

ПОВЫШЕНИЕ КАЧЕСТВА ЭКСТРАКЦИОННОГО РЫБЬЕГО ЖИРА

Проф. В. В. Колчев, кандидат технических
наук С. Б. Альтшулер, мл. научный
сотрудник Ф. Я. Черноморская

Лаборатория жиров ВНИРО

Жир, получаемый из рыбных отходов путем экстракции растворителем (бензином, дихлорэтаном), отличается очень низкими качествами и не отвечает требованиям стандарта на технический рыбий жир, получаемый другими методами. Целью настоящей работы было:

- 1) выяснить, какие операции при обработке рыбных отходов оказывают отрицательное влияние на качество получаемого жира;
- 2) установить оптимальный режим технологического процесса, обеспечивающий наименьшие изменения качества жира, полученного путем экстракции.

Исследовательские работы проводились на Астраханском рыбном комбинате.

Технологический процесс переработки рыбного сырья на заводе технической продукции Астраханского рыбного комбината в основном сводился к следующим операциям. Свежие или соленые рыбные отходы проваривали и затем прессовали, в результате некоторое количество жира, большее или меньшее, в зависимости от степени жирности сырья, переходило в жидкую массу, другая часть жира оставалась в плотной отпрессованной массе. В случае переработки соленых отходов отпрессованная масса поступала в отмочку для освобождения от соли, отпрессованную массу из несоленых отходов непосредственно направляли в сушильный аппарат.

Подсушенную до содержания влаги 18—20% отпрессованную массу загружали в экстрактор, где жир экстрагируется подогретым бензином. Основная часть жира извлекается бензином, и в виде раствора жира в бензине (мисцеллы) переводится в дистилляционный аппарат для отгонки растворителя. Остаток в дистилляторе представляет собой жир с примесью воды и частиц ткани. Очистку производят центрифугированием, в результате получают готовый продукт — жир темнокоричневого цвета.

Для установления изменений, которые происходят в жире при обработке рыбного сырья, были проведены следующие исследования: определение химического состава сырья на отдельных стадиях технологического процесса и определение главных химических показателей жира сырья за тот же период.

Для опытной переработки были использованы соленые отходы частиковой рыбы.

Результаты анализа сырья и полуфабриката¹, показывающие изменения их химического состава на разных этапах обработки, приведены в табл. 1 (в %).

¹ Определения выполнены лабораторией Астраханского отделения ВНИРО.

Таблица 1

Характер обработки сырья	Первый опыт				Второй опыт			
	влага	жир	азот	минеральные вещества	влага	жир	азот	минеральные вещества
Исходное сырье	52,9	9,6	2,9	17,4	46,2	13,1	2,9	19,6
После прессования	44,0	8,5	4,3	19,5	43,7	9,4	5,1	15,7
После отмопки	58,3	2,8	4,3	6,0	58,7	4,7	4,1	6,5
После высушивания:								
а) в первом барабане	54,0	8,7	4,7	7,7	48,8	10,1	4,7	7,9
б) во втором барабане	40,2	12,7	—	—	33,8	14,0	6,6	—
в) в третьем барабане	29,9	12,6	6,7	—	20,3	15,0	7,8	—
г) в четвертом барабане . . .	18,5	14,3	7,9	12,6	11,0	16,3	9,0	13,7
После экстракции	30,0	0,8	—	—	30,5	2,1	—	—

Данные табл. 1 показывают, что на переработку сырье поступало неоднородное по своему химическому составу (оба опыта проводились в один и тот же день). В первом опыте сырье было более влажное, но менее жирное, чем во втором. Однако можно отметить, что независимо от значительного различия в химическом составе сырья влажность отпрессованной массы оказалась почти одинаковой. В процессе отмопки наблюдалось также почти одинаковое возрастание содержания влаги в отмоленном полуфабрикате. Из сопоставления результатов, полученных в первом и втором опытах, вытекает, что процесс сушки протекал с различной интенсивностью: во втором опыте скорость высушивания была выше, так что при одинаковой продолжительности высушивания и почти одинаковой влажности полуфабриката перед сушкой, сушенка выходила из сушильного аппарата с весьма различным содержанием остаточной влаги — 18,5 и 11%. Этот факт указывает, что как процесс высушивания, так и расход тепла на высушивание не подвергается какому-либо контролю. Такое значительное удаление влаги из сушенки, как это имело место во втором опыте, не вызывалось какой-либо необходимостью, так как экстрагирование жира происходит одинаково полно как при влажности 10—12%, так и при влажности сушенки 22—25%. Кроме того, влажность проэкстрагированного полуфабриката после пропарки оказалась также одинаковой, что лишний раз подчеркивает целесообразность столь значительного подсушивания сушенки для экстракции, как это имело место во втором опыте.

Для характеристики качества жира, получаемого на разных стадиях технологического процесса, извлечение жира из полуфабриката производилось сначала серным эфиром, а затем смесью хлороформа и этилового спирта (1 : 1). Поэтому в табл. 2 качественное состояние жира характеризуется на каждом этапе обработки двумя величинами: первая (а) относится к жиру, растворимому в серном эфире, вторая (б) к жиру, извлеченному хлороформом-спиртовой смесью.

Как видно из табл. 2 качество жира, оставшегося в полуфабрикате после прессования, характеризуется высоким содержанием свободных жирных кислот, низким иодным числом и высоким числом омыления. По сравнению с обычными показателями жира среднего качества, жир полу-

Таблица 2

Стадия обработки	Условное обозначение величин	Первый опыт				Второй опыт			
		кислотное число	иодное число	число омыления	неомыляемые	кислотное число	иодное число	число омыления	неомыляемые
Жир отпрессованной массы	а	36,5	86,6	218,8	2,9	37,6	91,5	229,8	—
	б	36,9	90,2	216,5	2,5	25,9	76,8	174,7	—
Жир сушенки в первом барабане	а	38,6	76,3	249,0	—	46,7	84,4	236,4	—
	б	35,6	70,0	182,0	—	—	—	—	—
Во втором барабане . .	а	48,0	73,1	228,9	—	—	—	—	—
	б	35,7	77,8	191,8	—	—	—	—	—
В третьем барабане . .	а	43,3	64,5	337,2	—	—	—	—	—
	б	39,9	62,4	217,7	—	—	—	—	—

фабриката перед направлением его на сушку был довольно низкого качества.

Процесс сушки уже в начальной стадии (в конце первого барабана) вызвал дальнейшее понижение качества жира, о чем можно судить по уменьшению иодного числа и возрастанию числа омыления. При продвижении полуфабриката по сушильным барабанам иодное число жира продолжает снижаться и доходит на конечной стадии сушки (в конце третьего барабана) до 64,5; наряду с этим кислотное число продолжает увеличиваться. Продукты изменения жира, извлеченного хлороформом-спиртовой смесью (окси-кислоты) по кислотным и иодным числам почти не отличаются от жира, извлеченного серным эфиром. Только в отношении числа омыления жира, извлеченного хлороформом-спиртовой смесью, этот показатель значительно отличался от числа омыления жира эфирного экстракта: он заметно увеличивается в процессе сушки, но все же не достигает величины этого показателя в жире эфирного экстракта из сушенки. В целом процесс высушивания приводит к значительному снижению качества жира в сушенке.

На Астраханском заводе технической продукции экстракция жира из сушенки осуществляется с применением бензина путем последовательных настаиваний. Спускаемая из экстракторов мисцелла подвергалась исследованию для определения качества извлеченного из сушенки жира. Определение химических показателей проводилось непосредственно в мисцелле, после чего в ней определялось содержание жира, на который и пересчитывали полученные показатели. Результаты определений приведены в табл. 3.

В результате исследования мисцелл разного порядка настаивания оказалось, что в первую очередь извлекается из сушенки жир более высокого качества, чем при последующих настаиваниях. Этот жир имеет меньшее количество свободных жирных кислот (показатель кислотного числа) и меньшее количество низкомолекулярных кислот (более низкое число омыления) по сравнению с экстрактами жира, извлеченного последующими настаиваниями с бензином. При третьем настаивании извлекается жир, наиболее измененный по сравнению с первоначально содержащимся в сушенке. Дистилляция мисцеллы в производственных условиях сначала глухим, а к концу перегонки острым паром не вносит, как видно из табл. 3, каких-либо существенных нежелательных изменений в качественное состояние жира; например, снижение числа омыления

Таблица 3

Исследуемый объект	Первый опыт (экстрактор № 5)					Второй опыт (экстрактор № 7)				
	содержание жира в мис- целле (в %)	показатели жира				содержание жира в мис- целле ** (в %)	показатели жира			
		кислотное число	иодное число	число омы- ления	неомыляе- мые (в %)		кислотное число	иодное число	число омы- ления	неомыляе- мые (в %)
Мисцелла										
а) после первого настаивания и упаривания *	65,4	34,4	121,4	215,5	3,7	83,2	35,3	115,2	213,2	3,5
б) после второго настаивания *	—	—	—	—	—	22,4	43,6	113,6	222,2	3,6
в) после третьего настаивания *	17,9	58,2	115,2	227,5	3,5	—	—	—	—	—
Жир (после отгонки бензина в дистилляторе)	—	34,4	121,2	196,6	2,9	—	—	—	—	—

указывает на частичное освобождение жира от свободных низкомолекулярных жирных кислот, улетучивающихся с паром.

Таким образом, при обработке сырья — сушки, экстракции и дистилляции — только сушка оказывает значительное влияние на снижение качества жира рыбного полуфабриката. В процессе экстракции путем последовательного настаивания производится своего рода дифференциация жира по качеству: последним из сушенки удаляется жир наиболее низкого качества.

Изучение метода экстракции в лабораторных условиях

Для выяснения роли факторов (температуры воздуха, длительности сушки), оказывающих влияние на рыбное сырье в процессе его переработки, указанные выше операции были проведены в лабораторных условиях. Сушка сырья проводилась в сушильном аппарате емкостью 1,5—2 кг, снабженном механической мешалкой. Через аппарат во время сушки пропусклся воздух.

Опыт первый

Сырьем для сушки служила соленая вобла следующего химического состава (в %).

Таблица 4

Влага	Жир	Азот	Зола	NaCl	Жир из сырья		
					кислотное число	иодное число	число омыления
52,2	8,5	3,27	19,5	15,6	52,7	103,1	225,6

* Высокое содержание жира в мисцелле объясняется тем, что для удобства транспортировки проб большая часть растворителя из мисцеллы была удалена испарением на месте.

** Определение химических показателей жира после удаления бензина из мисцеллы дало следующие величины: кислотное число 40,2, иодное число 110,2.

Сушка соленой воблы проводилась при температуре 120° в течение трех часов. В сушилку было загружено 1 кг сырья. Получено сушенки 550 г. Полученная сушенка была серовато-коричневого цвета с влажностью 13,1% и содержанием жира 17%. Предполагалось сушить воблу до влагосодержания около 20% со средней скоростью движения воздуха 0,013 м/сек.

Сушенку в количестве 450 г подвергали экстрагированию бензином путем настаивания. Было проведено последовательно четыре настаивания с бензином по 20 минут каждое. Для заполнения бензином экстрактора требовалось около 8 минут, для спуска мисцеллы — 10 минут. Для настаивания было израсходовано бензина (в мл):

Первое настаивание	1400
Второе настаивание	1000
Третье настаивание	950
Четвертое настаивание	950

Всего 4300

На экстракцию жира пошло почти 10-кратное количество бензина, тогда как в производственных условиях расход бензина в два раза меньше.

После экстракции бензина сушенка подвергалась пропарке (перегретым паром из паровичка). В пропаренной сушенке содержалось влаги 51% и жира 0,9%. Таким образом, обезжиривание сушенки было проведено достаточно полно.

Для качественной характеристики жира мисцеллы производились определения кислотного числа, иодного числа и числа омыления непосредственно в мисцелле, после чего определялось содержание жира в мисцелле, на который перечислялись полученные химические показатели. Те же показатели определялись в жире после удаления из мисцеллы бензина. Результаты определений приведены в табл. 5.

Таблица 5

Мисцелла	Жир в растворителе (бензине)			Жир, освобожденный от бензина		
	кислотное число	иодное число	число омыления	кислотное число	иодное число	число омыления
После первого настаивания	43,6	116,1	220,3	41,3	79,7	218,5
После второго настаивания	52,7	103,1	230,4	35,2	81,9	207,5
После третьего настаивания	72,6	46,2	255,2	33,8	89,0	—
После четвертого настаивания	53,3	—	—	29,2	52,4	—

Примечание. Бензин, примененный для экстракции, при фракционированной разгонке дал следующие фракции (в %):

от 55° до 70°	4,0
" 71° " 80°	8,5
" 81° " 90°	17,5
" 91° " 100°	25,0
" 101° " 105°	11,5
Выше 105°	33,5

Данные табл. 5 показывают, что сначала из сушенки извлекается жир лучшего качества, а затем с каждой последующей экстракцией качество выделенного жира снижается, т. е. увеличивается его кислотное число и число омыления, значительно снижается иодное число. Дистилляция растворителя (бензина) вызвала обратное явление: снижение кислотных чисел и числа омыления жира по мере хода процесса экстракции, и возрастание иодных чисел к моменту окончания дистилляции. Однако эти величины остаются ниже иодных чисел жира, переходящего в бензин в начале процесса.

Смысл указанного явления заключается в том, что при отгонке растворителя с парами воды вместе с растворителем удаляются свободные низкомолекулярные кислоты, на что указывает значительное снижение кислотного числа жира и числа омыления. Удаление кислот приводит к уменьшению общего количества оставшегося жира, что влечет за собой возрастание (относительное) ненасыщенных соединений в жире (увеличение иодного числа). В общем качество жира после дистилляции изменяется заметно лишь в отношении его ненасыщенности.

В ходе дальнейших исследований процесса получения экстракционного жира были проведены следующие операции: сушка, экстрагирование сушенки и дистилляция мисцеллы. Эти операции проводились 1) на соленом и свежем сырье, 2) при 120° и 100° и 3) при доступе воздуха и под вакуумом.

Опыт второй

Для получения жира была взята соленая вобла. Химический состав воблы и некоторые показатели заключенного в ней жира приведены в табл. 6.

Таблица 6

Химический состав соленой воблы (в %)			Жир, выделенный из соленой воблы			
влага	жир	азот	кислотное число	иодное число	число омыления	пероксидное число
50,01	11,35	3,38	41,4	88,3	210,5	1,06

Примечания. 1. Для выделения жира во всех опытах применялся петролейный эфир с температурой кипения до 55°.

2. Выделение жира для исследования из сырья и полуфабрикатов производилось посредством последовательного экстрагирования петролейным эфиром. Для экстрагирования применялся прибор, описанный в статье К. П. Петрова („Рыбное хозяйство“ № 11, 1935).

Как видно из химических показателей жира, сырье, взятое для сушки, было очень низкого качества.

Сушка проводилась в горизонтальном цилиндрическом сушильном аппарате емкостью до 2 кг, снабженном мешалкой и рубашкой с электрообогревом.

Теплопередача осуществлялась через вазелиновое масло, налитое в рубашку. Температура масла была 120°. Скорость вращения мешалки — около 13 об/мин. Продолжительность сушки 2 часа при пропуске воздуха через аппарат.

Для сушки было взято 1,175 кг воблы, получено сушенки 700 г. Химический состав сушенки и характеристика содержащегося в ней жира приведены в табл. 7.

Таблица 7

Химический состав сушенки			Жир, выделенный из сушенки			
влага	жир	азот	кислотное число	иодное число	число омыления	перексидное число
12,08	16,84	5,86	47,1	99,2	200,0	0,0

Количество сконденсированной влаги из сушенки составляет 405 г. Подведение баланса показывает, что потери при высушивании доходят до 70 г.

Таким образом, процесс высушивания вызвал значительные изменения в жире рыбы: часть свободных кислот жира, главным образом низкомолекулярных, видимо, была удалена с парами воды при высушивании сырья, на что указывает уменьшение числа омыления. В то же время кислотное число жира после сушки возросло, что указывает на гидролиз жира, вызванный процессом сушки.

Отсутствие пероксидов подтверждает непрочность этих соединений; они разложились, очевидно, во время сушки.

Для последующего экстрагирования было взято 500 г сушенки упомянутого выше состава. Растворителем служил бензин, уд. вес 0,725 и температура кипения 60—120°. Общее количество бензина, пошедшего на экстрагирование сушенки, составляло 4550 мл. Обезжиривание производилось четырехкратным настаиванием; на каждое настаивание было употреблено следующее количество бензина (в мл):

Первое настаивание	1500
Второе настаивание	1100
Третье настаивание	950
Четвертое настаивание	1000

Всего . . 4550

Следовательно, на экстрагирование сушенки было израсходовано почти девятикратное количество бензина. Сушенка после экстрагирования и пропарки содержала 36,55% влаги и 0,61% жира.

Характеристика жира, извлеченного из сушенки растворителем, дана в табл. 8, где приведены химические показатели жира в мисцелле (кислотное, иодное число и число омыления) и жира после дистилляции растворителя (бензина).

Таблица 8

Мисцелла	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир в бензине (мисцелла)			Жир, полученный из мисцеллы после дистилляции		
		кислот- ное число	иодное число	число омыле- ния	кислот- ное число	иодное число	число омыле- ния
После первого настаивания	7,72	43,3	93,0	206,7	42,9	91,7	206,0
После второго настаивания	1,72	56,6	90,8	219,5	46,1	90,4	201,5
После третьего настаивания	0,32	85,3	93,0	—	43,6	88,2	183,8
После четвертого настаивания	0,11	144,0	54,5	291,3	31,7	89,8	129,4

Примечания. 1. Концентрация жира определялась по весу в 100 мл мисцеллы.

2. Остатки (следы) растворителя отгонялись из жира паром.

На основании полученных данных (табл. 8) можно сделать вывод, что основная масса жира извлекается из сушенки при первом настаивании. Из общего количества извлеченного жира на мисцеллу первого настаивания приходится 78,2% жира, на мисцеллу второго настаивания — 17,42%, на мисцеллу третьего настаивания — 3,2% и на мисцеллу четвертого настаивания — 1,13%. Как и в предшествующем опыте, составные части жира сушенки извлекались бензином неодинаково, свободные жирные кислоты извлекались значительно медленнее, чем основная масса нейтрального жира, на что указывает резкое возрастание кислотного числа жира мисцеллы каждого последующего настаивания. Если рассчитать общую кислотность всего извлеченного из сушенки жира, то она составит:

$$\frac{(78,22 \cdot 43,3) + (17,42 \cdot 56,6) + (3,24 \cdot 85,3) + (1,12 \cdot 144,6)}{100} = 48,1.$$

Величины иодных чисел показывают, что по мере обезжиривания сушенки в ней задерживается жир все более измененный по качеству. Увеличение числа омыления показывает, что после каждого настаивания в сушенке остается жир, все более обогащенный низкомолекулярными кислотами.

Результаты отгонки растворителя из мисцеллы свидетельствуют о том, что некоторая часть свободных жирных кислот удаляется из жира при повышении температуры, особенно это заметно для жира мисцелл последних настаиваний, что лишний раз подтверждает высказанное выше положение, что низкомолекулярные жирные кислоты и, следовательно, наиболее летучие переходят в мисцеллу только после продолжительного действия растворителя на сушенку.

Иодные числа жира после дистилляции растворителя (бензина) оказываются близкими к иодным числам жира, полученного из мисцеллы от всех четырех настаиваний вместе. Это показывает, что ухудшение жира, извлекаемого из сушенки по мере действия растворителя, происходило главным образом за счет низкомолекулярных жирных кислот. Отчетливо подтверждается это положение характером изменения числа омыления как жира мисцелл, так и жира после отгонки растворителя. В зависимости от времени экстракции количество низкомолекулярных жирных кислот в жире возрастает (см. в табл. 8 увеличение числа омыления жира мисцелл), при дистилляции же бензинового раствора жира последний дает фракции, все более обогащенные высокомолекулярными кислотами (см. табл. 8 падение числа омыления в жире после дистилляции). Следовательно, некоторая часть жирных кислот, в основном низкомолекулярных, удаляется из жира вместе с парами растворителя и воды; задерживаются ли они в растворителе, конденсируясь вместе с ним в холодильнике, или уходят в воздух — вопрос остается пока еще невыясненным.

Расчет общего кислотного числа жира, освобожденного (дистилляцией с заключительной пропаркой) от растворителя, дает величину:

$$\frac{(78,22 \cdot 42,9) + (17,42 \cdot 46,1) + (3,24 \cdot 43,6) + 1,12 \cdot 31,7}{100} = 43,4.$$

Таким образом, дистилляция бензинового раствора жира, извлеченного из сушенки, вызывает снижение кислотного числа жира, приблизительно на пять единиц в основном за счет удаления низкомолекулярных кислот, присутствовавших в жире до дистилляции.

Опыт третий

Этот опыт проводился в тех же условиях температуры и режима процесса, что и предшествующий, но с меньшим количеством раствори-

теля для экстракции сушенки. Задачей было приготовить сушенку с влажностью, близкой к 20%, так как в предыдущем опыте влажность ее оказалась равной 12%. Сырьем служила соленая вобла, как и в предыдущем опыте.

Характеристика химического состава сырья и содержащегося в нем жира приведена в табл. 9.

Таблица 9

Химический состав соленой воблы (в %)				Жир, выделенный из соленой воблы		
влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления
48,57	6,93	3,70	20,33	49,3	98,3	195,4

В качестве растворителя для жира применялся петролейный эфир с температурой кипения 40—75°.

Количество сырья, взятого для сушки, составляло 1190 г, температура стенок сушилки 120°, время высушивания 2 часа 20 минут. После высушивания получено 787 г сушенки красновато-коричневого цвета. Химический состав сушенки и характеристика заключенного в ней жира приведены в табл. 10.

Таблица 10

Химический состав сушенки (в %)				Жир, выделенный из сушенки		
влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления
18,19	14,41	5,84	—	46,5	90,6	180,1

Количество выделенной и сконденсировавшейся влаги из сушенки составило 365 г. Потери при высушивании составляют таким образом $1190 - (787 + 365) = 38$ г. Сравнение показателей жира, содержащегося в исходном сырье, и жира сушенки свидетельствует, что и в данном опыте процесс высушивания оказал значительное влияние на качество жира сырья: небольшое снижение кислотного числа объясняется частичным удалением свободных жирных кислот с парами воды (при сушке). Понижение иодного числа указывает на частичное ухудшение качества жира, а снижение числа омыления подтверждает, что при высушивании с парами воды из сушенки удаляются более летучие свободные кислоты низкого молекулярного веса.

Более короткий промежуток времени сушки в предыдущем опыте, связанный с большим удалением влаги из высушиваемого материала, указывает на то, что скорость высушивания в первом случае была значительно выше (на 70%), чем в данном опыте. Можно предположить, что количество свободных кислот в сушенке в предыдущем опыте было несколько выше и связано с более энергичным высушиванием.

Последующее экстрагирование сушенки осуществлялось также в четыре приема. Расход бензина на экстракцию указывается в табл. 11.

Таблица 11

Настаивания	Количество бензина, взятого для экстракции (в мл)	Получено мисцеллы после сливания экстракта (в мл)
Первое	1200	920
Второе	1000	1000
Третье	850	840
Четвертое	850	840
Всего . .	3900	3600

Таким образом, при обезжиривании сушенки бензин удерживается ею в количестве около 280 г при первом спуске из экстрактора мисцеллы, что составляет около 23,3 % от количества залитого бензина, а общее количество всего оставшегося в экстрагируемой сушенке бензина после экстракции составило 60 % от веса сушенки.

Для экстрагирования сушенки было израсходовано восьмикратное количество бензина.

Определение показателей жира, извлеченного бензином из сушенки, проведено как в мисцелле, так и после отгонки растворителя. Данные приведены в табл. 12.

Таблица 12

Мисцелла	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир в мисцелле			Жир после дистилляции мисцеллы		
		кислотное число	иодное число	число омыления	кислотное число	иодное число	число омыления
После первого настаивания	5,66	46,5	91,2	211,4	40,7	86,3	—
После второго настаивания	1,36	54,7	84,7	216,6	47,3	70,6	—
После третьего настаивания	0,27	61,9	83,5	222,7	47,1	62,7	—
После четвертого настаивания	0,03	73,8	71,5	245,8	—	—	—

Из общего количества экстрагированного жира при первом настаивании извлекается бензином основная масса его в количестве 75,6 %, при втором настаивании извлекается 19,8 %, при третьем — 3,4 % и при четвертом — 1,1 %. Кислотное число полученных мисцелл показывает, что при экстракции бензином свободные кислоты жира извлекаются медленнее, чем нейтральный жир, т. е. к концу периода экстракции извлекаемый жир все более обогащается свободными кислотами.

Среднее кислотное число жира мисцеллы, полученной за весь период экстракции, составляет (по расчету) 48,9, т. е. довольно близко к кислотному числу жира мисцеллы первого настаивания. Изменения иодного числа, а также числа омыления жира по мере экстрагирования сушенки доказывают, что с каждым последующим настаиванием из сушенки извлекается жир все более пониженного качества. Характеристика жира после дистилляции, как и жира мисцеллы, дана в табл. 12.

Данные указывают на то, что количество свободных кислот в жире,

по сравнению с жиром мисцеллы, заметно уменьшилось за счет удаления низкомолекулярных летучих кислот. В то же время значительно снизилось и иодное число жира всех трех экстрактов. Следовательно, при дистилляции бензина качество жира ухудшилось, несмотря на уменьшение свободных кислот в нем. Среднее кислотное число жира после отгонки растворителя составило 41,7.

Результаты двух последних опытов оказались близкими. Таким образом, некоторое пересушивание сушенки (против 20% влаги) и избыток растворителя при остальных одинаковых условиях обработки не вызывают заметного различия в характере изменения качества жира в процессе экстракции.

Опыт четвертый

В предшествующих опытах сушенку получали при 120°; в данном опыте температура сушильного аппарата поддерживалась около 100°. Сырьем для опыта была соленая вобла, химический состав которой указывается в табл. 13.

Таблица 13

Химический состав соленой воблы (в %)				Жир, выделенный из соленой воблы			
влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления	оксикислоты (в %)
53,95	9,93	3,18	—	43,8	96,7	192,3	3,56

Воблы взяты для сушки 1175 г, получено сушенки 685 г. Температура сушильного аппарата в течение опыта 100°. Время высушивания 8 часов 40 минут. Сушенка получена темнокоричневого цвета.

Химический состав и показатели жира сушенки приведены в табл. 14. Количество сконденсировавшейся влаги из паров, отходящих из сушильного аппарата, 460 г. Потери при высушивании 1175 — (685 + 460) = 30 г.

Таблица 14

Химический состав сушенки				Жир, выделенный из сушенки			
влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления	оксикислоты (в %)
19,67	16,38	5,77	—	44,8	74,2	192,6	12,71

Из сравнения показателей жира из соленой воблы и жира, полученного из сушенки, можно заключить о значительном изменении жира (на основании понижения иодного числа) под влиянием сушки. Несомненно, главную роль в этом сыграла продолжительность процесса высушивания.

Полученная сушенка в количестве 500 г подвергалась в дальнейшем экстракции бензином путем последовательного настаивания (см. табл. 15).

Таблица 15

Настаивания	Количество бензина, израсходованного для экстракции (в мл)	Получено мисцеллы после настаивания сушенки (в мл)
Первое	1000	745
Второе	750	707
Третье	700	705
Четвертое	700	705
Всего	3150	2862

Из приведенных данных видно, что при спуске мисцеллы первого настаивания сушенкой задержано 255 мл бензина, что составляет 25,5% от бензина, потраченного на первое настаивание, и 51% от сушенки, заложенной в экстрактор. Общее количество бензина, задержанного сушенкой, 288 мл, или 57,6% от веса сушенки. Израсходовано на экстракцию шестикратное количество бензина (по отношению к сушенке).

Экстрагирование жира из сушенки осуществлялось, как и в предшествующих опытах, последовательным четырехкратным настаиванием с бензином. Концентрация полученных мисцелл и показатели содержащегося в них жира, а также жира, освобожденного от растворителя, определяли дистилляцией. Данные приведены в табл. 15 и 15а.

Таблица 15а

Мисцелла	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир в мисцелле			Жир после дистилляции мисцеллы		
		кислотное число	иодное число	число омыления	кислотное число	иодное число	число омыления
После первого настаивания	7,14	41,7	82,4	215,0	42,2	82,0	201,8
„ второго „	2,30	54,5	85,0	231,7	48,4	85,3	203,4
„ третьего „	0,66	74,9	88,1	273,5	59,8	71,7	215,6
„ четвертого „	0,18	168,1	93,6	410,7	55,0	79,3	192,2

Из всего количества извлеченного из сушенки жира 70,6% было экстрагировано при первом настаивании, при втором настаивании — 21,6%, при третьем — 6,2%, при четвертом — 1,6%.

Среднее кислотное число жира мисцеллы за весь период настаивания составляет (по расчету) 50,6, а среднее кислотное число жира после отгонки растворителя — 44,8. Очень своеобразным оказался характер изменения иодного числа жира мисцеллы разного порядка экстрагирования. Вместо ожидаемого снижения иодного числа жира, как это имело место в предшествующих опытах, было обнаружено заметное возрастание его по мере продолжения экстракции. Причин такого явления не удалось установить, но, очевидно, с ним связаны и неопределенные колебания иодного числа в жире после дистилляции растворителя.

Средние величины иодного числа и числа омыления для жира мисцеллы и жира, освобожденного от растворителя дистилляцией, были:

иодное число 83,5, число омыления 225,4; для жира после дистилляции соответственно 82 и 204,1.

Таким образом, среднее иодное число жира мало отличается от истинного иодного числа мисцеллы первого настаивания и жира, полученного из нее после дистилляции.

Как показывают средние величины числа омыления, процесс дистилляции оказал существенное влияние на изменение характера и количество свободных кислот жира после отгонки растворителя: в готовом жире значительно снизилось количество низкомолекулярных (летучих кислот). На это указывает также уменьшение кислотного числа жира после дистилляции.

Сравнивая качество полученного после сушки и экстракции жира сушенки с жиром сырья соленой воблы, можно отметить, что высушивание массы до 19,67% остаточной влаги при 100° в течение восьми часов оказало более значительное влияние на снижение качества жира, чем подобная же обработка до 18,19% остаточной влаги в течение двух часов, но при температуре 120°.

Опыт пятый

Для опыта была взята мороженая вобла и небольшое количество леща (хранение восемь дней на льду) после доставки с холодильника. Сушка проводилась при температуре 120°. Химический состав сырья (смесь воблы и леща) указывается в табл. 16.

Таблица 16

Химический состав мороженых воблы + леща (в %)				Жир, выделенный из воблы + леща			
влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления	оксикислоты* (в %)
71,00	7,33	3,00	3,22	39,1	116,1	187,8	1,34

Для опыта было взято 1945 г сырья. Высушивание продолжалось 3 часа 35 минут. Количество полученной сушенки 680 г. Количество сконденсированной воды, выделившейся из рыбы при высушивании, составило 1185 г. Потери при высушивании 1945 — (1185 + 680) = 80 г. Результаты анализов полученной сушенки приведены в табл. 17.

Таблица 17

Химический состав сушенки				Жир, выделенный из сушенки			
влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления	оксикислоты* (в %)
16,70	16,52	8,68	11,14	22,7	122,5	191,6	5,81

Примечание. Количество оксикислот приведено суммарное, полученное из петролейно-эфирной вытяжки (1,31%) и из хлороформ-спиртовой (4,50%).

* В таблицах дано суммарное содержание оксикислот (в петролейно-эфирной вытяжке — 0,62% и в хлороформ-спиртовой, полученной после экстракции петролейным эфиром — 0,72%).

Влажность сушенки оказалась ниже ожидаемой (20%).

Процесс высушивания вызвал заметные изменения в жире сушенки по сравнению с жиром сырья. Количество свободных кислот в жире значительно снизилось.

Нужно отметить небольшое возрастание иодного числа жира сушенки, удовлетворительного объяснения чему, как и в предыдущем случае, нам не удалось найти.

Значительное увеличение (больше чем в четыре раза) оксикислот свидетельствует о процессе окисления жира сырья во время высушивания и, следовательно, о снижении его качества.

Для экстрагирования жира из сушенки применяли бензин.

Результаты приведены в табл. 18.

Таблица 18

Настаивания	Количество бензина, израсходованного для настаивания 500 г сушенки (в мл)	Получено мисцеллы после настаивания (в мл)
Первое	1300	935
Второе	900	870
Третье	850	850
Четвертое	850	860
Всего . .	3900	3415

Следовательно, при спуске мисцеллы первого настаивания из экстрактора сушенкой задержано 28,1% от бензина, потраченного на первое настаивание, или 63% от веса сушенки. Общее количество бензина, задержанного сушенкой, составляет 97% от веса сушенки.

На экстракцию сушенки израсходовано почти восьмикратное количество бензина.

Таким образом, если сушенка соленого сырья задерживает немногим больше половины по отношению веса бензина, то сушенка из свежего сырья задерживает его в количестве, почти равном весу сушенки.

Экстракция сушенки настаиванием проводилась в четыре приема. Концентрация полученных мисцелл и характеристика жира мисцеллы и жира после дистилляции приведены в табл. 18а.

Таблица 18а

Мисцелла	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир в мисцелле				Жир после дистилляции мисцеллы			
		кислотное число	иодное число	число омыления	оксикислоты	кислотное число	иодное число	число омыления	оксикислоты (в %)
После первого настаивания	7,33	23,5	97,7	185,2	11,9	21,0	104,2	210,2	6,6
После второго настаивания	1,38	33,4	111,4	221,2	16,4	28,9	89,1	226,9	11,0
После третьего настаивания	0,22	59,8	89,2	271,1	—	48,4	99,9	—	—
После четвертого настаивания	0,09	85,6	67,7	401,3	—	59,3	109,2	—	—

При экстракции жира из сушенки первым настаиванием было выделено 82,4%, вторым настаиванием — 14,4%, третьим настаиванием — 2,2%, четвертым настаиванием — 1% от общего количества экстрагированного жира.

Среднее кислотное число жира мисцеллы и жира после дистилляции: 26,3 и 23,1. Средние величины иодного числа и числа омыления для жира в мисцелле и жира после удаления растворителя были: иодное число 99,2 и 102; число омыления — 190,6 и 212,6 (для первых двух фракций, т. е. для 96,8% всего извлеченного жира).

Кислотное число жира в мисцелле и жира после удаления растворителя возрастает по мере хода процесса экстракции и дистилляции, но во всех четырех фракциях кислотность жира после отгонки растворителя меньше кислотности жира мисцеллы; разница между ними увеличивается по мере экстрагирования за счет удаления главным образом летучих кислот.

Показатели жира мисцеллы первой экстракции после испарения растворителя свидетельствуют о заметном изменении качества жира: значительное возрастание числа омыления указывает на расщепление некоторых ненасыщенных кислот глицеридов.

Небольшое повышение иодного числа осталось необъяснимым и в этом случае. Этот вопрос нуждается в специальном исследовании.

В жире, оставшемся после удаления растворителя из второго экстракта, расщепление ненасыщенных кислот происходит значительно интенсивнее, что подтверждается и значительным увеличением числа омыления и заметным уменьшением иодного числа.

Из приведенных выше данных можно сделать вывод, что дистилляция мисцеллы не улучшила качества жира. Это видно из того, что общее количество кислот в жире все же увеличилось. В общем дистилляция жира с низким кислотным числом не приводит к улучшению качества жира, получающегося после дистилляции. Качество жира воблы после сушки и дистилляции, по сравнению с жиром сырья (табл. 16), несомненно понизилось, хотя количество свободных кислот уменьшилось в среднем почти в два раза.

Следовательно, на качество жира свежей рыбы отрицательно влияет главным образом процесс высушивания, увеличивая количество оксикислот и понижая иодное число жира по сравнению с жиром исходного сырья. Подобное же влияние на жир отмечено в предшествующем опыте с соленым сырьем (воблой). Разница в том, что, в более кислом жире соленой воблы мало изменяется количество свободных кислот; в жире свежей воблы это количество заметно уменьшается в процессе обработки.

Данные исследования характера изменения жира в процессе сушки, экстракции и дистилляции на нескольких рыбных объектах позволили сделать следующие выводы:

1. Наиболее заметное отрицательное влияние на качество жира соленой или свежей рыбы оказывает высушивание.
2. В процессе экстракции извлекается сначала жир лучшего качества, а к концу процесса — жир ухудшенного качества.
3. Количество свободных жирных кислот в жире при дистилляции обычно уменьшается, однако качество жира снижается по сравнению с жиром сырья.

Исследование производственного метода экстракции на Астраханском заводе технической продукции

Полученные результаты были подвергнуты проверке в производственных условиях на заводе Астраханского рыбного комбината с некоторым изменением технологического процесса. На основе предваритель-

ного хронометрирования работы отдельных агрегатов было проведено три опытных переработки рыбных отходов (свежих и соленых) с некоторым изменением процесса сушки (в двух барабанах вместо четырех), с отделением мисцеллы первого настаивания от мисцеллы второго и третьего настаивания.

Сырьем для опытного испытания служили отходы, неоднородные по составу, в основном головы леща, сазана, судака, сома и небольшое количество отходов свежей сельди и красной рыбы.

Характеристика сырья и полуфабриката, полученного на отдельных этапах технологического процесса, приведена в табл. 19.

Таблица 19

Наименование пробы	Химический состав				Жир, выделенный из пробы		
	влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления
Сырье	70,16	10,80	2,65	4,63	94,2	118,4	211,2
После пресса (жом)	66,29	5,83	3,94	9,14	—	—	—
Сушенка после первого барабана	51,53	6,74	4,70	—	38,8	126,4	213,2
Сушенка после второго барабана	37,04	8,86	5,84	—	33,8	126,8	216,6
Сушенка после пропарки (экстрактор 6)	48,69	1,71	6,20	15,82	—	—	—
Сушенка после пропарки (экстрактор 7)	44,48	1,52	5,86	19,58	—	—	—

Количество сырья, пропущенного через установку, составляло 8432 кг, из которых 6890 кг приходилось на отходы частика; остальное — отходы сельди и красной рыбы.

Продолжительность загрузки сырья в установку была 1 час 51 минута. Процесс высушивания происходил путем обогривания паром при давлении около 2 атм.

Средняя продолжительность отдельных операций технологического процесса приведена в табл. 20.

Таблица 20

Наименование операции	Варка	Прессование	Сушка		Экстракция							Дистилляция	
			первый барабан	второй барабан	первое настаивание	сливние	второе настаивание	сливние	третье настаивание	сливние	пропарка	первого слива	второго и третьего слива
Продолжительность (в мин.)	4	5	20	20	10	16	10	15	10	30	130	170	330

Из сравнения показателей жира сырья и полуфабриката на разных стадиях обработки (табл. 18а) следует, что 1) жир сырья, поступившего в обработку, обладал очень высокой кислотностью, 2) процесс высушивания весьма значительно снизил содержание свободных кислот в жире сушенки. Однако число омыления не только не снизилось, но даже несколько возросло, что указывает на образование некоторого количества

низкомолекулярных кислот, главным образом за счет окисления непредельных глицеридов. Это подтверждается дальнейшим уменьшением кислотного числа и повышением числа омыления жира сушенки во втором сушильном барабане.

Снижение свободных кислот и относительное увеличение иодного числа не компенсирует изменений в жире, произведенных окислительным действием воздуха при высокой температуре, на что указывает возрастание числа омыления. В процессе высушивания произошла также потеря жира за счет удаления части свободных жирных кислот с парами воды.

Экстрагирование полученной сушенки проводилось в двух экстракторах бензином путем трех последовательных настаиваний. Характеристика мисцелл, полученных в каждом экстракторе, приведена в табл. 21.

Таблица 21

Мисцелла	Условное обозначение времени настаивания	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир мисцеллы (экстрактор 6)			Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир мисцеллы (экстрактор 7)		
			кислотное число	иодное число	число омыления		кислотное число	иодное число	число омыления
После первого настаивания . . .	а б	—	12,8	145,6	194,6	4,83	16,0	108,3	217,3
		6,34	18,4	135,2	223,8	—	—	—	—
После второго настаивания . . .		0,43	28,6	143,1	220,8	2,12	16,9	150,3	212,2
После третьего настаивания . .		0,18	33,1	153,1	236,7	0,33	26,8	151,3	225,4

Примечания. 1. Средняя концентрация мисцеллы каждого настаивания определялась следующим образом. Во время настаивания (10 минут) трижды отбирались пробы мисцеллы через равные промежутки времени, среднюю концентрацию жира в трех соединенных пробах мисцеллы приблизительно принимали за среднюю концентрацию жира в мисцелле каждого настаивания.

2. Первое настаивание бензином в экстракторе 6 продолжалось 90 минут (мисцелла б) вместо 10 минут (мисцелла а), вследствие засорения спускной трубы.

Как видно из табл. 21, в результате экстрагирования сушенки в двух экстракторах обнаружилась очень значительная разница в показателях жира вследствие различия во время первого настаивания.

В экстракторе 6 при первом (очень продолжительном) настаивании в растворитель перешло около 92% (см. мисцелла б) всего экстрагированного жира¹, в экстракторе 7 первым настаиванием было извлечено только 66% жира; при втором-третьем настаивании в экстракторе 6 было извлечено жира 6 и 2%, в экстракторе 7 — 29 и 5% жира.

Считая количество мисцеллы, полученной в обоих экстракторах, приблизительно одинаковым, можно принять, что за первые два настаивания сушенки в экстракторе 6 извлечено жира приблизительно столько же, сколько за все время экстракции (три настаивания) в экстракторе 7.

Сравнивая показатели жира мисцелл от первого настаивания в обоих экстракторах нужно отметить, что за 10 минут первого настаивания в экстракторе 6 получен жир лучшего качества.

Удлинение срока первого настаивания до 90 минут (мисцелла б) изменило характер жира в худшую сторону не только по сравнению

¹ Расчет исходит из приблизительно одинакового количества мисцелл, сливаемых из экстрактора после каждого настаивания.

с жиром, извлеченным за первые 10 минут настаивания, но и с жиром мисцеллы второго настаивания в экстракторе 7. Таким образом, подтверждаются все приведенные ранее указания на ухудшение качества жира, извлекаемого бензином по мере настаивания.

Так же, как и при лабораторных условиях экстрагирования, извлекаемый жир изменяется с каждым последующим настаиванием (постепенное увеличение кислотного числа и числа омыления).

Наблюдалось отмеченное уже при лабораторных исследованиях явление изменения иодного числа: последнее возрастает по мере настаивания.

Дистилляцию полученных мисцелл осуществляли так, что мисцеллы первого настаивания (из обоих экстракторов) собирали в один дистиллятор, где подвергали выпариванию; мисцеллы второго и третьего настаивания собирали в другой дистиллятор.

Дистилляция проводилась сначала глухим, а затем острым паром; продолжительность дистилляции мисцелл первого настаивания около 3 часов, мисцеллы второго и третьего настаивания — 5,5 часа.

В первом дистилляторе температура поднялась за 2,5 часа до 103° (глухой пар) и за 0,5 часа с 103 до 110° (острый пар), во втором экстракторе за 5 часов до 94° (глухой пар) и за 0,5 часа с 94 до 109° (острый пар).

За весь период дистилляции через равные промежутки отбиралось три пробы, которые по отдельности испытывали на содержание жира и на его качественное состояние. Полученные данные сведены в табл. 22.

Таблица 22

№ пробы	Дистиллятор 1				Дистиллятор 2			
	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Кислотное число	Иодное число	Число омыления	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Кислотное число	Иодное число	Число омыления
Первая . .	19,48	21,4	122,0	241,4	2,92	28,5	123,4	237,9
Вторая . .	—	—	—	—	2,96	25,4	127,2	226,0
Третья . .	68,56	13,1	139,0	210,4	57,34	17,4	155,6	223,7

Характеристика жира на разных стадиях дистилляции показывает, что 1) в этом процессе жир освобождается от части свободных кислот, главным образом летучих, 2) несмотря на меньшую продолжительность дистилляции смеси мисцелл первого настаивания жир освобождается от низкомолекулярных кислот в такой же степени, как жир второго и третьего настаивания, 3) дистилляцию мисцелл первого и соединенных второго и третьего настаиваний целесообразно проводить раздельно, чтобы получить 70—75% жира лучшего качества.

Результаты исследования, полученного после удаления растворителей жира до и после очистки центрифугированием, приводятся в табл. 23.

Последующая очистка жира (из мисцелл первого настаивания) центрифугированием, как видно, не оказала существенного влияния на изменение качества жира, кроме удаления из него механических загрязнений (воды и частиц ткани). Более заметны изменения для жира вто-

Таблица 23

Наименование жира	Жир неочищенный			Жир после центрифугирования		
	кислотное число	иодное число	число омыления	кислотное число	иодное число	число омыления
Жир, полученный из мисцелл первого настаивания	10,1	128,1	191,6	11,3	122,5	181,5
Жир, полученный из мисцелл второго и третьего настаиваний	15,1	124,0	190,7	12,3	102,7	162,3

рого и третьего настаиваний, но возможно, что это явление случайного характера.

Другое опытное испытание на производственной установке Астраханского рыбокомбината было проведено с соленым сыром. Сырьем служили соленые отходы при разделке сельди и целая сельдь в количестве 10 500 кг. Химический состав этого сырья приведен в табл. 24.

Таблица 24

Наименование пробы	Химический состав сырья (в %)				Жир, выделенный из пробы		
	влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления
Сырье	56,48	10,76	3,18	14,48	29,8	135,6	260,0
После первого прессования	41,35	9,10	5,40	15,56	—	—	—
Бульон от первого прессования	74,94	20,45	0,18	0,55	16,9	179,0	175,1
После второго прессования (жом)	50,32	8,29	5,57	8,33	—	—	—
Бульон от второго прессования	95,73	1,16	0,26	0,04	19,5	171,6	168,1
Сушенка после первого барабана	37,77	9,78	6,12	—	24,5	105,6	256,0
Сушенка после второго барабана	28,61	11,30	6,67	—	24,3	108,0	271,7
Сушенка после пропарки (экстрактор 5)	55,40	1,78	5,25	10,41	—	—	—
Сушенка после пропарки (экстрактор 6)	56,61	1,63	5,24	10,49	—	—	—

Примечание. Плотный остаток (без жира) в пробах № 3 и 5 составлял 4,61 и 3,11%. Продолжительность загрузки сырья 2 часа 14 минут.

Соленое сырье отмачивали после прессования в течение 70—85 минут, занимая в целом около 2,5 часа.

Процесс обработки самого сырья был изменен в том отношении, что после варки, прессования и отмоки полуфабрикат вновь (через варильник) направлялся в пресс для вторичного прессования и затем поступал в сушильный аппарат. Технологический учет продукции на

отдельных этапах обработки дал результаты, которые приводятся в табл. 25.

Таблица 25

Наименование продукта	Количество продуктов (в кг)	Процент от веса сырья
Сырье (соленая сельдь)	10 500	100
Полуфабрикат после первого прессования . . .	4 089	38,9
Бульон после первого прессования	7 494	71,4
Полуфабрикат после отмочки	5 259	50,1
Полуфабрикат после второго прессования . . .	3 745	35,7
Бульон после второго прессования	1 859	17,7
После сушки	3 023	28,8

Произведя подсчеты на основании данных табл. 24 и 25, можно установить, что при вторичном прессовании (после отмочки) полуфабрикат теряет в основном влагу, так как потери жира, азотистых веществ и соли составили всего 0,7%, следовательно, из общей потери $50,1 - 35,7 = 14,4\%$ влага составила 13,7%. Таким образом, прессованием после отмочки удалось удалить значительное количество влаги и тем значительно сократить как продолжительность сушки, так и расход пара.

По табл. 24 можно судить также об изменениях жира, начиная с сырья, поступающего на обработку до выпуска сушенки. Первым прессованием из проваренного полуфабриката был выделен жир, заметно отличающийся по качеству от жира сырья: он имел низкое кислотное число и число омыления, повышенное иодное число, что позволяет отнести отпрессованный из проваренного полуфабриката жир к более высокому сорту, чем жир сырья. Вторичное прессование (после отмочки) дало жир в меньшем количестве; этот жир имел показатели, довольно близкие жиру первого прессования.

Определение показателей жира из общих бульонов после месячного хранения в закатанных консервных банках при комнатной температуре дало результаты, которые приводятся в табл. 26.

Таблица 26

Жир бульона	Показатели жира		
	кислотное число	иодное число	число омыления
После первого прессования	17,4	186,0	178,6
После второго прессования	27,9	160,5	156,0

Из сравнения приведенных показателей с показателями жира, отделенного от бульона после отстаивания в процессе производства, значительные изменения показал жир бульона второго прессования: особенно значительно увеличилось кислотное число, снизились иодное число и число омыления. Отпрессованный жир весьма отличался не только от жира сушенки и жира экстрагированного из нее, но и от жира сырья, поступившего на переработку.

При высушивании отпрессованного полуфабриката (жома) уменьшилось количество свободных кислот жира. В процессе сушки произошло значительное снижение иодного числа наряду с значительным увеличением числа омыления. Это указывает на то, что произошло частичное разрушение некоторого числа двойных связей в глицеридах жира под действием окислительного процесса с образованием низкомолекулярных кислот, которые затем улетучились из жира с парами воды.

Дальнейшая обработка сушенки растворителем (бензином) проводилась в экстракторах 5 и 6 путем заливки бензином и настаиванием в течение 10 минут.

Данные по работе экстракторов приведены в табл. 27.

Таблица 27

Наименование операции	Продолжительность операции (в мин.)	
	экстрактор 5	экстрактор 6
Загрузка сушенкой	95	55
Первая заливка бензина	30	25
Настаивание	10	10
Спуск мисцеллы	30	32
Вторая заливка бензина	50	30
Настаивание	8	7
Спуск мисцеллы	20	53
Третья заливка бензина	30	59
Настаивание	8	8
Спуск мисцеллы	15	22

Характеристика жира полученных мисцелл в обоих экстракторах приводится в табл. 28.

Таблица 28

Мисцелла	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир мисцеллы из экстрактора 5			Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир мисцеллы из экстрактора 6		
		кислотное число	иодное число	число омыления		кислотное число	иодное число	число омыления
После первого настаивания	19,71	20,5	142,7	205,9	5,07	31,9	138,9	235,6
После второго настаивания	8,44	23,5	149,5	202,1	1,01	35,9	137,4	242,4
После третьего настаивания	2,15	38,7	145,9	241,1	0,41	40,4	141,4	216,6

Как видно из табл. 28, концентрация жира в мисцелле при настаивании в экстракторе 5 оказалась гораздо выше, чем в экстракторе 6. Значительное повышение концентраций жира в экстракторе 5 по сравнению с обычными концентрациями при настаивании было связано, видимо, с погрешностями при отборе проб из экстрактора 5.

В обоих экстракторах по мере извлечения жира концентрация жира в мисцелле резко уменьшилась. Так, при первом настаивании было извлечено в экстракторе 5 — 65%, а в экстракторе 6 — 78,1%; при втором настаивании — 27,9% и 15,5%; при третьем настаивании 7,1 и 6,4% по отношению ко всему количеству извлеченного жира.

Как и при экстрагировании свежего сырья, количество свободных кислот по мере экстракции возрастает.

При экстракции бензином отмечается почти такой же характер изменения кислотного числа извлекаемого жира с каждым новым настаиванием, как и в предыдущих случаях, оно неизменно повышается, но иодное число почти не испытывает изменений, число омыления повышается.

По сравнению с характером жира, содержащегося в сушенке (табл. 24), жир, извлеченный из сушенки растворителем, имеет значительно пониженное число омыления и возросшее иодное число. Отсюда можно допустить, что значительная часть из образовавшихся свободных кислот, а также большая часть окисленных глицеридов жира могла задержаться при экстрагировании в сушенке и тем нарушалось соотношение между насыщенной и ненасыщенной частями жира в сторону увеличения последней (возросшие иодные числа в жире мисцеллы).

При высушивании несоленых отходов (табл. 19 и 21) жир мисцелл имел более высокое число омыления, чем жир сушенки перед экстракцией; иодное число его, как обычно для жира мисцеллы, также было выше, чем в сушенке. В этом случае, повидимому, имело место задерживание в сушенке свободных кислот, но оно было не столь значительным, как в случае обработки соленых отходов.

Мисцеллы первого настаивания соединяли вместе и отгоняли из дистиллятора 1. Мисцеллы второго и третьего настаивания отгоняли из дистиллятора 2 обычным способом (нагреванием сначала тихим, затем острым паром). Температурный режим во время дистилляции: в дистилляторе 1 при начале отгонки температура мисцеллы была 93°, в конце отгонки — 102° (продолжительность 2 часа 45 минут), последующая продувка острым паром при 102° продолжалась 35 минут.

В дистилляторе 2 перегонка началась при 95°, закончена при 101° (продолжительность 6 часов), продувка (прессовка) острым паром при 102° продолжалась в течение 40 минут. Пробы жира отбирали аналогично предыдущему опыту. Результаты исследования жира в процессе дистилляции приведены в табл. 29.

Таблица 29

№ пробы	Дистиллятор 1					Дистиллятор 2				
	концентрация жира в мис- целле (в %)	кислотное число	иодное число	число омыления	удельный вес мисцеллы 15° 4°	концентрация жира в мис- целле (в %)	кислотное число	иодное число	число омыления	удельный вес мисцеллы 15° 4°
Первая	67,97	26,0	127,8	212,3	0,9334	9,95	39,6	128,6	252,3	0,7636
Вторая	63,47*	26,3	130,8	221,0	0,9504	11,14	39,4	129,6	254,0	0,7726
Третья	75,38	26,5	131,3	210,9	0,9404	26,66	37,4	125,2	238,5	0,8555

* Наблюдаемое понижение концентрации жира в растворителе объясняется периодическим добавлением в дистиллятор мисцеллы во время процесса испарения.

Как видно из табл. 29, кислотное и иодное число жира мисцеллы от первого настаивания почти не изменилось в процессе дистилляции; число омыления несколько увеличилось.

По сравнению с жиром сырья, жир, полученный в начале экстракции, лучше по своим химическим показателям. Жир, полученный последующей экстракцией, уже значительно уступает по кислотному числу жиру сырья и жиру, извлекаемому из сушенки в начале экстракционного процесса. Кроме того, дистилляция оказывает более заметное влияние на последующие экстракты жира (второго и третьего настаивания), понижая кислотное число и число омыления его.

Дальнейшая очистка жира проводилась центрифугированием.

В табл. 30 приведены показатели жира, полученного раздельной дистилляцией, до и после центрифугирования.

Таблица 30

Наименование жира	Жир до центрифугирования			Жир после центрифугирования		
	кислотное число	иодное число	число омыления	кислотное число	иодное число	число омыления
Жир, полученный из мисцеллы первого настаивания	23,6	144,0	197,5	25,8	145,5	199,2
Жир, полученный из мисцеллы второго и третьего настаивания	27,7	145,6	202,3	28,1	138,6	206,1

Данные табл. 30 показывают, что центрифугированием достигается только очистка жира от механических загрязнений. Надо считать, что центрифугирование практически не изменило химической природы жира.

Полученные данные позволяют заключить, что переработкой сырья на заводской установке удалось добиться удаления из жира значительной части свободных кислот, находившихся в жире сырья.

Изучение влияния высушивания на качество жира

В дальнейшем исследовании надлежало выяснить влияние режима высушивания полуфабриката на качество получаемого жира. Высушивание сырья проводилось на лабораторной сушилке под вакуумом.

Опыт шестой

Ориентировочный опыт в условиях вакуума был проведен на свежей вобле. Химический состав сырья приведен в табл. 31.

Таблица 31

Сырье	Содержание влаги (в %)	Жир, выделенный из воблы		
		кислотное число	оксикислоты экстрагированные петролевым эфиром (в %)	оксикислоты, экстрагированные хлороформно-спиртовой смесью (в %)
Вобла свежая	73,70	41,3	—	1,04

Сырье хранилось в течение 52 дней во льду. Для получения сушенки в достаточном для исследования количестве сушка проводилась два раза; каждый раз брали 1 кг рыбы. Продолжительность высушивания, температура, режим и другие показатели приведены в табл. 32.

Таблица 32

Первое высушивание						Второе высушивание					
продолжи- тельность (в мин.)	температура сушки (в °C)	остаточное давление (в мм)	количество сушенки (в г)	количество испарившейся воды (в г)	потери (в г)	продолжи- тельность (в мин.)	температура сушки (в °C)	остаточное давление (в мм)	количество сушенки (в г)	количество испарившейся воды (в г)	потери (в г)
130	90	110	315	668	17	120	90	95	334	632	34

Характеристика полученной сушенки после смешивания ее от двух сушек приведена в табл. 33.

Таблица 33

Наимено- вание полу- фабриката	Влажность средняя (в %)	Жир, выделенный из сушенки			
		кислот- ное число	полное число	оксикислоты, экстрагированные петролеиным эфиром (в %)	оксикислоты, экстра- гированные хлоро- формо-спиртовой смесью (в %)
Сушенка	15,62	30,5	139,9	0,32	8,05

Как видно из табл. 33 высушивание под вакуумом не дало лучшего результата в отношении качества жира сушенки, по сравнению с высушиванием того же сырья при доступе воздуха (табл. 16 и 17); кислотное число снизилось и, наоборот, возросло количество оксикислот: 8,38% по сравнению с 5,81% в жире сушенки при высушивании с доступом воздуха. Возможно, в этом случае сыграло роль предварительное хранение сырья в течение 52 суток во льду.

Для экстрагирования было взято 455 г сушенки; экстрагирование проводилось бензином с предельной точкой кипения 120° путем четырехкратного последовательного настаивания (по 20 минут) в следующих количествах (в мл):

первое настаивание	900
второе настаивание	550
третье настаивание	550
четвертое настаивание	550

Всего . . . 2550

Таким образом, на экстракцию сушенки израсходовано 5,5-кратное количество бензина. Экстракция заканчивалась после четырехкратного настаивания сушенки с бензином. Полученная мисцелла подвергалась дистилляции. Результаты приведены в табл. 34.

Таблица 34

Мисцелла	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир в мисцелле			Жир после дистилляции	
		кислотное число	иодное число	окислительная способность по перекиси азота (в %)	кислотное число	иодное число
После первого настаивания	7,32	30,1	106,6	3,87	26,3	91,0
После второго настаивания	2,78	42,9	119,1	1,93	37,7	86,8
После третьего настаивания	0,56	66,8	116,5	—	60,7	96,7
После четвертого настаивания	0,20	103,7	138,6	—	77,4	81,3

На основании полученных концентраций мисцелл можно установить, что первым настаиванием было извлечено 67,4 %, вторым настаиванием — 25,6 %, третьим — 5,2 % и четвертым — 1,8 % от всего количества извлеченного жира.

Среднее кислотное число жира мисцеллы и жира после дистилляции составляло: 36,6 и 31,9, иодное число соответственно 110,9 и 90,0. Следовательно, изменение свободных жирных кислот жира при экстракции и дистилляции происходит в том же направлении, как и в жире при высушивании с доступом воздуха (табл. 18а). Что касается изменения иодного числа жира на тех же этапах процесса, то после сушки с доступом воздуха иодное число жира после дистилляции растворителя повышается сравнительно с иодным числом жира после экстракции (табл. 18а); при вакуумной сушке оно изменяется на этих этапах в обратном направлении.

Общая тенденция возрастания кислотного числа жира имеет место и в этом опыте. Иодное же число, которое повышается в жире мисцелл по мере настаивания в жире, полученном из тех же мисцелл после отгонки бензина, не показывает такого изменения. Отсутствие данных по числу омыления не позволило сделать выводов об изменениях, протекающих в жире при обработке под вакуумом.

Для уточнения влияния вакуума на жир получаемой сушенки намечено было провести два опыта. В одном опыте первая часть процесса высушивания проводилась под вакуумом, а вторая — при доступе воздуха, в другом — первая часть процесса осуществлялась при доступе воздуха, а вторая — под вакуумом.

Кроме того, было проведено также высушивание только под вакуумом. Высушиванию подвергался соленый леж.

Опыт седьмой

Для получения достаточного для анализа количества жира сушка выполнялась в два приема. Химическая характеристика сырья и содержащегося в нем жира дана в табл. 35.

Для первой сушки было взято 1175 г, для второй — 1200 г. Получено сушенки после первой сушки 785 г, после второй — 765 г. Выделено воды при первой сушке 356 г, при второй — 415 г. Потери воды при первой

Таблица 35

Сырье	Содержание (в %)				Жир сырья			
	влага	жир	азот	минеральные вещества	хлористый натрий	кислотное число	иодное число	число омыления
Соленый лещ.	48,84	4,33	4,02	21,87	14,90	24,7	130,8	199,5
Соленый лещ.	47,67	7,53	4,04	—	—	30,8	133,3	213,9
Среднее	—	—	—	—	—	28,5	132,4	208,6

сушке 35 г, при второй — 20 г, продолжительность первой сушки 4 часа 5 минут, второй сушки — 3 часа 55 минут, влажность сушенки после первой сушки 19,62%, после второй — 14,61%.

Обе сушки протекали не вполне удачно; при первой сушке вытянуло часть выделившейся воды обратно в сушилку, высушивание нужно было продолжить, при второй сушке выгруженная сушенка оказалась недосушенной, поэтому она была загружена обратно в сушилку для досушивания. Продолжительность каждой сушки около четырех часов.

Средняя проба для химического анализа была приготовлена из двух образцов сушенки. Результаты приведены в табл. 36.

Таблица 36

Химический состав сушенки (в %)				Жир, выделенный из сушенки		
влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления
17,32	9,88	6,63	31,92	27,4	85,1	226,5

Сушка проводилась при температуре 80° и остаточном давлении около 30—50 мм.

Сравнивая качественное состояние жира в сушенке и сырье, можно отметить, что количество свободных кислот осталось почти без изменения, но очень сильно понизилось иодное число и возросло число омыления. Очевидно, недочеты при проведении высушивания вызвали столь заметное изменение жира, видимо, вследствие процесса окисления.

Для экстракции было взято 800 г сушенки, которая обезжиривалась по принятому нами методу настаивания с бензином (табл. 37).

Таблица 37

Настаивания	Количество бензина, израсходованного на экстракцию (в мл)	Получено мисцеллы (в мл)
Первое	1600	1225
Второе	1200	1110
Третье	1100	1110
Четвертое	950	1045
Всего	4850	4490

Общее количество растворителя, задержанного сушенкой, составило 45% от веса сушенки. На экстрагирование было израсходовано шестикратное количество бензина.

Содержание жира в мисцелле и его химическая характеристика приведены в табл. 38.

Таблица 38

Мисцелла	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир в мисцелле				Жир после дистилляции			
		кислотное число	иодное число	число омыления	окислоты, экстрагированные петролейным эфиром (в %)	кислотное число	иодное число	число омыления	окислоты, экстрагированные петролейным эфиром (в %)
После первого настаивания	4,77	30,5	79,9	221,9	9,16	29,4	76,9	219,7	10,5
После второго настаивания	0,99	37,7	84,4	221,4	8,91	30,6	79,4	219,7	12,5
После третьего настаивания	0,18	57,9	113,4	—	—	38,0	84,6	—	—
После четвертого настаивания	0,07	81,6	—	—	—	78,0	66,0	—	—

Пропарка сушенки после экстракции увлажнила сушенку до 48,11% при 1,39% содержания жира.

Из общего количества жира, извлеченного из сушенки, за первое настаивание было извлечено 79,4%, за второе — 16,5%, за третье — 3% и за четвертое — 1,1%. Характерной особенностью состояния жира в мисцелле и после дистилляции следует отметить то, что процесс дистилляции оказал на состояние жира гораздо меньшее влияние, чем во всех предыдущих случаях дистилляции; кислотное число понизилось заметно, но число омыления изменилось очень незначительно. Обычный характер нарастания кислотности с каждым последующим настаиванием сохранился в полной мере и здесь. Нарушение режима высушивания и связанное с этим значительное удлинение самого процесса вызвало падение иодного числа жира (см. табл. 34 и 35) и значительное возрастание числа омыления. Незначительное понижение числа омыления в процессе дальнейшей обработки (экстракция и дистилляция) позволяют предполагать, что увеличение числа омыления за время сушки произошло не за счет образования свободных низкомолекулярных кислот, которые в большом количестве улетучились под вакуумом, а за счет радикалов кислот с укороченной углеродной цепью, оставшихся от некоторых молекул высокомолекулярных ненасыщенных кислот, входящих в состав глицеридов. Такое укорачивание кислотных радикалов происходило по месту двойных связей за счет воздействия кислорода воздуха. По сравнению с окислительным процессом гидролитический распад глицеридов мог иметь место в гораздо меньшей степени. На фоне окислительного процесса, вызванного очевидно нарушением режима сушки, оказалось невозможным установить влияние вакуума при высушивании.

Опыт восьмой

Оба последующих опыта исследований проводились на одном и том же соленом сырье — вогле, химическая характеристика которого приведена в табл. 39.

Таблица 39

Сырье	Химический состав (в %)				Жир воблы			
	влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	иодное число	число омыления	оксикислоты, экстрагированные петролевым эфиром (в %)
Вобла соленая	48,65	10,38	3,45	20,14	30,6	98,4	215,8	4,59

Высушивание проводилось сначала под вакуумом (1 час), а затем при доступе воздуха; общая продолжительность высушивания 1 час 45 минут.

Сушка под вакуумом происходила при 90° и остаточном давлении 50 мм, вторая часть сушки продолжалась при 110° и давлении, близком к атмосферному.

Количество сырья, загруженного в сушильный аппарат 1200 г
 Получено сушенки после высушивания 780 "
 Количество испарившейся при сушке воды 375 "
 Потери 45 "

Химический состав полученной сушенки и показатели содержащегося в ней жира даны в табл. 40.

Таблица 40

Наименование полуфабrikата	Химический состав (в %)			Жир, выделенный из сушенки			
	влага	жир	азот	кислотное число	иодное число	число омыления	оксикислоты, экстрагированные петролевым эфиром (в %)
Сушенка	17,79	18,39	5,26	29,8	82,8	218,1	7,13

Влияние высушивания при указанных выше условиях практически не оказало влияния на изменение количества свободных кислот в жире и на число омыления, но весьма заметно сказалось на снижении иодного числа, т. е. на уменьшение количества двойных связей в глицеридах.

Увеличение количества оксикислот указывает на то, что уменьшение двойных связей произошло за счет окислительного процесса.

Для экстрагирования было взято 600 г сушенки. Продолжительность настаивания с бензином 10 минут (табл. 41).

Общее количество растворителя, оставшегося в сушенке после настаивания, составило 26,6% от экстрагируемой сушенки. Влажность сушенки после пропарки 41,98%, содержание жира 1,47%. Количество израсходованного растворителя было 5,5-кратным по отношению к весу сушенки.

Таблица 41

Настаивания	Количество бен- зина, израсхо- ванного на экст- ракцию (в мл)	Получено мисцеллы (в мл)
Первое	1150	860
Второе	750	835
Третье	750	825
Четвертое	650	620
Всего	3300	3140

Характеристика жира в мисцелле и жира после дистилляции при-
ведена в табл. 42.

Таблица 42

Мисцелла	Концентрация жира в мис- целле (в %)	Жир в мисцелле			Жир после дистилляции		
		кислотное число	иодное число	число омыле- ния	кислот- ное число	иодное число	число омыле- ния
После первого на- стаивания	9,14	32,2	75,1	219,1	29,7	79,9	203,9
После второго на- стаивания	2,28	34,9	78,8	215,2	30,5	76,7	205,7
После третьего на- стаивания	0,33	44,8	79,0	224,0	30,0	62,7	219,9
После четвертого настаивания	0,19	93,5	91,6	556,6	31,0	62,8	—

Степень экстракции жира из сушенки выразилась таким образом. За первое настаивание извлечено 76,6%, за второе — 19,1%, за третье — 2,7% и за четвертое — 1,60%. На основании показателей кислотного числа жира в мисцелле и жира после дистилляции можно отметить, что характерная особенность возрастания свободных кислот в экстракте по мере извлечения сохранилась и в данном случае, однако после дистилляции содержание свободных кислот в жире оказалось практически одинаковым во всех образцах освобожденного от растворителя жира.

Особенностью изменения качества жира оказалось то, что если в мисцеллах иодное число жира почти не менялось по мере экстракции, за исключением последнего четвертого настаивания, то в жире при дистилляции изменение иодного числа было очень заметно. На основании данных таблицы, отнесенных к отдельным фракциям мисцеллы, довольно трудно представить общую картину изменений жира при дистилляции, но она становится ясной, если сравнить средние показатели жира всей мисцеллы со средними показателями жира после дистилляции (табл. 43).

Таблица 43

Жир в мисцелле			Жир после дистилляции		
кислотное число	иодное число	число омыления	кислотное число	иодное число	число омыления
34,0	76,2	223,1	29,8	78,6	204,7

Из этих и предыдущих данных нетрудно видеть характер изменений, происходящих в жире рыбного сырья в процессе его обработки.

Во время высушивания состав жира изменяется за счет окисления части ненасыщенных кислот его, причем ненасыщенные кислоты отчасти остаются в виде оксикислот, отчасти окисляются дальше с отщеплением низкомолекулярных кислот, которые в значительной части удаляются с парами воды.

При экстракции из сушенки жир, видимо, несколько окислялся (понижение йодного числа, повышение кислотного числа и числа омыления). Дистилляция при высокой температуре приводит к частичному удалению из жира свободных низкомолекулярных кислот (снижение кислотного числа и числа омыления).

Опыт девятый (высушивание под частичным вакуумом)

Заключительный процесс сушки с частичным применением вакуума проводился в такой последовательности. Высушивание при доступе воздуха 40 минут при 110—113° и затем при 83—95° в течение 50 минут при остаточном давлении 30 мм. Общая продолжительность высушивания 1 час 30 минут (табл. 44).

Таблица 44

Сырье	Химический состав (в %)				Жир воблы			
	влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	йодное число	число омыления	оксикислоты, экстрагированные петролейным эфиром (в %)
Вобла соленая	50,68	9,51	3,01	19,03	30,5	109,5	210,4	3,64

Данные анализа сырья несколько отличаются от состава того же вида сырья, приведенного в табл. 39.

Количество сырья, загруженного в сушильный аппарат	1200 г
Получено сушенки	765 г
Количество воды, испарившейся при сушке	415 г
Потери	25 г

При высушивании химический состав сырья изменился следующим образом (табл. 45).

Таблица 45

Название полуфабриката	Химический состав в %				Жир, выделенный из сушенки				
	влага	жир	азот	минеральные вещества	кислотное число	йодное число	число омыления	оксикислоты, экстрагированные петролейным эфиром (в %)	
Сушенка	21,48	15,83	4,84	30,92	30,3	83,9	221,1	9,19	

Сравнение показателей жира сырья и сушенки приводит к заключению, что гидролиз жира, видимо, происходил в процессе высушивания в меньшей степени, чем окислительный процесс, который заметно изме-

нил качество жира (значительное снижение иодного числа и возрастание количества оксикислот). Кроме того, небольшое увеличение числа омыления указывает на образование во время сушки низкомолекулярных кислот, часть которых удалилась с парами воды.

Для последующего извлечения жира из сушенки было взято 600 г сушенки (табл. 46).

Таблица 46

Настаивания	Количество бензина израсходованного на экстракцию (в мл)	Получено мисцеллы (в мл)
Первое	1150	880
Второе	850	790
Третье	700	760
Четвертое	650	700
Всего	3350	3130

Количество израсходованного растворителя было 5,6-кратным по отношению к весу сушенки. Количество растворителя, задержавшегося в сушенке, 36,6%. Влажность сушенки после пропарки 33,02%, жирность 1,52%.

Определение химических показателей жира, извлеченного на разных стадиях экстракции, и жира после дистилляции дало следующие результаты (табл. 47).

Таблица 47

Мисцелла	Концентрация жира в мисцелле (в %)	Жир в мисцелле			Жир после дистилляции		
		кислотное число	иодное число	число омыления	кислотное число	иодное число	число омыления
После первого настаивания	7,23	32,4	55,8	243,6	26,7	50,5	206,2
После второго настаивания	2,08	34,3	51,8	265,3	33,1	58,5	239,9
После третьего настаивания	0,41	41,3	55,1	338,5	33,6	59,8	255,4
После четвертого настаивания	0,13	52,9	53,6	526,2	—	62,4	—

За первое настаивание извлечено жира 73,3%, за второе — 21,2%, за третье — 4,2% и за четвертое — 1,3%.

Изменения кислотного числа жира мисцелл и жира после дистилляции не отличаются по своему характеру от изменения во всех предыдущих случаях экстракции и дистилляции, в частности, при сравнении с предшествующим опытом высушивания под вакуумом.

В отношении характера изменения ненасыщенности жира по мере экстракции его из сушенки (иодное число мисцелл разных фракций) можно отметить, что в данном опыте ненасыщенность жира почти не меняется в течение экстракции, в предшествующем опыте она медленно увеличивается к концу экстракции.

При дистилляции экстрагированных фракций соответственно изме-

няется ненасыщенность жира. В последнем опыте она несколько уменьшается в первой фракции после отгонки растворителя и немного возрастает в каждой из остальных трех фракций; в опыте восьмом ненасыщенность жира, наоборот, несколько увеличивается в первой фракции, в остальных трех уменьшается, особенно в последней. И все же в опыте восьмом ненасыщенность жира после дистилляции оказывается значительно выше и изменилась меньше по сравнению с жиром сырья, чем в опыте девятом. Учитывая к тому же более высокое число омыления в последнем опыте, можно считать, что изменение жира главным образом вследствие окисления шло более интенсивно в опыте девятом, по сравнению с опытом восьмым. Этот вывод подтверждается также большим количеством окислителей, образовавшихся в жире (опыт девятый) при высушивании соленой воблы.

Средние показатели для жира мисцеллы и жира после дистилляции, полученные в последнем опыте, приведены в табл. 48.

Таблица 48

Жир мисцеллы			Жир после дистилляции		
кислотное число	иодное число	число омыления	кислотное число	иодное число	число омыления
33,4	54,9	255,5	28,4	52,8	215,5

Сравнение средних показателей жира на указанных выше стадиях обработки (в обоих опытах) подтверждает значительное изменение состава жира под действием высушивания в разных условиях в опыте девятом по сравнению с опытом восьмым. На это указывает также значительное понижение иодного числа жира сушенки и значительное возрастание в нем числа омыления при проведении опыта девятого.

Так как в обоих опытах было взято одно и то же сырье (соленая вобла с определенными показателями жира), то из приведенных выше результатов сушки с двумя вариантами применения вакуума можно заключить, что начальное высушивание под разрежением меньше снижает качество жира, чем высушивание под разрежением, когда оно проводится во второй половине процесса сушки.

На основании исследований, проведенных как в лабораторных условиях, так и на Астраханском заводе технической продукции, можно считать точно установленным, что из всех операций производственного процесса отрицательное влияние на качество жира рыбного сырья оказывает процесс высушивания.

В процессе экстрагирования жира из сушенки бензином путем многократного настаивания в первую очередь извлекается до 75—76% экстрагируемого жира лучшего качества (с наименьшей кислотностью и менее окисленный).

При дистилляции мисцеллы достигается кажущееся повышение качества жира, за счет удаления части свободных (летучих) жирных кислот (понижение кислотного числа и числа омыления жира). Однако общий химический состав жира не становится лучше, так как обычно понижается ненасыщенность жира (непредельность жирных кислот).

Наиболее подходящей температурой высушивания следует считать 120°. При понижении температуры высушивания до 100°, во-первых, увеличивается продолжительность сушки почти в четыре раза; во-вторых, значительно снижается качество жира рыбного полуфабриката вследствие увеличения продолжительности окислительного действия воздуха на сушенку в сушильном аппарате.

Полувакуумное высушивание гораздо меньше изменяет качество жира рыбного полуфабриката в том случае, если разрежение в сушильном аппарате происходит в первой половине сушильного процесса. В общем при частичном проведении высушивания под вакуумом жир высушиваемого сырья изменяет свои качества в меньшей степени, чем при высушивании под обычным давлением.

Опытные исследования процесса переработки рыбных отходов, проведенные на Астраханском заводе на основе данных лабораторных испытаний, подтвердили выводы лабораторных исследований в отношении влияния процессов высушивания, экстракции и дистилляции на качество получаемого жира. Разница в качестве жира, извлеченного при первом настаивании сушенки из свежего сырья с бензином, и жира последующих настаиваний этого сырья меньше, чем между соответствующими настаиваниями, проведенными тем же методом на соленом сырье.

Более всего мисцеллы задерживается в сушенке, полученной из свежего сырья.

Есть основание считать, что жир, отпрессованный из проваренного сырья, содержит молекулы глицеридов, наименее затронутые гидролитическим и окислительным процессом и в качественном отношении может быть выше жира исходного рыбного сырья.

При обработке соленого рыбного сырья целесообразнее направлять полуфабрикат после отмочки не в сушильный аппарат (как это принято на производстве), а подвергать его вторичному прессованию для возможного удаления влаги и затем высушивать.

Введение дополнительного прессования после отмочки сэкономит расход пара на сушку и сократит время высушивания.

Выводы

1. Основное изменение жира происходит во время высушивания рыбного сырья и заключается главным образом в уменьшении ненасыщенности жирных кислот глицеридов жира под действием кислорода воздуха.

2. Качество жира сырья изменяется меньше при повышении температуры сушки и сокращении периода нагревания, по сравнению с высушиванием сырья при пониженной температуре, но с удлинением срока высушивания.

3. Применение частичного вакуума при высушивании обеспечивает меньшую изменяемость жира в течение этого процесса.

4. При экстрагировании жира из сушенки в первой из трех последовательно получаемых фракций мисцеллы содержится около 75% всего экстрагируемого жира. Этот жир по своему качеству лучше жира, содержащегося в остальных двух фракциях.

5. Составные части жира, полученного экстракцией бензином, значительно изменяются в зависимости от продолжительности экстрагирования.

6. При дистилляции мисцеллы происходит удаление из жира свободных низкомолекулярных кислот, но в общем он оказывается более низкого качества по сравнению с жиром рыбного сырья.

7. Процесс производственного экстрагирования сушенки нужно рационализировать в том смысле, чтобы мисцеллу от первого настаивания обрабатывать отдельно от мисцеллы двух остальных настаиваний.

8. Заслуживает серьезного внимания выяснение характера изменения ненасыщенности жира при сушке, экстракции и дистилляции. Этот вопрос требует специального исследования.

9. Жир, полученный из рыбного сырья после проваривания и прессования, оказывается лучше по своему качеству, чем жир, первоначально находившийся в рыбном сырье.