemicky.

Tuky a tukové zložky opísané v tomto dokumente môžu byť čiastočne alebo úplne rafinované pred spracovaním alebo po spracovaní opísanom v tejto prihláške, alebo sa takéto rafinovanie môže aplikovať medzi opísanými krokmi. V ktoromkoľvek prípade tuky a tukové zložky včlenené v konzumovateľných konečných produktoch sú plne rafinované s výnimkou tukov alebo tukových zložiek, ktoré nepotrebujú takéto rafinovanie, napríklad olivový olej. Na rafinovanie sa môžu použiť konvenčné metódy známe dobre v tejto oblasti.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Na lepšie pochopenie vynálezu bude jeho niekoľko praktických uskutočnení opísané v nasledujúcich príkladoch. Diely a percentá používané v týchto príkladoch, opise a nárokoch zodpovedajú hmotnosti, ak to nie je uvedené inak. Na výrobu nátierok sa možno odkázať na rôzne učebnice, napríklad *The Chemistry and Technology of Edible Oils and Fats and their High Fat Products* od G. Hoffmana; Academic Press London 1989, strana 319 a nasledujúce a zvlášť strany 320 až 321.

Príklad 1

Rozpúšťadlovo frakcionizovaný stearín palmového oleja, ktorý mal obsah kyseliny palmitovej 77,9 % hmotnostných a sucho frakcionizovaný stearín palmojadrového oleja, ktorý mal obsah nenasýtených mastných kyselín 8,3 % hmotnostného sa zmiešali v pomere 65 : 35 a následne sa chemicky interesterifikovali.

Následne sa reakčná zmes podrobila jednostupňovému acetónovému frakcionizačnému procesu, ktorý poskytol 68 % hmotnostných stearínovej frakcie, podľa merania pomocou NMR, obsahujúcej 8,3 % hmotnostného nenasýtených mastných kyselín (UFA). Vlastnosti použitých frakcií, interesterifikovanej zmesi a výsledného stearínu sú sumarizované v tabuľke 1.

Tabuľka 1

	Palmový stearín	Palmojadrový stearín	Interesterifikovaná zmes	Stearín interesterifikovanej zmesi
FAME				
C ₈	-	2,0		0,2
C ₁₀	-	2,9		0,6
C ₁₂	0,2	55,1		16,5
C ₁₄	1,5	20,7		8,4
C ₁₆	77,9	8,9		60,4
C ₁₈	5,4	2,0		4,9
C _{18:1}	12,3	7,0		7,6
C _{18:2}	2,0	1,2		0,7
iné	0,7	0,2		0,7
C ₁₆₊ nasýtené	83,7			
nenasýtené	14,5	8,3		8,3
C ₈ - C ₁₄		80,7		
C ₁₂ - C ₁₄		75,8		
CN				
CN ₄₄ + CN ₄₆			36,3	39,2
CN ₄₈₊			34,3	39,2

Výsledný stearínový produkt sa použil ako tuhý tuk a zmiešal sa s úplne rafinovaným slnečnicovým olejom v pomere 8 : 92. Obsah SAFA v tejto margarínovej tukovej zmesi bol 17 % hmotnostných. Obsah trans nenasýtených mastných kyselín bol menej ako 1 % hmotnostných.

Z tejto zmesi sa vyrobila nátierka, ktorá mala nasledujúce zloženie:

69,55 % hmotnostných	tuková zmes
0,15 % hmotnostného	Admul 6203 (monoglyceridový emulzifikátor ex Quest, Naarden, Holandsko)
0,2 % hmotnostného	cetinol (komerčná v etanole rozpustná lecitínová frakcia ex Unimills Zwijndrecht Netherlands)
0,1 % hmotnostného	β-karotén (0,4 % hmotnostného)
29,3 % hmotnostného	voda
0,6 % hmotnostného	sušené odstredené mlieko
0,1 % hmotnostného	sorbát draselný

Zmes sa spracovala v laboratórnom rozsahu v konvenčnej A-A-C sekvencii s prietokom 5,6 kg/hodinu, výstupnou teplotou na druhej A jednotke (800 ot/min.) 7,7 °C a výstupnou teplotou na C jednotke (100 ot/min.) 8,7 °C.

N-profil zmesi (meraný s jednodinovou a so 16 hodinovou stabilizáciou pri 0 °C) a tvrdosť výslednej nátierky sú uvedené v tabuľke 2.

Tabuľka 2

Stabilizácia pri 0 °C	1 hodinu	16 hodín
N ₁₀	7,8	8,3
N ₁₀	4,2	4,8
N ₁₀	2,3	2,5
N ₁₀	0,7	0,6
St 5	62	
St 10	52	
St 15	47	
St 20	31	

Stevensové hodnoty tvrdosti pri určitej teplote t sa určili po uskladnení 1 deň pri 15 °C, potom 1 týždeň pri 5 °C a potom 1 deň na dosiahnutie rovnováhy pri teplote t , použitím 6,35 mm priemeru válcu v Stevens-LFRA Texture Analyzer (ex Stevens Advanced Weighing Systems, Dunmore, U.K.) so zaťaženie 1000 g, v režime „normal“ a nastavenom na 10 mm hĺbku penetrácie a penetračnú rýchlosť 2 mm/s.

Príklad 2

Stearín palmového oleja z mnohostupňovej protiprúdovej suchej frakcionizácie, ktorý mal obsah kyseliny palmitovej 79,4 % hmotnostných a sucho frakcionizovaný stearín palmojadrového oleja, ktorý mal obsah nenasýtených mastných kyselín 8,1 % hmotnostného sa zmiešali v pomere 50 : 50 a následne sa interesterifikovali s použitím enzýmu ako katalyzátora.

Enzymatická interesterifikačná reakcia sa uskutočnila v náplňovom reaktore laboratórneho rozsahu, ktorý obsahoval 75 g enzýmu na nosiči SP392 (komerčne dostupný od Novo). Reakčná teplota bola 75 °C a prietok bol 50 g/hodinu. Tieto reakčné podmienky vedú k 97 % konverzii vypočítanej na základe analýzy počtu uhlíkov.

Následne sa reakčný produkt frakcionizoval pomocou jednostupňového suchého frakcionizačného procesu, čo poskytlo 30 % hmotnostných stearínovej frakcie, ktorá mala 6,0 % hmotnostných UFA a zloženie, ako je uvedené v tabuľke 3. Separčná teplota bola 35 °C. Niektoré ďalšie údaje o použitých východiskových materiáloch a interesterifikovanej zmesi sú tiež uvedené v tabuľke 3.

Tabuľka 3

FAME/%	Palmový stearín	Palmojadrový stearín	Interesterifikovaná zmes	Konečná stearínová frakcia
C _{8:0}	0,0	1,7		0,5
C _{10:0}	0,0	2,6		0,8
C _{12:0}	0,2	54,0		20,0
C _{14:0}	1,3	22,2		11,3
C _{16:0}	79,4	8,9		56,4
C _{18:0}	4,8	2,3		4,3
C _{18:1}	10,8	6,8		5,1
C _{18:2}	2,1	1,1		0,8
C _{20:0}	0,3	0,1		0,2
C _{20:1}	0,2	0,2		0,1
C _{22:0}	0,1	0,0		0,4
C _{22:1}	0,2	0,1		0,0
iné	0,6	0,10		0,1

C ₁₆₊ nasýtené	84,6			
nenasýtené	13,3	8,1		6,0
C ₈ - C ₁₄		80,5		
C ₈ - C ₁₄		76,2		
CN			32,9	39,4
CN ₄₄₊ + CN ₄₆			22,8	31,7
CN ₄₈₊				

Táto konečná stearínová frakcia sa použila ako tuhý zásobný tuk a zmiešala sa s úplne rafinovaným sľečnicovým olejom v pomere 8 : 92, čím poskytla margarínovú tukovú zmes. Obsah SAFA v tejto zmesi bol 18 % hmotnostných. Obsah trans nenasýtených mastných kyselín bol zanedbateľný. Z tejto zmesi sa vyrobila nátierka, ktorá mala také zloženie, ako je opísané v príklade 1.

Zmes sa spracovala v laboratórnom rozsahu v konvenčnej A-A-C sekvencii s prietokom 5,6 kg/hodinu, výstupnou teplotou na druhej A jednotke (800 ot/min.) 7,7 °C a výstupnou teplotou na C jednotke (100 ot/min.) 8,8 °C.

N-profil zmesi (meraný s jednodinovou a so 16 hodinovou stabilizáciou pri 0 °C) a tvrdosť výslednej nátierky sú uvedené v tabuľke 4.

Tabuľka 4

Stabilizácia	1 hodina	16 hodín
N ₁₀	7,4	7,6
N ₂₀	4,2	4,7
N ₃₀	1,6	1,9
N ₃₅	1,0	1,0
St 5	65	
St 10	49	
St 15	50	
St 20	38	

Produkt mal dobré vlastnosti rozotierateľnosti, plasticity a prejavoval vynikajúce správanie sa pri topení.

Olejinová frakcia získaná ako vedľajší produkt z interesterifikovanej zmesi mala nasledujúce N-hodnoty:

N ₅	92,5
N ₁₀	91,6
N ₂₀	71,7
N ₃₀	25,3
N ₃₅	3,9

Na porovnanie sa pripravila podobným spôsobom nátierka s výnimkou, že sa ako tuhý tuk použilo 8 % hmotnostných z rozpúšťadla frakcionizovaného stearínu náhodne interesterifikovanej zmesi 50 dielov úplne stuženého palmojadrového oleja a 50 dielov úplne stuženého palmového oleja. Získaná nátierka bola veľmi podobná z hľadiska tuhosti a rozotierateľnosti. Obsah SAFA tohto porovnávacieho produktu bol veľmi málo vyšší. Ale pri hodnotení panelom hodnotiteľov naslepo bol produkt podľa tohto vynálezu jasne uprednostňovaný, pretože jeho organoleptické vlastnosti sa považovali za lepšie. To ilustruje, že sa podľa tohto vynálezu môže dosiahnuť nie len „prirodzenosť“ bez akéhokoľvek nepriaznivého účinku na nutričnú kvalitu produktu, ale dokonca sa môžu získať senzoričky atraktívnejšie produkty v porovnaní s doterajšími produktmi.

Príklady 3 a 4

Vyrobili sa margarínové tukové zmesi tak, ako je opísané v príklade 2 s použitím tých istých surovinných materiálov s výnimkou, že sa použili rôzne zmiešavacie pome-

ry palmového steárinu a palmojadrového steárinu. Použité zmiešavacie pomery, aplikované separačné teploty a výsledky získané pre tuhý tuk sú zosumarizované v tabuľke 5.

Tabuľka 5

Príklad	Porov. 1	Príklad 3	Príklad 4
Zmiešavací pomer			
Palmový steárin	30	40	60
Palmojadrový steárin	70	60	40
Interesterifikovaná zmes			
CN ₄₄ +CN ₄₆	25,0	26,7	31,3
CN ₄₈₊	10,4	12,5	32,4
Separčná teplota	32 °C	35 °C	38 °C
Výťažok steárinu	24 %	14 %	37 %
FAME steárinu			
C ₈	0,7	0,7	0,4
C ₁₀	1,2	1,1	0,6
C ₁₂	30,8	26,3	15,0
C ₁₄	16,4	14,9	8,6
C ₁₆	40,1	45,6	65,1
C ₁₈	5,8	6,0	4,4
C _{18:1}	4,0	4,1	4,6
C _{18:2}	0,6	0,7	0,8
iné	0,4	0,6	0,5
nenасыtené	4,7	4,9	5,4
CN steárinu	35,9	37,2	33,8
CN ₄₄ +CN ₄₆	35,9	37,2	33,8
CN ₄₈₊	15,1	21,4	45,9

Margarínový tuk sa pripravil zmiešaním 8 alebo 10 % hmotnostných tuhého tuku s 92 % hmotnostnými alebo 90 % hmotnostnými slnečnicového oleja. Na uľahčenie porovnania sa takéto margarínové tuky tiež pripravili zo tuhého tuku z príkladu 2. Margarínové tuky mali N-hodnoty, ako sú uvedené v tabuľke 6. Vo všetkých prípadoch bol obsah zvyškov trans nenasýtených kyselín zanedbateľný. Obsahy SAFA boli pri zmesiach s 8 % hmotnostnými tuhého tuku málo menej ako 18 % hmotnostných. Pre zmesi s 10 % hmotnostnými tuhého zásobného tuku bol tento obsah práve viac ako 19 % hmotnostných.

Tabuľka 6

Príklad	Porov. 1	Pr. 3	Pr. 2	Pr. 4
8 % hmotn. tuhého tuku				
N ₅	8,2	8,5	8,9	9,9
N ₁₀	6,7	6,8	7,6	8,6
N ₁₅	4,8	5,4	5,9	7,1
N ₂₀	3,5	3,7	4,8	6,3
N ₂₅	1,2	2,2	3,5	4,8
N ₃₀	0,1	0,9	1,8	3,8
N ₃₅	0	0	0,8	2,7
10 % hmotn. tuhého tuku				
N ₅	10,5	10,2	10,9	
N ₁₀	8,7	9,2	9,7	
N ₁₅	6,4	7,0	7,6	
N ₂₀	4,0	4,7	6,1	
N ₂₅	1,9	2,8	4,6	
N ₃₀	0,5	1,9	3,0	
N ₃₅	0,1	0,2	1,8	

Z tuku z príkladu 4 bola pripravená len zmes s 8 % hmotnostnými, pretože táto zmes bola už dosť tuhá. Aby

bola možnosť pripraviť nátierku s minimálnym obsahom SAFA, pričom by sa ešte získal produkt s dostatočnou tuhosťou, dobrou roztierateľnosťou a dostatočnou stabilitou pri uchovávaní produktu obmedzený čas mimo chladničky, je výhodne N₁₀ najmenej asi 8 a N₂₀ je najmenej 4,5.

Uvedené výsledky ukazujú, že s použitím 30 % hmotnostných steárinu palmového oleja a 70 % hmotnostných steárinu palmojadrového oleja (porovnanie 1) sa cieľové N₂₀ nespĺňa, ani keď sa použije 10 % hmotnostných tuhého zásobného tuku.

Pri 40 % hmotnostných palmového steárinu a 60 % hmotnostných palmojadrového steárinu (príklad 3) sa ciele môžu splniť pri hladine asi 9 % hmotnostných až 10 % hmotnostných tuhého tuku, čo robí tento tuhý tuk práve prijateľným z hľadiska týchto štandardov. Zásobné tuhé tuky z príkladu 2 a príkladu 4 sú jasne lepšie a môžu sa používať na hladine 8 % hmotnostných alebo možno aj nižšej. Okrem toho, výťažky steárinu v týchto prípadoch (30 a 37 % hmotnostných) sú jasne vyššie, čo je tiež atraktívne. Tieto výsledky ilustrujú výhodný rozsah pomerov laurylového steárinu a C₁₆₊ tukového steárinu pri použití v zmesi, ktorá sa interesterifikuje.

Porovnanie výsledkov z príkladu 2 a príkladu 4 s výsledkami uvedenými v tabuľke 4 v EO 89,082 ilustruje, že prírodné tuky podľa tohto vynálezu môžu poskytnúť takú tuhosť margarínovému tuku pri porovnateľných obsahoch SAFA ako poskytujú tuky V EP 89,082, ktoré boli vyrobené s použitím hydrogenácie, chemickej interesterifikácie a rozpúšťadlovej frakcionizácie.

V CA 2,098,314 nie sú skúšky opísané do dostatočných detailov na to, aby to umožnilo priame porovnanie alebo zopakovanie. Ale pretože obsah kvapalného oleja v margarínových tukoch môže byť najviac 86 % hmotnostných, pričom 84 % hmotnostných je výhodných, obsah SAFA v produktoch CA 2,098,314 musí byť významne vyšší, kým obsah UFA a zvlášť PUFA bude nižší. Tento záver je v zhode s obsahmi tuhého tuku ako funkcie teploty predpísanej pre tuhý tuk v CA 2,098,314. Pri zohľadnení rozdielov v metódach merania obsahu tuhého tuku, údaje z CA 2,098,314 ukazujú, že ich tuhý tuk by mal mať menšiu schopnosť štruktúrovania než tuhý tuk podľa tohto vynálezu.

Oleiny získané ako vedľajšie produkty z výroby tuhého tuku mali nasledujúce N-profilu:

Oleín	Porovnanie 1	Príklad 3	Príklad 4
N ₅	92,6	93,2	92,8
N ₁₀	90,3	93,1	91,7
N ₂₀	67,2	73,9	71,7
N ₃₀	11,4	24,2	28,8
N ₃₅	0	1,8	8,9

Príklady 5 – 6

Pripravili sa margarínové tuky tak, ako je opísané v predchádzajúcom príklade s použitím tuhých tukov z príkladu 2 a príkladu 4 s výnimkou, že sa použil nízkoerukový repkový olej namiesto slnečnicového oleja. Získané N-hodnoty boli veľmi podobné, ale obsahy SAFA v tukových zmesiach boli asi 11 % hmotnostných a 13 % hmotnostných zo zmesi s 8 % hmotnostnými a 10 % hmotnostnými tuhého zásobného tuku.

Príklad 7

Pripravila sa nátierka, ako je opísané v príklade 2 s výnimkou, že sa ako margarínový tuk použila zmes 7,5 % hmotnostného tuhého tuku z príkladu 4 a 92,5 % hmotnos-

tného slnečnicového oleja. Obsah SAFA v zmesi bol 17 % hmotnostných.

Margarínový tuk mal nasledujúci N-profil:

Stabilizácia pri 0 °C	1 hodinu	16 hodín
N ₅	8,6	9,0
N ₁₀	7,3	7,9
N ₂₀	4,9	5,4
N ₃₀	2,8	2,9
N ₃₅	1,9	1,7

Stevensove hodnoty nátierky boli:

St 5	47
St 10	42
St 15	44
St 20	32

V panelovom hodnotení bol produkt posúdený ako veľmi dobrý.

Príklad 8

Prípravila sa nátierka podobným spôsobom, ako je opísané v príklade 1 s výnimkou, že zmes, ktorá sa interesterifikovala, obsahovala 57 dielov stearínu palmového oleja a 43 dielov palmojadrového stearínu. Margarínová tuková zmes obsahovala 8 % hmotnostných stearínovej frakcie získanej z frakcionizácie v acetóne náhodne interesterifikovanej zmesi, 62 % hmotnostných nízkoerukového repkového oleja a 30 % hmotnostných druhu ľanového oleja s vysokým obsahom zvyškov kyseliny olejovej. Získal sa veľmi dobrý produkt.

Tuková nátierka mala obsah SAFA 14,5 % hmotnostného, doplnok pozostával z cis-nenasýtených mastných kyselín. Pomer „omega6“ a „omega3“ nenasýtených kyselín bol 4,5 : 1.

Príklad 9

Použitím olejovej frakcie z príkladu 2 sa pripravila séria margarínových tukov, zmiešaním olejovej frakcie so slnečnicovým olejom, sucho frakcionizovaným stearínom palmového oleja, ktorý mal približnú teplotu topenia 52 °C a v dvoch prípadoch sa použil palmojadrový olej. Zloženia a výsledné N-profilu sú dané v tabuľke 7.

Tabuľka 7

Margarínový tuk	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Zloženie									
olein z pr.2	13	25	15	30	40	25	23	20	20
palmový stearín	12	5	15	20	10	5	5	-	5
palmojadrový olej	-	-	-	-	10	15	-	-	-
slnečnicový olej	75	70	70	50	50	60	57	80	75
N ₁₀	15,2	20,8	18,8	35,5	37,9	26,6	28,9	13,2	14,1
N ₂₀	7,9	9,6	10,2	20,7	21,4	11,7	13,6	5,1	6,2
N ₃₀	3,7	2,0	4,8	8,9	6,7	1,7	2,2	0,5	1,2
N ₃₅	2,3	0,4	3,2	4,6	1,6	0,1	0,6	0	0

S týmito margarínovými tukmi sa pripravili nasledujúce nátierky:

zloženie tukovej fázy:
70 dielov margarínový tuk
0,2 dielu lecitín

0,2 dielu monoglycerid
p.m. príchuť
p.m. β-karoténový roztok

zloženie vodnej fázy

28 dielov voda
2 diely sušené odstredené mlieko
0,1 dielu soľ
p.m. príchuť
p.m. kyselina citrónová do pH 4,5.

S margarínovými tukmi D a E sa pripravili obalovacie produkty spojením 70 dielov zmesi tukovej fázy pri 60 °C s 30 dielmi zmesi vodnej fázy a prepustením produktu cez linku Votator so sekvenciou C-A-A-A-B. A je výmenník tepla s povrchovým škrabákom, C je premiešavací kryštalizátor, B je pokojná rúra so sitovými priečkami. Použila sa recirkulácia takým spôsobom, že za druhou A-jednotkou sa odoberala časť prúdu a vracala sa späť na vstup C-jednotky. Produkt po tretej A-jednotke mal teplotu 10 °C. Produkt opúšťajúci B-jednotku sa dávkoval do baliaceho stroja, kde sa balil do obalov.

Z ostatných margarínových tukov sa vyrobili nátierky podobným spôsobom s výnimkou, že sa použila sekvencia A-A-C bez recirkulácie, a že produkt sa balil do túb.

Príklady 10 – 12

Tuhé tuky príkladov 10, 11 a 12 sa pripravili podobným, ako je opísané v príkladoch 1, 2 a 4 s výnimkou, že sa pripravili v poloprevádzkovom meradle, a že pri enzymatickej interesterifikácii sa v príkladoch 11 a 12 použil stupeň konverzie 92 %. Stručne sú tieto tuhé tuky takéto:

Príklad 10: rozpúšťadlo frakcionizovaná stearínová frakcia chemicky interesterifikovanej zmesi 65 % hmotnostných rozpúšťadlo frakcionizovaného palmového stearínu a 35 % hmotnostných sucho frakcionizovaného palmojadrového stearínu.

Príklad 11: sucho frakcionizovaná stearínová frakcia enzymaticky interesterifikovanej (92 % konverzia) zmesi 50 % hmotnostných palmového stearínu frakcionizovaného mnohostupňovým protiprúdovým suchým spôsobom a 50 % hmotnostných sucho frakcionizovaného palmojadrového stearínu.

Príklad 12: ako v príklade 11 s výnimkou, že sa použila zmes 60 % hmotnostných palmového stearínu a 40 % hmotnostných palmojadrového stearínu.

Použitý profil chladenia na frakcionizáciu interesterifikovanej zmesi bol rovnaký v príklade 11 a 12: rýchle ochladenie zo 70 °C na 42 °C, zadržanie počas 1 hodiny pri 42 °C, pomalé ochladenie zo 42 °C na 35 °C, zadržanie pri 35 °C počas niekoľkých hodín a potom oddelenie. Počas oddeľovania sa počiatočne použil tlak 0,2 MPa, ktorý sa postupne zvýšil na 12 bar. Výťažok stearínu bol 33 % hmotnostných pre príklad 11 a 45 % hmotnostných pre príklad 12.

Stearínové a oleinové frakcie z príkladu 11 a 12 a stearín z príkladu 10 mali vlastnosti, ako sú uvedené v tabuľke 8.

Tabuľka 8

N-hodnoty*	Stearíny			Oleíny	
	Pr. 10	Pr. 11	Pr. 12	Pr. 11	Pr. 12
N ₁₀		96,9	96,2	92,3	92,2
N ₂₀	96,5	96,3	96,5	71,9	71,8
N ₃₀	91,2	84,8	87,7	27,0	29,1
N ₃₅	74,8	72,7	77,8	5,7	8,8
N ₄₀	49,1	51,0	61,5	0,0	0,0

C ₁₂	19,5	15,6	31,6	21,1
C ₁₄	10,8	8,5	10,8	9,2
C ₁₆	60,0	65,9	39,9	44,9
C ₁₈	4,0	4,1	2,9	2,9
C _{18:1}	3,6	3,8	9,4	10,4
C _{18:2}	0,6	0,7	1,9	2,1
iné	1,5	1,4	2,5	3,4
CN ₄₊ +CN ₄₆	41,9	39,0		

* N-hodnoty sa merali s 1 hodinovou stabilizáciou pri 0 °C

Tuhé tuky sa rafinovali konvenčným spôsobom.

Zmiešaním 8 % hmotnostných tuhého tuku a 92 % hmotnostných rafinovaného slnečnicového oleja sa pripravili sa margarínové tuky. Zmesi mali nasledujúce N-profilu (merané pri 1 hodinovej stabilizácii pri 0 °C).

Tabuľka 9

	Príklad 10	Príklad 11	Príklad 12
N ₁₀	8,3	7,7	8,6
N ₂₀	4,8	5,0	5,9
N ₃₀	2,1	2,6	3,6
N ₃₅	0,6	1,5	2,4

Použitím týchto margarínových tukov sa pripravili nátierky s nasledujúcim zložením:

Tuková fáza: 69,82 % hmotnostných margarínového tuku
0,13 % hmotnostného lecitínu
0,05 % hmotnostného farbivo, príchuť, emulzifikátor, atď.

Vodná fáza: 29,61 % hmotnostných vody
0,28 % hmotnostného sušenej srvátky
0,11 % hmotnostného kyseliny, konzervačnej látky, atď.

Nátierky sa spracovali na poloprevádzkovej linke Votator vychádzajúc z vopred zmiešaných fáz pri 55 °C a s použitím sekvencie A-A-A-C. C-jednotka pracovala pri 50 ot/min. a produkt opúšťal C-jednotku vo všetkých prípadoch pri teplote medzi 7,5 a 8 °C. Produkty sa plnili do túb a uskladnili sa pri 5 °C. Hodnotili sa po 1 týždni uskladnenia. Všetky tri produkty sa hodnotili ako dobré.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Margarínová tuková zmes **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že obsahuje 86 až 95 % hmotnostných kvaľného oleja a 5 až 14 % hmotnostných tuhého tuku, ktorým je stearínová frakcia interesterifikovanej zmesi 25 až 65 % hmotnostných, a výhodne 35 až 55 % hmotnostných, stearínu nestuženého laurylového tuku a 75 až 35 % hmotnostných, a výhodne 65 až 45 % hmotnostných, stearínu nestuženého C₁₆₊ tuku.

2. Tuková zmes podľa nároku 1, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že zmes je enzymaticky interesterifikovaná so stupňom konverzie viac ako 80 %, výhodne viac ako 90 %, výhodnejšie viac ako 95 %.

3. Tuková zmes podľa nárokov 1 a 2, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že interesterifikovaná zmes sa najmenej raz frakcionizovaná suchou frakcionizáciou.

4. Tuková zmes podľa nárokov 1 až 3, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že stearín C₁₆₊ tuku je získaný

mnohostupňovou protiprúdovou suchou frakcionizáciou C₁₆₊ tuku.

5. Tuková zmes podľa nárokov 1 a 2, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že interesterifikovaná zmes je frakcionizovaná rozpúšťadlovou frakcionizáciou.

6. Tuková zmes podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 5, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že stearín laurylového tuku má obsah nenasýtených mastných kyselín ≤ 15 % hmotnostných a výhodne ≤ 10 % hmotnostných.

7. Tuková zmes podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 5, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že stearín C₁₆₊ tuku má obsah nenasýtených mastných kyselín ≤ 20 % hmotnostných a výhodne ≤ 15 % hmotnostných.

8. Tuková zmes podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 7, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že konečná stearínová frakcia má obsah nenasýtených mastných kyselín ≤ 15 % hmotnostných a výhodne ≤ 10 % hmotnostných a zvlášť < 9 % hmotnostných.

9. Tuková zmes podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 8, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že obsahuje 5 až 12 % hmotnostných a výhodne 6 až 10 % hmotnostných tuhého tuku.

10. Plastická W/O emulzná nátierka, **v y z n a č u j ú c a s a t ý m**, že obsahuje vodnú fázu a olejovú fázu, ktorá pozostáva z viac ako 50 % hmotnostných margarínovej tukovej zmesi podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 9.

11. Spôsob prípravy tuhého tuku vhodného na použitie v margarínových tukových zmesiach podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 až 4 a 6 až 9, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa pripraví zmes z 25 až 65 % hmotnostných nestuženého sucho frakcionovaného palmojadrového stearínu a 75 až 35 % hmotnostných nestuženého stearínu sucho frakcionovaného palmového oleja, táto zmes sa enzymaticky interesterifikuje na stupeň konverzie najmenej 80 %, interesterifikovaná zmes sa sucho frakcionizuje s použitím separačnej teploty 31 až 42 °C, a získa sa stearínová frakcia.

Koniec dokumentu