

Rapport fra  
Fiskeridirektoratets  
Kjemisk-Tekniske  
Forskningsinstitutt.  
-----

Anrikning av vitamin A og  
cholesterol fra marine oljer  
ved molekylardestillasjon.  
-----

ved Lars Aure og Alf Gauslaa.

Innledning.

Molekylardestillasjon foregår under ekstremt lave trykk og ble først muliggjort ved oppfinnelsen av diffusjonspumpen. Denne destillasjonsmetode har fått stor praktisk betydning ved anrikning av vanskelige destillerbare, varmeømfintlige stoffer som f.eks. fettløselige vitaminer. Med det økende behov for høypotente vitaminoljer ble det økonomisk fordelaktig å framstille disse ved molekylardestillasjon av tran med lavere vitamininnhold. Denne framgangsmåte ble først tatt i bruk i U.S.A., som etter krigen har importert tran til dette formål, særlig fra Japan. Også i Norge og andre land er der nå molekylardestillasjonsanlegg i drift. Slike anlegg kan opparbeide inntil ett tonn tran pr.time.

Framstilling av vitamin A-konsentrater ved molekylardestillasjon har nå fått en sterk konkurrent i den syntetiske vitamin A-industrien.

Av vanlige norskproduserte traner, egnet for molekylardestillasjon, kan nevnes håkjerringtran med et vitamin A-innhold mellom 1.000 og 10.000 internasjonale enheter pr.g, torsketraner fra Vest-Grønland av mager fisk fanget på forsommeren, traner av blåkveite og mindre potente traner av vanlig kveite, samt tran fra storuer. Håkjerring - og kveite - traner har dessuten et større innhold av verdifullt kolesterol som også anrikes betydelig i destillatet. Av visse typer hvalleverolje kan en ved molekylardestillasjon samtidig få et tillegg av vitamin A ved termisk spalting av det kitol ( provitamin A ) oljen inneholder.

Foreliggende arbeide omhandler systematiske molekylardestillasjons-forsøk med tre forskjellige håkjerringtraner og en torsketran fra Vest-Grønland. Tranene har en fått av Bergens - firma.

Metode og apparatur.

Molekyларdestillasjon atskiller seg fra vanlig destillasjon ved:

- 1) anvendelse av ekstremt lave trykk (  $10^{-4}$  mm Hg.)
- 2) at fordampingen skjer fra et meget tynt filmskikt, samt
- 3) at avstanden fra destillasjons- til kondensflaten er meget liten.

Fra det oppvarmede filmskikt utstøtes fortrinnsvis de letteste molekyler ved termiske bevegelser, og ved det lave trykk som hersker i systemet, vil de i de fleste tilfeller nå kondensflaten uten å kolliderere med andre molekyler, idet molekylenes fri veilengde ved et trykk på  $10^{-3}$  mm Hg. og  $10^{-4}$  mm Hg. utgjør henholdsvis ca. 5 og ca. 25 cm.

Fordampningshastigheten (N), angitt som antall g destillat pr. sek. pr.  $\text{cm}^2$  destillasjonsflate, lar seg beregne etter formelen

$$N = 5.83 \cdot 10^{-2} p \cdot \sqrt{\frac{M}{T}} \cdot f$$

hvor p er stoffets damptrykk ved den absolutte destillasjonstemperatur T og M betyr stoffets molekylarvekt. Faktoren  $f$  er lik 1 ved absolutt vacuum, men avtar ved stigende trykk p.g.a. stoffets kollisjoner med gassmolekyler. Ved de beste molekylardestillasjonsapparater er  $f$  ca. 0.9.

Er forholdet mellom damptrykk og roten av motvekten likt for to stoffer ved en bestemt temperatur, lar stoffene seg ikke skille med molekylardestillasjon ved denne temperatur. Siden temperatur - damptrykk - kurvene for ulike substanser i alminnelighet ikke loper parallelt, kan en brukbar atskillelse av nevnte stoffer lykkes ved valg av en formålstjenlig destillasjonstemperatur.

Ved molekylardestillasjon, som best kan karakteriseres som fordamping ville en monomolekyлар film være det ideelle. I praksis fås imidlertid i beste fall en filmtykkelse på ca. 0.05 mm. Under destillasjonen fjernes de letteste molekyler fra filmens ytre skikt, og der oppstår et konsentrasjonsfall for disse substanser i filmen, som søkes utjevnet ved diffusjon. Denne understøttes av temperaturfallet utover mot filmens overflate forårsaket av fordamping og varmestråling. I denne korte oppholdstid (under ett

sekund) på varmeplaten i moderne molekylardestillasjonsapparater kan ikke de lette molekyler diffundere fort nok til overflaten - en må derfor sørge for at overflaten fornyes ved mekaniske anordninger.

Det her anvendte molekylardestillasjonsapparat er av typen " C M S - 5 Centrifugal Cyclic Batch Molecular Still " for forskningsøyemed. Rotoren er utformet som en lav kjegle med diameter ca. 11,6 cm og høyde ca. 1,3 cm. Rotorens omlophastighet under forsøkene varierte rundt 1250 - 1350 omdr./min. og den tilførte oljemengde valgte lik ca. 15 - 20 g pr. minutt ( 1" tannhjul ) Apparatets prinsipp går fram av fig. 1.

Oljen som skal destilleres pumpes med jevn hastighet gjennom bøyet rør inn til rotorens sentrum. Rotoren er bakfra oppvarmet ved strålevarme fra elektrisk element. Sentrifugalkraften fordeler den tilførte olje jevnt over rotoren og oljen passerer denne i tynt skikt og i stor fart. På veien over rotorskiven fordamper de lettere molekyler for å slå seg ned på kjøleflaten, hvorfra de kan oppsamles i rundkolbe. Den ikke fordampede del (residuet ) slynges ut fra rotorkanten og kan oppsamles for seg.

Oljemengden som tilføres rotoren kan varieres trinnvis ( forskjellig diameter på pumpetannhjul ) og temperaturen under destillasjonen innstilles etter ønske helt opp til 400°C. Residuet kan redestilleres så mange ganger en vil uten å bryte høyvacuumet i apparatet.

#### Forsøksresultatene.

I foreliggende arbeide ble A ) samme prøve av håkjer-ringtran molekylardestillert ved bestemte men stigende temperaturer, B ) tre forskjellige håkjerringtraner destillert og redestillert to til fire ganger ved samme temperatur i området fra 220 til 260° C, og en torsketran fra Vest-Grønland molekylardestillert under samme betingelser som beskrevet under B ).

#### Prøvematerialet.

Ovennevnte traner var av god kvalitet med lavt fett-syreinnhold. Analyse av prøvematerialet er oppstilt i tabell 1.

Tabell I

Tran Nr.	Vitamin A		Uforsåpbart g/100 g	Choleste- rol g/100 g
	E log/1 1 cm ( $\lambda$ ) 3250 Å (korr. M&S)	Internasj. enh. vit. A pr. g ( $\lambda$ = 1900 )		
Håkjerringtran 1	2.60	4950	24.2	-
- " - 2	5.10	9700	16.2	-
- " - 3	4.35	8250	15.0	-
Vest-Grønlandsk torsketran 4	3.60	6850	2.1	0.77

Mol. dest. av håkjerringtraner.

A. Etter lengere tids avgassing i høyvakuum ble 291g av håkjerringtran nr. 1 molekylardestillert ved bestemte temperaturer i området fra 160 til 250° C, slik at residuet fra en destillasjon med opptil tre redestillasjoner ved den lavere temperatur, anvendtes til destillasjon ved neste temperaturtrinno.s.v. Vekt, vitamin A og innhold av uforsåpbart bestemtes for hvert destillat. Resultatene av dette forsøk er oppsatt i tabell 2 og grafisk framstilt i fig. 2.

Kurven for destillatenes innhold av uforsåpbare bestanddeler viser et forholdsvis flatt forløp (se fig.2), fra ca.33 % ved 160° C over et maksimum på ca.60 % ved 190 -200° C, for så å falle av til ca. 22 % ved 250° C.

Prosent gjenvunnet uforsåpbart i destillatene er meget lav under 220° C, holder seg så noenlunde konstant på 5 -7 % fra 220 til 240° C for å øke raskt ved høyere temperaturer. ( se tabell 2 )

Vitamin A begynner så smått å gå over ved 180° C. Dets mengde i destillatene øker hurtig med destillasjonstemperaturen og gjennomløper et utpreget maksimum på E = ca. 65 ved ca.215° C, for raskt å falle av mot E = ca.0.5 ved 250° C. Ved nevnte maksimum er vitamin A-konsentrasjonen i destillatet 25 ganger høyere enn i tranen.

Prosent-utbyttet av vitamin A, etter 3 redestillasjoner ved samme temperatur ( se innledning A ) stiger hurtig fra 200° C

Tabell 2.

Molekylardestillasjon av h kjerringtran nr.1

(E 10 g/l 3260   korr. = 2,60 : 4950 IEA/g, - uf = 24,2 g/100 g ).

Destillert 291 g.

Destil- lasjons- temp., �C.	Antall oml�p pr.destil- lat.	Oml�ps- tid, min.	Destil- lasjons- trykk, microns.	Destillat							
				Mengde g.	Ufor- s�pb. (uf) g/100g	Vitamin A.			� Gjenvunnet		
						E 10 g/l 3260 � korr. bestemt over uf.	IEA/g ( $f =$ 1900)	Opp- konsen- trering E dest. E tran	Destil- latmengde	Ufor- s�pb.	Vitamin A.
160	2	15,5	3,7	1.910	33,7	0,39	740	0,15	0,65	0,90	0,1
180	1	15,5	2,6	0,467	56,4	10,8	20.500	4,1	0,16	0,4	0,6
200	1	15,4	2,4	0,740	61,0	49,0	93.100	18,8	0,25	0,6	4,2
220	4	15,4	2,1	8.936	44,0	62,5	118.700	24,0	3,07	5,5	65,5
230	4	14,9	1,5	8.069	40,3	13,4	25.400	5,1	2,77	4,61	12,6
240	4	14,5	1,1	14.81	34,1	2,65	5.040	1,0	5,09	7,1	4,6
250	4	12,8	1,6	52,4	22,4	0,475	900	0,18	18,0	17,0	3,0

Tabell 3.

Molekylardestillasjon av h kjerringtran nr. 1.

(E<sub>10</sub> g/l  
1 cm)

3260  (korr.) = 2,60 g : 4950 IEA/g - uf = 24,2 g/100 g

Destilla- sjonstemp. oc. Destilland g.	Destillat nr.	Antall oml�p pr. destillat.	Oml�pstid min.	Destillasjons- trykk, microns.	Destillat								Vitamin A i resi- duet IEA/g ca.	
					Mengde g.	Ufors�p- bart(uf) g/100g	Vitamin A		% Gjenvunnet					
							10 g/l E <sub>3260</sub> (korr.) bestemt over uf.	IEA/g (f-1900)	Opp- konsen- trering E-dest. E tran	Destil- lat- mengde	Ufor- s�pbart	Vitamin A.		
150 220	310	0	2	15,5	3,9	1,8	30,0	0,3	570	0,1	0,6	0,6	0,1	2370
		1	1	15,4	3,5	7,8	47,8	52,0	99000	20,0	2,5	5,2	53,5	
		2	1	15,3	2,9	6,5	42,5	28,4	54000	10,9	2,1	3,7	23,2	
		3	1	15,0	2,4	6,4	39,5	13,7	26000	5,2	2,05	3,4	10,9	
		4	1	14,8	2,2	5,5	36,5	7,4	14000	2,8	1,8	2,7	4,9	
	5	1	14,6	2,0	5,5	34,3	3,95	7500	1,5	1,8	2,5	2,8		
150 240	285	0	2	15,6	3,3	1,55	28,2	0,3	550	0,1	0,5	0,6	0,06	1870
		1	1	15,7	3,8	20,66	38,2	24,5	46500	9,7	6,95	10,9	65,0	
		2	1	15,2	3,2	17,69	33,8	8,3	15850	3,2	5,95	8,3	19,0	
		3	1	14,3	2,6	15,89	30,5	4,2	8050	1,6	5,35	6,75	8,6	
		4	1	13,4	2,2	14,11	28,2	1,75	3400	0,7	4,7	5,5	3,1	
	5	1	12,4	2,0	12,44	26,3	0,9	1750	0,3	4,15	4,5	1,4		
150 250	302	0	2	15,9	5,05	1,6	29,6	0,3	650	0,1	0,5	0,65	0,07	1840
		1	1	16,25	4,5	39,95	33,6	13,4	25500	5,1	13,2	18,4	68,0	
		2	1	13,6	4,1	30,08	29,2	5,2	9900	2,0	9,95	12,0	20,0	
		3	1	12,1	4,1	23,86	25,0	2,1	4000	0,8	7,9	8,2	6,3	
		4	1	11,0	2,7	13,63	22,9	0,73	1400	0,3	4,5	5,3	1,3	
	5	1	10,2	2,6	14,8	21,4	0,35	650	0,1	4,9	4,35	0,65		
150 260	295	0	2	15,4	3,5	2,1	30,5	0,3	650	0,1	0,7	0,9	0,09	1650
		1	1	15,9	4,3	67,8	30,4	8,5	16100	3,2	23,0	28,0	74,6	
		2	1	12,2	3,7	39,4	25,6	2,9	5600	1,1	13,35	14,2	15,0	
		3	1	10,1	3,5	30,1	23,2	0,85	1650	0,3	10,2	9,8	3,4	
		4	1	8,3	3,3	22,7	20,8	0,40	780	0,2	7,7	6,65	1,2	
	5	1	7,0	3,2	19,0	18,8	0,25	530	0,1	6,45	5,0	0,7		

Tabell 4.

Molekylardestillasjon av håkjerringtran nr.2. ( 10 g/l

Elcm = 5,1 : 9700 IEA/g - uf. = 16,2 g/100 g  
3260Å (korr.)

Destillasj. temp. °C.	Destilland g.	Destillat nr.	Antall omløp pr. destil. lat.	Omløpstid min.	Destillasjons trykk, microns	Destillat								
						Mengde g.	Uforsåpb. (uf) g/100 g.	Vitamin A		Opp-konsen-trering E-dest. E-tran	Destil-lat mengde.	Ufor-såpb.	Vitamin A	Vitamin A i residuet IEA/g ca.
								10 g/l Elcm 3260Å (korr.) bestemt over uf.	IEA/g (-1900)					
150	304	0	2	18,2	3,4	17,0	10,1	4,4	8350	0,9	5,6	3,45	4,8	4950
220		1	1	17,6	3,3	9,3	28,9	80,5	153000	15,8	3,05	5,45	48,5	
		2	1	17,2	2,8	5,5	25,4	65,9	125000	12,9	1,8	2,85	23,3	
		3	1	16,7	2,4	4,1	26,6	45,1	85700	8,8	1,35	2,20	11,0	
		4	1	16,4	1,95	3,2	27,0	34,5	62100	6,4	1,05	1,75	6,7	
	5	1	16,2	1,95	3,0	27,8	21,8	41500	4,3	1,0	1,70	4,2		
150	315	0	2	18,4	2,8	19,2	8,4	4,8	9100	0,9	6,1	3,15	5,7	4000
230		1	1	17,3	3,7	12,8	27,4	72,1	136500	14,1	4,1	6,85	57,2	
		2	1	17,25	3,1	8,5	25,6	47,0	98300	9,2	2,7	4,25	24,9	
		3	1	16,75	2,3	6,2	24,8	23,1	43900	4,5	2,0	3,0	8,9	
		4	1	16,25	1,8	5,3	23,8	13,6	25700	2,7	1,7	2,5	4,45	
	5	1	15,75	1,8	8,0	22,1	6,25	11900	1,2	2,5	3,45	3,1		
150	305	0	2	17,6	3,0	17,2	9,3	5,1	9700	1,0	5,65	3,25	5,6	3250
240		1	1	16,1	3,5	24,5	27,4	41,7	79300	8,2	8,05	13,5	65,5	
		2	1	15,5	3,2	20,5	23,4	15,6	29600	3,0	6,7	9,7	20,5	
		3	1	15,0	3,1	12,9	20,8	7,0	13300	1,4	4,25	5,4	5,8	
		4	1	14,5	3,5	13,2	17,6	2,67	5050	0,5	4,3	4,7	2,25	
	5	1	13,6	3,3	11,1	17,1	1,7	3200	0,3	3,65	3,85	1,2		
150	313	0	2	18,2	4,0	17,4	10,4	4,4	8350	0,9	5,55	3,57	4,8	2650
250		1	1	17,0	3,9	51,85	25,0	23,0	43500	4,5	16,55	25,6	74,0	
		2	1	14,4	3,1	33,6	20,7	7,0	13300	1,4	10,7	13,7	14,5	
		3	1	12,5	2,8	22,2	16,9	2,6	4950	0,5	7,1	7,4	3,6	
		4	1	11,25	2,5	20,5	15,6	1,06	2000	0,2	6,55	6,3	1,3	
	5	1	10,2	2,4	17,2	15,7	0,68	1300	0,1	5,5	5,3	0,7		
150	299	0	2	17,9	4,1	17,3	10,3	4,4	8350	0,9	5,8	3,67	5,0	2500
240		1	1	17,4	5,5	91,75	19,4	13,1	24900	2,6	(30,7)	36,7	78,6	
		2	1	12,25	5,5	43,4	16,6	4,2	8000	0,8	14,5	14,8	12,0	
		3	1	8,1	3,8	26,9	15,3	1,4	2650	0,3	9,0	8,45	2,45	
		4	1	6,7	3,8	20,4	13,4	0,63	1200	0,1	7,0	5,65	0,85	
	5	1	5,3	3,4	16,8	12,9	0,49	900	0,1	5,6	4,45	0,5		



Tabell 5.

Molekylardestillasjon av h kjerringtran nr. 3.

$E_{10}^{10} \text{ g/l}$   
 $E_{1 \text{ cm}}^{10} = 4,35 \quad \lambda: 8250 \text{ IEA/g, - uf} = 15,0 \text{ g/100 g}.$   
 3260   (korr.)

Destillasjons temp. �C.	Destilland g	Destillat nr.	Antall oml�p pr. destillat	Oml�pstid, min.	Destillasjons trykk, microns	Destillat								Vitamin A i residuet IEA/g ca.
						Mengde g	Ufors�p-bart (uf) g/100g	Vitamin A		% Gjenvunnet				
								10 g/l Elcm 3260�(korr.) bestemt over uf.	IEA/g (f-1900)	�ppkon-sentr. f-Edest. Etran	Destil-lat-mengde	Ufor-s�pb.	Vitamin A	
150	314	0	2	24,0	3,7	9,6	17,8	3,2	6100	0,7	3,05	3,6	2,2	5400
220		1	1	22,0	4,0	5,3	33,4	91,2	173000	21,0	1,70	3,75	35,5	
"		2	1	22,0	3,2	4,2	31,4	71,0	135000	16,5	1,35	2,8	22,0	
"		3	1	21,0	2,9	6,1	27,0	39,8	75600	9,2	1,95	3,5	17,7	
150	327	0	2		3,2	9,7	16,1	2,88	5450	0,7	3,0	3,2	2,0	3900
230		1	1	21,0	3,0	11,1	31,2	69,4	131500	15,9	3,4	7,05	54,2	
"		2	1	21,0	3,0	8,7	26,8	35,9	68000	8,2	2,65	4,75	22,0	
"		3	1	20,0	2,9	10,6	23,0	17,0	32300	3,9	3,25	4,8	12,6	
150	334,5	0	2	22,5	4,5	9,5	14,1	2,7	5100	0,6	2,85	2,7	1,75	3330
240		1	1	21,0	4,5	16,0	27,0	55,4	105000	12,7	4,8	8,6	61,0	
"		2	1	20,0	4,2	16,5	25,4	20,5	39000	4,7	4,95	8,35	23,5	
"		3	1	-	3,6	13,7	21,8	7,27	13800	1,7	4,1	5,95	7,0	
150	313	0	2	21,0	3,3	8,4	14,3	2,84	5400	0,7	2,7	2,6	1,75	2700
260		1	1	18,0	4,0	45,3	22,1	21,3	40500	4,9	14,5	21,3	71,2	
"		2	1	17,0	3,7	34,0	19,0	6,8	12900	1,5	10,9	13,8	17,0	
"		3	1	15,0	3,3	28,0	16,7	2,3	4350	0,5	9,0	10,0	4,8	

og oppover, til et markert maksimum på 65 % nås ved 220° C. Deretter avtar utbytteprosenten raskt mot lave verdier fra 230° C og oppover.

B Tre forskjellige håkjerringtraner ( nr.1, 2 og 3, se tabell 1) ble godt avgasset ved omgang i molekylardestillasjonsapparatet ved 140 - 150° C, til trykket kom ned i maks. 3 - 4 microns, og hver tranprøve deretter destillert ved 220, 230, 240, 250 og 260° C. Med de to første prøvene utførtes 4 og med den siste 2 redestillasjoner ved hver temperatur. Destillatmengde, samt destillatenes innhold av uforsåpbart, vitamin A og kolesterol ble bestemt. Resultatene går fram av tabell 3, 4 og 5

Destillatmengde: Av tabellene 3, 4 og 5, vil en se at vekten av første destillat øker progressivt med temperaturen. For hver redestillering minker destillatmengden mere jo høyere destillasjonstemperaturen er. Destillatmengdene ved samme temperatur er litt forskjellig for de ulike traner. Gjennomsnittlig øker første destillat fra ca. 2.4 % ved 220° C til ca. 21.8 % ved 260° C. ( Se tabell 6 og fig. 3 kurve 1).

Tabell 6

% Destillat					
Tran nr.	220° C	230° C	240° C	250° C	260° C
1	2.5	(4.0)	7.0	13.2	23.0
2	3.0	4.1	8.0	15.5	28.0
3	1.7	3.4	4.8	(8.5)	14.5
Middelverdier	2.4	3.8	6.6	12.4	21.8

Uforsåpbart og kolesterol:

Ved stigende destillasjonstemperatur faller destillatenes relative innhold av uforsåpbare bestanddeler, for tran nr.1 (1. destillat) jevnt fra ca. 47 g/100 g ved 220° C til ca. 34 g/100 g ved 260° C. I samme temperaturintervall går innholdet av uforsåpbart i destillatene av tran nr. 2 og 3 ned fra ca. 30 g/100 g til ca. 20 g/100 g ( se tabell 3, 4 og 5) I 1. destillat gjenvin-

nes ved 220° C ca. 5 % av tranens samlede innhold av uforsåpbare bestanddeler, stigende med destillasjonstemperaturen til 25 -30 % ved 260° C. Ved redestillering avtar/såvel det relative som absolute innhold av uforsåpbart i destillatene.

Middelverdier for prosent uforsåpbart og prosent kolesterol i det uforsåpbare er oppsatt i tabell 7.

Tabell 7

Dest. temp. ° C	1. Destillat			1. Redestillat		
	Uforsåpbart g/100 g	Cholesterol g/100 g	Cholesterol i uforsåpbart g/100 g	Uforsåpbart g/100 g	Cholesterol g/100 g	Cholesterol i uforsåpbart g/100 g
220	35.6	19.0	53.3	34.2	17.2	50.5
230	-	-	-	-	-	-
240	30.9	15.0	48.8	27.5	13.1	47.6
250	27.8	12.0	43.0	23.9	9.3	39.1
260	24.0	9.5	39.6	20.4	4.8	23.5

I temperaturområdet 220 til 260° C synker 1. destillats innhold av uforsåpbart gjennomsnittlig fra 35.6 til 24.0 g/100 g, kolesterolinnholdet fra 19.0 til 9.5 g/100 g og prosent kolesterol i det uforsåpbare fra 53.3 til 39.6 g/100 g. I 1. redestillat er ovennevnte fall mer markert.

Vitamin A:

Konsentrasjonen av vitamin A i destillatet er for det første avhengig av utgangstranens vitamin A-potens og for det annet av destillasjons-temperaturen. Hvordan forholdet mellom destillatets og tranens vitamin A-potens avtar med destillasjonstemperaturen går fram av tabell 8 og fig. 3.

Tabell 8.

Tran nr.	= E destillat / E tran				
	220° C	230° C	240° C	250° C	260° C
1	20.5	13.8	8.9	5.2	3.3
2	18.6	12.3	7.9	4.5	2.6
3	21.0	15.7	11.2	7.7	4.8
Middelverdier	20.0	13.9	9.3	5.8	3.6

Selv med stor påpasselighet er det ugjørlig å holde konstant temperatur i oljeskiktet på rotoren. Da forholdet  $f$  er meget temperaturavhengig, har en i tabell 8 satt opp tall fra utjevnedde kurver for hver tran. En vil av tabellen se at  $f$  synker raskt med destillasjonstemperaturen og at forholdstallene ( $f$ ) for de tre håkjerringtranene løper parallelt uten særlig store avvik fra deres middeltall. Destilleres ved 220°C fås ca. 20 gangers oppkonsentrering av vitamin A i første destillat ved 220°C, ca. 9.5 ganger ved 240°C og ca. 3.5 ganger ved 260°C.

Mens konsentrasjonen av vitamin A i destillatene avtar med destillasjonstemperaturen, øker prosent-utbyttet som vist i tabell 9 og fig. 3.

Tabell 9.

Prosent gjenvunnet vitamin A i destillatet.					
Tran nr.	220°C	230°C	240°C	250°C	260°C
1	53.5	( 58.0)	65.0	68.0	74.6
2	48.5	57.2	65.5	74.0	78.6
3	35.5	54.2	61.0	65.6	71.2
Middel	46.0	56.5	64.0	69.5	74.5

Bortsett fra destillasjon av tran nr. 3 ved 220°C og tran nr. 2 ved 250°C, som henholdsvis gir relativt lavt (35.5 %) og høyt (74 %) vitamin A- utbytte i forhold til middeltallene, er overensstemmelsen tranene imellom så god som en kan vente den med de avvik fra middeltemperaturen som en må regne med.

Gjenvunnet vitamin A i destillatene øker fra ca. 46 % ved 220°C til ca. 74.5 % ved 260°C, med størst temperaturavhengighet ved de lavere temperaturer ( se fig.3).

#### Molekylardestillasjon av torske tran fra Vest-Grønland.

En prøve av torske tran fra Vest-Grønland produsert på forsommeren, og hvis analysedata er oppsatt i tabell 1, ble molekylardestillert med to redestillasjoner ved 220, 230, 240, 250 og 260°C. Resultatene av disse undersøkelser er sammenstillet i tabell 10.

Destillatmengden stiger fra ca. 1.9% ved 220°C til ca. 16%

Tabell 10.

Molekylardestillasjon av torsketran fra Vest-Grönland (Tran nr. 4) ( $E_{1\text{ cm}}^{10\text{ g/l}}$  = 3,60; 6850 IEA/g, 3260Å (korr.) - uf. = 2,1 g/loog)

Destillasjons temp. °C.	Destilland g.	Destillat nr.	Antall omløp pr. destillat	Omløpstid min.	Destillasjons trykk, microns	Menge g.	Destillat										Vitamin A i residuet. IEA/g ca.
							Ufor-såpb. (uf) g/loog	Chole-sterol g/loog	Cole-sterol i det ufor-såpb. g/loog	Vitamin A			% Gienvunnet				
										E log/1 3260 bestemt over uf.	IEA/g (1900)	Opp-konsen-trering f-E-dest E-tran	Destil-lat-mengde.	Ufor-såpb.	Chole-sterol.	Vita-min A.	
220	2715	1	1	15,9	4,0	5,0	26,8	12,5	46,6	80,5	153000	22,3	1,85	23,5	30,0	41,0	4100
		2	1	15,0	3,7	6,15	14,7	7,0	47,6	44,8	85000	12,4	2,25	15,7	20,5	28,3	
		3	1	14,6	3,2	4,7	8,5	4,1	48,3	25,8	49000	7,1	1,75	7,0	9,2	12,3	
230	290	1	1	17,25	5,25	8,4	19,5	11,3	58,0	64,6	122500	(17,9)	(2,9)	26,8	42,5	52,0	3400
		2	1	16,75	4,7	9,9	8,6	4,6	53,5	29,9	55000	8,0	3,4	14,0	20,4	27,5	
		3	1	-	3,9	10,0	4,4	2,3	52,3	11,8	19000	2,8	3,45	7,2	10,3	9,5	
240	302	1	1	18,1	5,3	16,6	12,5	7,0	56,0	41,4	78600	11,5	5,5	32,7	50,5	63,0	2700
		2	1	16,8	4,9	17,8	4,8	2,1	43,8	12,9	24500	3,6	5,9	13,5	16,0	21,1	
		3	1	15,75	4,8	19,1	2,9	1,05	36,2	3,58	6800	1,0	6,3	8,7	8,6	6,3	
250	274,5	1	1	16,25	5,5	26,3	10,0	5,0	50,0	25,8	49000	7,1	9,6	45,5	61,7	68,8	2350
		2	1	14,5	4,9	22,8	4,0	1,5	37,5	7,1	13500	2,0	8,3	15,8	16,0	16,5	
		3	1	13,0	4,8	22,3	2,3	0,7	30,4	2,2	4200	0,6	8,1	8,9	7,3	5,0	
260	291	1	1	17,1	5,7	47,2	6,4	3,05	47,7	16,4	31200	4,5	16,3	49,5	64,3	74,3	2100
		2	1	14,1	5,3	37,8	2,5	1,0	40,0	3,8	7200	1,0	13,0	15,5	16,8	13,6	
		3	1	11,9	5,2	41,5	1,6	0,46	28,7	1,0	1900	0,3	14,25	10,9	8,5	4,0	

ved 260°C. Den avtar lite ved de første redestilleringer.

Destillatenes relative innhold av uforsåpbare bestanddeler synker raskt med temperaturen fra 26.8 % ved 220°C til 6.4% ved 260°C. Det samme er tilfelle ved redestillering, f.eks. går det uforsåpbare i destillatene ved 240°C tilbake fra 12.5% i 1. destillat til 2.9 % i 2. redestillat ( se tabell 10 )

I første destillat ved 220°C oppkonsentreres således det uforsåpbare 12 - 13 ganger mot ca. 3 ganger ved 260°C.

Prosent kolesterol i destillatene avtar også med stigende destillasjonstemperatur fra 12.5 % ved 220°C til 3 % ved 260°C, med tilsvarende medgang for hver redestillering.

Det uforsåpbares innhold av kolesterol utgjør ca. 57 % ved 230 - 240°C og faller av til begge sider til ca. 47 % ved 220 og 260°C.

Prosent gjenvunnet uforsåpbart i 1. destillat stiger med temperaturen fra 23.5 % ved 220°C til 49.5 % ved 260°C - de tilsvarende verdier for kolesteroler henholdsvis 30 og 64.3 %.

Første destillat ved 220°C er 22.3 ganger rikere på vitamin A (pr.g) enn tranen selv. Oppkonsentreringen avtar med destillasjonstemperaturen til 4.5 ganger ved 260°C.

Det i destillatet gjenvunne vitamin A øker fra 41% ved 220°C til 74.3 % ved 260°C.

Oppkonsentrering og utbytte av vitamin A ved molekylardestillasjon av torsketrans fra Vest-Grønland er således i god overensstemmelse med forholdene for håkjerringtran ( se fig.3)

### Diskusjon.

Når en har valgt håkjerringtrarer og vitaminrik torsketrans til molekylardestillasjons-forsøkene, er det fordi disse trarer er lett tilgjengelige i gode kvaliteter med varierende vitamin A - innhold og dessuten fordi disse trar typer i kjemisk henseende er helt ulike, særlig hva sammensetningen og mengden av det uforsåpbare angår, og således måtte kunne anses som meget tjenlige til belysning av forholdene ved molekylardestillasjon av vanlige norske trarer.

### Avgassing - Høyvakuum.

Urene og harske trarer med høyt fettsyre- og vanninnhold lar seg vanskelig avgasse til et tilstrekkelig høyvakuum ( ca. 10<sup>-3</sup> mm Hg.). Slike trarer må derfor underkastes grundig

raffinasjon og desodorisering før molekylardestilleringen. Rene uoksyderte traner, med lavt fettsyreinnhold, kan derimot molekylardestilleres direkte etter vanlig avgassing i apparaturen.

For å oppnå lavest mulig trykk under destilleringen må en påse at forpumpe samt diffusjonspumpe arbeider effektivt, og at kjøleflaten til stadighet er godt fylt med finfordelt kullsyreis tilsatt aceton.

#### Trantilførsel til rotor-destillatavløp-temperaturregulering

Forsøksresultatene er i noen grad avhengig av tranfilmens tykkelse på rotoren og dermed av mengde tilført tran pr. tidsenhet. Ved disse forsøk er det anvendt 1" pumpe-tannhjul som tilsvarer ca. 17.2 g. tran pr. minutt.

Inneholder tranen større mengder kolesterol vil dette, særlig ved lavere destillasjons-temperaturer (opptil 23<sup>o</sup> -24<sup>o</sup> C) lett kunne avsette seg som krystaller på kondensflaten og således bli hindret i å tilflyte forlaget. For å avhjelpe dette forhold anvendes tilstrekkelig kraftig infrarød strålevarmelampe. Ved høyere destillasjonstemperaturer spyles kolesterolet ned med den større glyceridmengde som destillerer over, og det kan her være formålstjenlig å avkjøle kondensflaten litt ved hjelp av elektrisk vifte.

Små svingninger i destillasjonstemperaturen ved siden av utkrystallisering av kolesterol på kjøleflaten, samt tilfeldige tilstoppinger av nedløpet til destillatkolben, hvorved destillatmengden ikke kunne bli helt korrekt, er de viktigste feilkilder ved disse molekylardestillasjonsforsøk.

#### Destillatmengde.

Ved en bestemt temperatur kan en ikke vente samme prosentvise destillatmengde hos vesensforskjellige traner. Den må bl.a. være avhengig av mengden og arten av tranens uforsåpbare bestanddeler, samt av kjedelengden på de fettsyrer som inngår i fettene. Dessuten er destillatmengden avhengig av hvilket høyvakuum, som oppnås under destillasjonen. Håkjerringtran gir større destillatmengde enn torsketran, henholdsvis 2.4 og 1.9 % ved 22<sup>o</sup> C samt 21.8 og 16.3 % ved 26<sup>o</sup> C - en økning av differansen mellom destillatmengden<sup>e</sup> fra 0.5 til 5.5 % ( tabell 11 fig.3)

Tabell 11.

Destillasjonstemp. °C		22o	23o	24o	25o	26o
Håkjerring-	Destillasjons-					
tran(3stk)	mengde g/100 g	2.4	3.8	6.6	12.4	21.8
Torsketran-						
Vest-Grønland	- " -	1.9	3.1	5.5	9.6	16.3
	Middelverdier	2.1	3.5	6.1	11.0	19.0
Håkjerring-	E destillat					
tran (3stk.)	E tran	20.0	13.9	9.3	5.8	3.6
Torsketran						
Vest-Grønland	- " -	22.3	16.5	11.2	7.1	4.5
	Middelverdier	21.1	15.2	10.3	6.4	4.0
Håkjerring-	Prosent vitamin					
tran (3stk.)	A - utbyttet	46.0	56.5	64.0	69.5	74.5
Torsketran						
Vest-Grønland	- " -	41.0	52.0	63.0	68.8	74.3
	- " -					
	Middelverdier	43.5	54.2	63.5	69.2	74.4

Destillatmengde g/100 g, oppkonsentrering av vitamin A (f), og prosent vitamin A - utbyttet for håkjerringtran og for torsketran fra Vest-Grønland, samt middelverdier av samme.

.....

Forholdet mellom mengde destillat av torske- og håkjerring-tran er imidlertid noenlunde konstant lik ca. 0.8 i nevnte område 220 til 260°C, som ifølge resultatene i forsøk A (se tabell 2), må bli det temperaturintervall innen hvilket destillasjonen av vitamin A og andre uforsåpbare bestanddeler bør foretas i praksis.

Ved redestillasjoner går destillatmengden tilbake, mest hos håkjerringtran, og særlig ved de høyere temperaturer.

Den stiplede kurve i fig.3 viser den gjennomsnittlige destillatmengdes (%) avhengighet av temperaturen.

#### Uforsåpbart - kolesterol.

Det uforsåpbare av håkjerringtran består hovedsakelig av batyl- og selachyl- alkohol samt kolesterol som i tranen foreligger som fettsyrestere. Settes innholdet av uforsåpbart i håkjerringtran til ca. 16 g/100 g og kolesterol-innholdet til ca. 4% vil kolesterolmengden utgjøre ca. 25% av de uforsåpbare

bestand-



deler. Siden kolesterol er en av tranens lettest destillerbare komponenter, vil det oppkonsentreres i destillatenes uforsåpbare del og utgjøre ca. 50 % av dette i prosent destillat ved 220°C, synkende til ca. 40 % ved 260°C.

Hovedmengden av det uforsåpbare i håkjerringtran krever høy destillasjonstemperatur. Ved en gangs destillasjon ved 220 og 260°C gjenvinnes henholdsvis bare 5 % og 25 - 30 % av tranens totale uforsåpbartinnhold.

Utbyttet av kolesterol i 1. destillat blir således ca. 10 % ved 220°C stigende til ca. 45 % ved 260°C.

I forhold til håkjerringtran inneholder torsketran fra Vest-Grønland små mengder kolesterol. Dens øvrige uforsåpbare bestanddeleres kjemiske natur er vesensforskjellige fra håkjerringtranens. Disse stoffer har forholdsvis lav molekylvekt og destillerer derfor villigere over ved lavere temperaturer, og gjenvinnes således i destillatet med en høyere utbytteprosent, enn tilfelle er for håkjerringtran ( se tabell 10 ). Også kolesterol gjenvinnes i destillatet med høyere utbytte enn for håkjerringtran, nemlig ca. 50 % ved 240°C. Men siden kolesterol innholdet i torsketran fra Vest-Grønland er forholdsvis lavt (ca. 0.8 %), vil en ikke oppnå så store mengder av dette stoff i destillatene som hos håkjerringtran bare ca. 12.5 % ved 220°C, raskt avtakende til ca. 3% ved 260°C, mot henholdsvis ca. 19 og 9.5 % i destillatene fra håkjerringtran.

#### Anrikning av vitamin A i destillatene.

Konsentrasjonen av vitamin A i destillatene er hovedsakelig avhengig av tranens vitamin A-potens, samt destillasjonstemperaturen, men også i noen grad av tranens kjemiske sammensetning.

Håkjerringtran inneholder betydelige mengder fettsyre-estere av høyere alkoholer ( batyl- og selachyl- alkohol) som destillerer lettere over enn hovedmengden av glyseridene. Den litt større destillatmengde dette medfører vil fortynne vitamin A-innholdet i destillatet noe og således gi en mindre oppkonsentrering av vitamin A i destillatet enn tilfelle er for torsketranen med sitt betydelig lavere uforsåpbartinnhold. Resultatene viser da også dette forhold tydelig ( se tabell 11, fig. 2 ), idet vitamin A i torsketran og håkjerringtran f.eks. ved destillasjon ved 240°C oppkonsentreres i destillatene henholdsvis 11.2 og 9,3 ganger.

Gjennomsnittlig oppkonsentreres ( $f = \frac{E_{\text{dest.}}}{E_{\text{tran}}}$ ) de to trantyper ca. 21 ganger i l. destillat ved 220°C. På grunn av den med temperaturen progressivt økende destillatmengde (glyserider), avtar oppkonsentreringen raskt til  $f =$  ca. 4 ganger ved 260°C.

#### Prosent Vitamin A - utbytte.

Den del av tranens totale vitamin A-mengde som går over i l. destillat, øker forholdsvis raskt med destillasjonstemperaturen - mest i området 220 - 240°C, mindre fra 240°C og oppover. (se fig.3). Ved 220°C ga håkjerringtran ca. 5 % bedre utbytte enn torsketran, men forskjellen avtok med temperaturen slik at prosentutbyttet vitamin A ved 260°C praktisk talt var likt for de to trantyper. Gjennomsnittlig øket utbyttet av vitamin-A i l. destillat fra ca. 43,5 % ved 220°C til ca. 74,4 % ved 260°C.

Hvis en ønsker en bestemt konsentrasjon av vitamin A i destillatet er det derfor utbyttmessig sett mer fordelaktig å destillere en tran på f.eks. ca. 10.000 internasjonale enheter vitamin A pr.g enn en på 5.000, fordi den nødvendige oppkonsentrering ( $f$ ) er mindre og en således kan foreta destillasjonen ved høyere temperatur, hvorved utbyttet av vitamin A forsøkes.

Ved redestillering stiger vitamin A-utbyttet prosentvis, mest ved de lavere temperaturer. F.eks. fås i l. redestillat ved 220°C et tillegg i utbyttet på ca. 24 % mot ca. 14% ved 260°C.

#### Fastleggelse av destillasjonstemperaturen.

Skal en tran molekylardestilleres, må en først bestemme dens vitamin A-innhold, for å kunne fastlegge hvor mange ganger tr tranen må oppkonsentreres ved destillasjonen for å gi en vitaminolje av ønsket potens. Er denne faktor  $f$  utregnet kan en ved hjelp av kurver, som vist i fig.3. finne den destillasjonstemperatur ved hvilken den ønskede oppkonsentrering av vitamin A i destillatet finner sted. Fra verdien av  $f$  (ordinat) går parallelt med temperaturaksen til en krysser kurven for  $f = \frac{E_{\text{dest.}}}{E_{\text{tran}}}$ . Herfra går loddrett mot temperaturaksen hvor destillasjonstemperaturen avleses. Samme loddrette linje krysser kurven for prosent destillatmengde og prosent gjenvunnet vitamin A i destillatet, som således kan avleses samtidig.

Destillatenes kvalitet.

Markedet stiller visse minstekrav til en vitamin A-oljes potens. Pr. vitamin-enhet vil prisen øke endel med konsentrasjonen. Men også utseende, smak og oksydasjonsstabilitet vil være medbestemmende for oljens anvendelighet og derved for den pris som kan oppnås.

De molekylardestillerte vitamin-A oljene er klare og lyse i fargen. Smaken er en del avhengig av den anvendte trans kvalitet. Uoksyderte rene traner gir destillater med nøytral smak. Destillatenes resistens mot harskning er hovedsakelig avhengig av deres jodtall. Da tranenes glyserider er forholdsvis umettete, (høyt jodtall) vil destillatene av disse ikke være så oksydasjonsstabile som ønskelig. Resistensen mot harskning kan imidlertid forbedres betraktelig ved tilsetning av antioksydanter til destillatene.

Sammendrag.

I forsøkene anvendtes et molekylardestillasjonsapparat av typen "C M S - 5 Centrifugal Cycli Batch Molecular Still"

Tranene som destillertes var av god kvalitet og bestod av tre håkjerringtraner, samt en torsketran fra Vest-Grønland. Tranenes vitamin A-potens varierte fra ca. 5.000 til ca. 10.000 internasjonale enheter vitamin A pr.g.

Håkjerringtran: Ved gjentatte destillasjoner av håkjerringtran (nr. 1) vil mesteparten av tranens vitamin A destillere over i temperaturområdet 200 til 230°C, når trykket holdes på ca.  $2 \times 10^{-3}$  mm kvikksølv. Den største oppkonsentrering av vitamin A i destillatet fikk en ved ca. 215°C, hvor destillatene var ca. 25 ganger rikere på vitamin A enn den anvendte tran.

Destillatenes relative innhold av uforsåpbart gjennomløper et maksimum på ca. 60 g/100 g ved ca. 200°C, og faller av mot 30 - 20 g/100 g ved 160 og 250°C (håkjerringtran nr.1 - se fig.2)

I første destillat av håkjerringtraner kan en regne med å få igjen ca. 204 g pr.100 g inngått tran, når destillasjonen foretas ved 220°C. Utbyttet steg progressivt med destillasjonstemperaturen til over 20 g/100 g ved 260°C.

Det relative innhold av uforsåpbart i første destillat sank med destillasjonstemperaturen fra ca. 35 g/100 g ved 220°C til 25 g/100 g ved 260°C. I forhold til den totale mengde uforsåpbart

i inngått tran utgjør dette henholdsvis 5 og 25 -30 %

Mengde kolesterol i første destillat synker fra ca. 19 % til ca. 9.5 % ved en økning av destillasjonstemperaturen fra 220 til 260° C.

Cholesteroletsandel av det uforsåpbare går tilbake fra vel 50 % ved 220° C til ca. 40 % ved 260° C. Utbyttet av kolesterol i første destillat ved 220° C blir således ca. 10 % av den totalt tilførte mengde av dette stoff, stigende til ca. 45 % ved 260° C.

For en bestemt tran er destillasjonstemperaturen totalt dominerende for vitamin A-potensen i destillatet, idet en i første destillat ved 220° C fant ca. 20 ganger mer vitamin A pr. g enn i selve håkjerringtranen, mot bare ca. 3.5 ganger ved 260° C. (se fig. 3)

Av tranens totale vitamin A-mengde gikk ca. 45 % over i første destillat ved 220° C. Mengden øket raskt med destillasjonstemperaturen til ca. 75 % ved 260° C, med størst utbytte-stigning i begynnelsen av nevnte temperaturområde ( se fig. 3.)

#### Torsketran fra Vest-Grønland.

Torsketran fra Vest-Grønland ga mindre destillatmengde enn håkjerringtran, således i første destillat ca. 1.9 % ved 220° C, økende progressivt til ca. 16 % ved 260° C ( se fig. 3). Ved 220° C oppkonsentrertes vitamin A ca. 22 ganger i destillatet, mot ca. 4.5 ganger ved 260° C. Utbyttet av vitamin A øket i samme temperaturintervall fra ca. 40 % til 75 %, i god overenstemmelse med forholdene for håkjerringtran.

Torsketranens uforsåpbare bestanddeler destillerer lettere over enn håkjerringtranens. Destillatet ved 220° C inneholdt 26.8 % uforsåpbart og 6.4 % ved 260° C, d.v.s. en oppkonsentrering i destillatet på henholdsvis 12 - 13 ganger og ca. 3 ganger, mens utbyttet av uforsåpbart i samme område øker med destillasjonstemperaturen fra ca. 23 til ca. 50 % Det relative kolesterolinnhold i destillatene sank fra 12.5 til 3 % når destillasjonstemperaturen ble øket fra 220 til 260° C. Utbyttet av kolesterol i nevnte temperaturområde er vesentlig høyere enn for håkjerringtran, nemlig henholdsvis 30 og 64 %.

#### Redestillering.

Destillatmengden går tilbake for hver redestil-

Eksempelvis fikk en ved 1. destillering ved 260°C omtrent dobbel så stor destillatmengde som i 3. destillat. Hos torsketran var nedgangen i destillatmengdene ved redestillering meget liten.

Både konsentrasjon og prosent-utbytte av samlet ufor-såpbart, kolesterol og vitamin A i destillatene avtar raskt ved hver redestillering for begge trantyper, særlig ved høyere destil-lasjonstemperaturer.

#### Litteratur.

For de som er interessert i den praktiske anvendelse av molekylardestillasjon henvises til følgende litteratur om emnet:

1. Dr. Wittka : (mol.dest.av tran) Angewandte chemie, P.557 ( 1940 ).
2. Hickman, K.C.D.: Commercial Molecular distillation Ind. Engn. chem.,39, 686 ( 1947 )
3. Society of chemical Industry-High Vacua Convention chem. and Ind 41, 3. ( 1948)
4. Acker, dr.L, Die Molekulardestillation und ihre Bedeutung für die Lebensmittelchemie und Industrie
5. Zeitschr. Lebensm. u.Forsch. 89, 518 ( 1949 )
6. Thuesen : Kolesterol.

Molecular still of shark liver oil (1.660 IU/g)

563 g

Temperature °C.	Pressure (Microns)	Cycles	Destillate			Vitamin A					
			g of fraction	%	% of Unsapon.	IU/g		Total amount	%		
						1% Elcm 325 cor.	f. Edest. Eoil				
Raw oil	-	-	-	-	15,0	0,87	1.660	-	970.000		
160°	3,0-4,2	3	20,6	3,54	-	-	-	-	-	-	84,5% acids.
180°	2,8-4,0	1	1,1	0,19	28,4	12,17	23.072	14,0	25.400	2,6	
200°	2,8-3,2	1	2,7	0,50	28,6	28,03	53.257	32,2	144.000	14,9	
210°	2,8	1	4,0	0,71	34,2	27,58	52.416	31,6	210.000	21,6	
220°	2,5-2,8	3	18,1	3,21	30,3	11,69	22.206	13,4	400.000	41,1	
230°	2,0-2,5	4	30,0	5,34	25,7	2,07	3.936	2,4	117.000	2,1	
240°	2,2	4	47,8	8,35	24,2	0,27	512	0,3	24.500	2,5	
250°	2,2	4	69,7	12,40	14,0	0,12	231	0,1	16.200	1,7	
260°	2,2	4	88,8	15,80	9,7	0,08	152	0,01	13.400	1,4	

Ing. B. Majhofer,

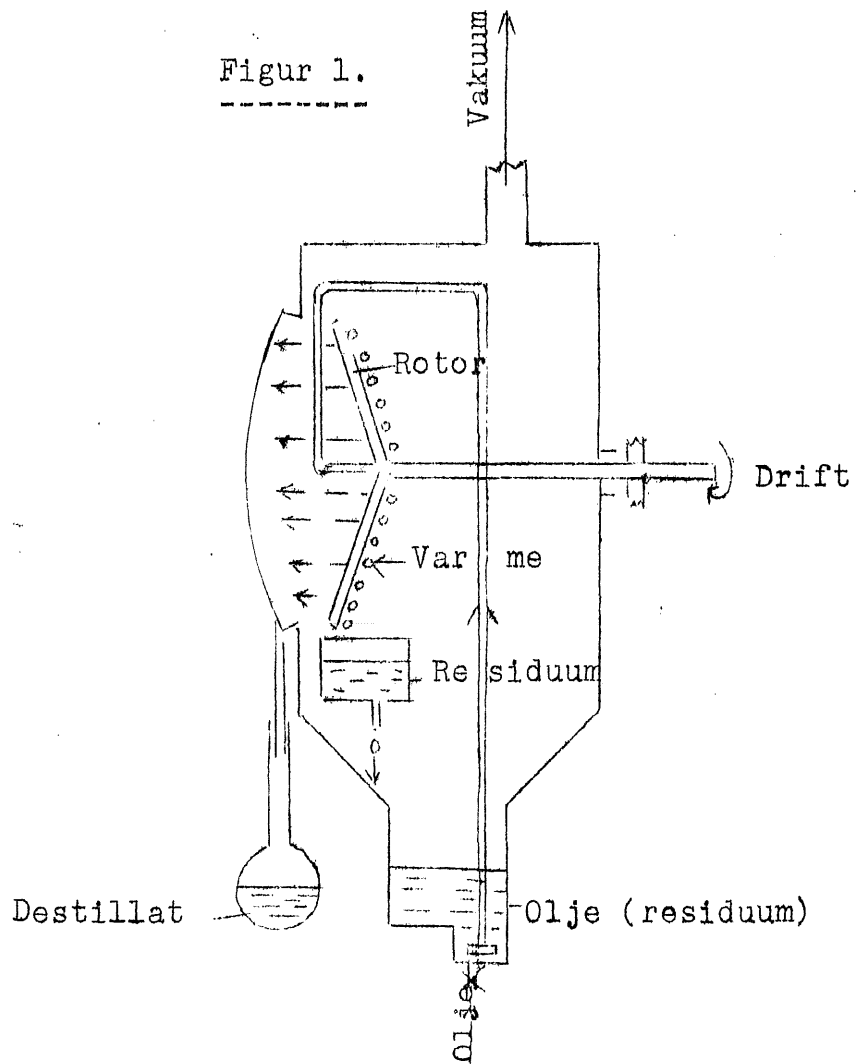
Bergen, 24.11.1954.

Molecular still . . . shark liver oil (1.660 IU/g)

-225°, 235°, 245°.

Temperature (°C)	Pressure (microns)	Cycles	Destillate									
			g of frac- tion.	%	% unsapon.	Vitamin A						
						E <sub>1</sub> % 1cm 325 cor.	IU/g	E dest. E oil	Total amount	%		
225° (283 g)	3,5	1	5,4	1,92	27,4	20,9	39.710	24,0	214.000	45,5		
	3,5	1	4,2	1,48	27,2	13,0	24.776	15,0	104.000	22,2		
	3,0	1	3,7	1,31	26,4	8,5	16.150	9,8	59.700	12,7		
	3,0	1	3,4	1,20	23,0	5,5	10.550	6,3	36.000	7,7		
235° (286 g)	3,2-3,5	1	8,2	2,86	22,2	16,98	32.262	19,5	265.000	55,8		
	3,5	1	7,3	2,55	20,4	9,36	17.784	19,8	130.000	27,4		
	3,2	1	6,0	2,12	20,3	4,19	7.961	4,8	47.000	9,9		
	3,2	1	5,1	1,78	22,0	2,40	4.560	2,7	23.000	4,9		
245° (286 g)	3,2	1	18,7	6,54	16,7	10,55	20.055	12,2	376.000	71,9		
	2,8-3,2	1	15,5	5,42	17,0	3,29	6.251	3,8	97.000	20,4		
	2,8-3,0	1	8,2	2,86	16,5	1,65	3.135	1,9	25.700	5,4		
	2,8	1	8,1	2,83	24,4	0,57	1.083	0,6	8.800	1,8		

Figur 1.



Figur 2.

