

УТОЧНЕНИЕ ПРОЦЕССА ПЕРЕРАБОТКИ МЕДИЦИНСКОГО ТРЕСКОВОГО ЖИРА

В. В. Колчев, О. И. Шапиро

A MODIFICATION OF THE PROCESS OF TREATMENT OF MEDICAL COD—LIVER OIL

By V. Kolchev and O. Shapiro

Тресковый жир получается из тресковой печени вытопкой острым паром на траулере. Однако вытопленный жир еще не может считаться медицинским, это — жир-сырец. Он обычно бывает мутным от примеси воды и взвешенных частиц ткани и содержит в себе некоторое количество твердых глицеридов, неправильно в практике жировой рыбной промышленности обозначаемых словом «стеарин».

Дальнейшая обработка жира производится на фильтровочном заводе в Мурманске. Она заключается в следующем. Доставленный на траулерах жир-сырец перекачивается на фильтровочный завод в бетонные баки емкостью около 11 т для отстаивания, в них он выдерживается обычно 4—5 дней при 20°. За это время жир освобождается от воды, взвешенных частиц ткани и мелких остатков печени. Из отстойных баков жир спускается в баки-хранилища емкостью около 14 т каждый. Далее, очищенный от примеси жир направляется на охлаждение в 15 цилиндрических железных баков, находящихся в двух специальных камерах, охлаждаемых системой труб, соединенных в батареи, по которым циркулирует охлажденный раствор поваренной соли. Емкость морозильных баков для жира: 6 баков по 1,8 т и 9 баков по 2 т, температура рассола — 15—18°. Температура холодильных камер поддерживается около 5—7° ниже нуля. Каждый бак снабжен вертикальной мешалкой, которая при помощи шестеренки, насаженной на вал мешалки, и червячной передачей приводится в движение со скоростью около 3 оборотов в минуту. После выдерживания в камере около суток или немного более жир принимает температуру, близкую к 0°. При такой температуре он представляет полужидкую массу, в которой распределено значительное количество твердых частиц жира (кристаллов). Охлажденный до 0° жир перекачивается в приемочную ванну камеры фильтрации; в последней находится 47-рамный фильтрпресс. Средняя производительность фильтрпресса около 12—14 т в сутки. Температура камеры фильтрации поддерживается около 1°. Проходя через салфетки фильтрпресса, жировая масса фильтруется. Из кранов рам фильтрпресса вытекает прозрачный, чистый жир, который направляется в баки для готового медицинского жира, а на салфетках задерживается «сырой стеарин». Последний очи-

щается с салфеток и на вагонетках отвозится в отделение для прессования стеарина, где находятся гидравлические прессы. Сырой стеарин укладывается в пакеты, которые загружаются на тележку прессы в 23—25 рядов, и выдерживается в таком положении 6—10 час. при температуре помещения 18—20°; за это время часть жира успевает вытечь из пакетов, после чего пакеты подвергаются прессованию, в конце которого давление прессы доводится до 50 атм. При прессовании стеарина выделяется много жидкого жира, который собирается в отдельные баки и далее вновь подвергается такой же обработке, как и жир с траулеров. Отпрессованный стеарин счищается с салфеток и сбрасывается через шахту в нижний этаж, где упаковывается в тару.

В изложенной выше схеме технологического процесса есть одна операция, условия проведения которой вызывают большое сомнение в их правильности. Это прессование сырого стеарина. Как показали наши опыты, проведенные на фильтрзаводе в апреле 1938 г., и опыты лаборатории Мурманрыбы весной 1937 г., количества сырого стеарина, поступающего с фильтрпрессы в прессовочное отделение с температурой 1°, составляют 15—20% от жира, подвергшегося фильтрации. Попадая в помещение с температурой 18—20°, сырой стеарин постепенно обогревается, и поэтому, когда начинается прессование, отжимается не только жидкий жир, механически задержавшийся в стеарине при фильтрации, но и часть полутвердого стеарина, счищенного с салфеток, так как этот последний при температуре прессовочного отделения в 18—20° переходит в жидкое состояние и стекает при отжимании пакетов. Таким образом, вначале жир охлаждается до 0° или —1° и при той же температуре подвергается фильтрации, давая около 20% полутвердого остатка, а затем этот сырой стеарин переносится в помещение с температурой 18—20°, где большая часть остатка переходит в жидкое состояние и стекает при прессовании прогретой полутвердой массы сырого стеарина. Задача настоящей работы состояла в том, чтобы проверить целесообразность температурного режима охлаждения, фильтрации и последующего прессования, принятых на Мурманском фильтрзаводе.

Для получения необходимых количественных показателей, характеризующих технологический процесс на фильтрзаводе с момента поступления жира на охлаждение в камеры до выхода готовой продукции, были обследованы все промежуточные операции процесса.

Процесс охлаждения жира в камере

Согласно работам лаборатории Мурманрыбы, проведенным весной 1937 г., процесс охлаждения протекает довольно медленно, и жир достигает 0° только спустя сутки. Режим и динамика охлаждения приведены на рис. 1. Жир охлаждался в 9 баках, емкость которых была следующая: 7 баков по 1 т и 2 бака по 1,75 т. В холодильную камеру жир поступал из бака-хранилища № 11 с температурой в 14—15°; он по данным лаборатории Мурманрыбы имел следующие показатели: уд. вес (при 15°) 0,9279, кислотное число 0,47, иодное число 156,1, число омыления 185,9, нерастворимый остаток 1,57, влага отсутствовала. Количество жира, заполнившего все 9 баков холодильной камеры, составляло $2 \times 1,75 + (6 \times 1) + 0,94$ (бак заполнен не целиком) = 10,44 т.

Как видно из диаграммы, через 25—26 час. температура жира в камере опускалась до 0°. Наблюдение над охлаждением жира в баках проводилось в разное время, однако кривые падения температуры жира очень близки между собой, хотя разница в температурах холодильной камеры достигала 2°. Как видно на диаграмме, скорость падения температуры жира изменяется со временем: если в начале процесса охлаждения температура жира за 1 час понижается в среднем на 1°, то в середине процесса жир охлаждается за то же время уже только на полгра-

дуса в среднем, а к концу процесса скорость охлаждения замедляется еще больше и составляет в среднем около $0,3^{\circ}$ за один час. Таким образом, если при начальной температуре жира $14-15^{\circ}$ для понижения на 1° требуется немногим более получаса, то при охлажденном до 0° для понижения температуры его также на 1° требуется почти 6 час., т. е. скорость отдачи тепла в этом последнем случае уменьшается почти в десять раз по сравнению с начальным моментом охлаждения (при

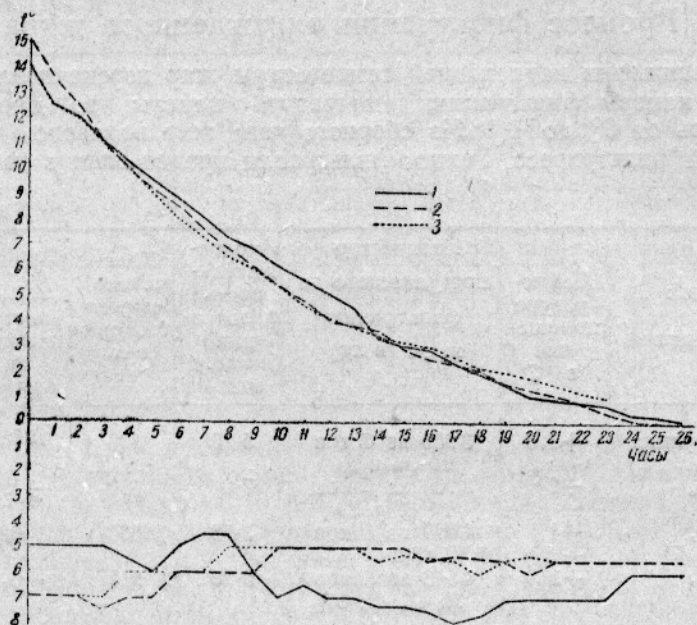


Рис. 1. Динамика охлаждения жира в холодильной камере в зависимости от времени: 1—жир в баке № 32; 2—жир в баке № 35; 3—жир в баке № 36. Отрицательные температуры—температуры помещения камеры

$14-15^{\circ}$). При уточнении технологического процесса переработки сырого трескового жира на том же заводе в апреле 1938 г. нами было проведено охлаждение жира в 9 баках холодильной камеры, снабженных мешалками. Емкость каждого бака около 2 т, размеры его—высота 1,7 м, диаметр 1,3 м. Во время охлаждения температура камеры колебалась от 0° до $+1^{\circ}$. В силу этого продолжительность охлаждения жира должна была значительно увеличиться; она показала для различных баков время, указанное в табл. 1.

Таблица 1

№ бака	Продолжительность охлаждения (в час. и мин.)	Снижение температуры жира (в $^{\circ}\text{C}$)	Колебание температуры в камере (в $^{\circ}\text{C}$)
35	35-40	с 15 до 0	от 5,5 до $-0,5$
36	39-45	15,5 " 0,5	$-4,5$ " $-0,5$
37	45-35	15,5 " 0,5	$-4,0$ " $-0,5$
38	40-55	15,5 " 0,5	-4 " 0
39	48-0	15 " 0	-4 " 0
40	37-50	15 " 0	-5 " 0
41	37-20	15 " 0	-5 " $-0,5$
42	38-20	15 " 0	-5 " 0
43	38-40	15 " 0	-5 " 0

Примечание. В баки № 36, 37, 38, 39 жир поступал из бака-хранилища № 27, в баки № 40, 41, 42, 43 и 35 из бака-хранилища № 8.

Жир поступал в камеру с температурой около 15° , значительное удлинение процесса охлаждения объясняется тем, что была недостаточная подача холода с холодильника (охлажденного солевого раствора), и поэтому температура камеры во время наблюдения держалась выше обычного температурного уровня (сравни с рис. 1).

Процесс фильтрации охлажденного жира

По достижении надлежащей температуры жир перекачивался в сборный чан камеры фильтрации; температура камеры во время опыта колебалась от 0° до $+1^{\circ}$. Из сборного чана жир подавался насосом на 47-рамный фильтрпресс. Режим фильтрации представлен в табл. 2.

Таблица 2

Порядок фильтрации	Температура помещения в $^{\circ}\text{C}$	Количество поступившего на фильтрацию жира (в кг) +	Продолжительность фильтрации (в час. и мин.)	Количество сырого стеарина (в кг)	Температура жира (в $^{\circ}\text{C}$)	
					поступающего на фильтр	профильтрованного
1-я фильтрация	+1,5	3950 из баков № 36 и 38	5-25	590	+1	+1,5
2-я "	+2	3900 из баков № 37 и 39	7-0	617	+1	+1,5
3-я "	+1 +2	4067 из баков № 42, 43 и 40 (67 кг)	3-55	668	0	+1
4-я "	+1	4563 из баков № 41, 40, 35	5-20	915	-0,5	0

Примечания: 1. Замена салфеток производилась после 2-й и 4-й фильтраций.
2. Предельное давление в фильтрпрессе к концу 4-й фильтрации доходило до 3,5 атм.

Из таблицы видно, что количества сырого стеарина, получаемого при каждой из четырех фильтраций, весьма различны. В процентном отношении к жиру, поступающему на фильтрацию, они составляют соответственно 15; 15,8; 16,4 и 20%, или в среднем около 17%. Особенно значительный выход сырого стеарина оказался при 4-й фильтрации, что, очевидно, объясняется более низкой температурой жира, поступившего на фильтрацию. После первой смены салфеток вес последних (47 шт.) составлял после отжатия на гидравлическом прессе 74 кг против веса салфеток перед фильтрацией 41 кг. Следовательно, разница $74 - 41 = 33$ кг является потерей жира при фильтрации (0,42%). После второй смены салфеток вес их после отжатия на гидравлическом прессе составил 80 кг против 44 кг веса их перед фильтрацией. Следовательно, потеря жира при фильтрации составила $80 - 44 = 36$ кг, или 0,42%. Согласно данным лаборатории Мурманрыбы от 1937 г. выход сырого стеарина составлял 20,4%, потеря жира при фильтрации была установлена несколько меньшей, чем нашими исследователями, именно 0,30%.

Процесс прессования сырого стеарина

Из камеры фильтрации счищенный с салфеток сырой стеарин на вагонетках перевозился в камеру прессования, где раскладывался по пакетам из той же салфеточной ткани; пакеты укладывались в несколько рядов друг на друга на тележки гидравлического пресса. В таком состоянии они выдерживались по нескольку часов в камере прессования при температуре помещения $19-21,5^{\circ}$. Сырой стеарин с температурой около $+1^{\circ}$, попадая после фильтрации в камеру прессования, постепенно

обогревается там и к моменту окончания прессования принимает температуру, близкую к температуре камеры. Продолжительность выдерживания сырого стеарина до прессования, продолжительность процесса прессования, температурный режим и выходы опрессованного стеарина представлены в табл. 3.

Таблица 3

Порядок фильтрации	Продолжительность выдерживания сырого стеарина (в час. и мин.)		Температура стеариновой массы (в °C)			Выход стеарина (в кг)
	до прессования	во время прессования	при поступл. в камеру	в начале прессования	в конце прессования	
1-я фильтрация	9-20	2-30	+1,5	+ 13,5	+17	86
2-я "	7-15	1-50	+1,5	+ 13,5	+17	98
3-я "	5-15	2- 5	+1	+ 13,5	+17,5	162
4-я "	6-20	3-30	+0,5	+ 10	+18	166

Температура жира, стекающего из пакетов со стеариновой массой, повышалась в зависимости от продолжительности выдерживания пакетов в камере. Так например, за 10 час. выдерживания стеариновой массы 1-й фильтрации температура жира повысилась с +10,5 до +16°, для жира из стеариновой массы 2-й фильтрации с 11 до 13° за 3 часа и для жира из стеариновой массы 3-й фильтрации за 6 час. с 12 до 17°. Выход отжатого стеарина составлял соответственно 2,4; 2,5; 4,0 и 3,6%, или в среднем 3,1% от количества жира, поступившего на фильтрацию. По данным лаборатории Мурманрыбы от 1937 г. выход стеарина составлял в среднем также около 3,1%.

Температурные условия выдерживания сырого стеарина в камере прессования имели своим следствием такое явление. Постепенное обогревание сырого стеарина вызывало частичный переход в жидкое состояние стеариновой массы. Образовавшийся жидкий жир растворял в себе часть остающейся твердой массы; тем самым вызывалось дальнейшее уменьшение этой плотной стеариновой массы. Такой процесс имел место в течение всего времени повышения температуры стеарина, так что к моменту окончания прессования пакетов оставались только глицериды, обогащенные твердыми жирными кислотами, они остались твердыми и при температуре камеры. Как можно видеть из предыдущего, больше 80% сырого стеарина при этих условиях перешли в жидкое состояние и частью стекли при выдерживании, а частью были отжаты при прессовании. В дальнейшем этот жидкий жир, согласно принятым на заводе процессам, опять должен быть направлен на охлаждение в камеру, на фильтрацию и т. д., т. е. пройти вновь тот цикл последовательных операций, через который однажды он уже проходил.

В работе 1937 г. по исследованию производственного процесса получения медицинского трескового жира лаборатория Мурманрыбы дала такую физическую и химическую характеристику полуфабрикатов и готовой продукции (табл. 4).

Таким образом, в результате обработки сырого жира на фильтрзаводе иодное число готового продукта повысилось всего на 3,7; иодное число сырого стеарина оказалось достаточно высоким (141,5), что указывает на значительное количество ненасыщенных кислот, присутствующих в сыром стеарине. Последующим прессованием при понижении выхода стеарина с 20 до 3% было удалено из оставшегося твердого остатка стеарина значительное количество глицеридов, богатых ненасыщенными кислотами (снижение иодного числа с 141,5 до 107,2). Проведя сравне-

Таблица 4

Физические и химические показатели	Жир из хранилища, поступающий на обработку	Сырой стеарин	Жир, стекающий с гидравл. прессы	Отпрессованный стеарин	Готовый медицинский жир
Уд. вес при 15°	0,9279	0,9250	0,9258	0,9193	0,9283
Кислотное число	0,47	0,94	0,58	0,47	0,53
Иодное число	156,1	141,5	145,3	107,2	159,8
Число омыления	185,9	181,5	183,4	184,1	176,7
Нерастворимый остаток	1,57%	1,03%	0,38%	0,29%	0,10%
Влага	Нет	Нет	Нет	Следы	Нет

ние по остальным физическим и химическим показателям готового жира и отжатого стеарина, можно отметить значительную разницу в составе стеарина и готового медицинского жира. Однако, общие свойства последнего мало отличаются от таких же свойств исходного трескового жира, поступившего на охлаждение.

Характеристика изменений жира в процессе переработки

При нашем опыте охлаждения и фильтрации трескового жира на Мурманском фильтрзаводе мы постарались охарактеризовать химическими показателями все наиболее важные стадии технологического процесса получения готового медицинского жира. Полученные данные сведены в табл. 5 по четырем последовательным фильтрациям.

Таблица 5

Наименование этапа технологического процесса обработки жира	1-я фильтрация		2-я фильтрация		3-я фильтрация		4-я фильтрация		Твердые кислоты по Твитчелю при 3-й фильтрации	Несомыляемые вещества
	кислотное число	иодное число	кислотное число	иодное число	кислотное число	иодное число	кислотное число	иодное число		
Жир из баков камеры охлаждения	1,11	149,5	0,80	150,3	1,0	148,5	1,0	149,3	10,1	—
Жир после фильтрации	1,10	152,3	1,10	151,5	1,0	151,3	1,0	150,9	8,9	—
Жир, стекающий из сырого стеарина при выдерживании в прессовочной камере (до прессования)	1,12	148,3	1,11	147,4	1,10	138,0	1,10	145,4	—	—
Жир, вытекающий из стеарина при прессовании	1,0	137,4	1,19	140,2	1,0	136,5	1,14	143,6	—	—
Сырой стеарин с фильтрации прессы	1,0	137,9	1,03	138,8	0,88	129,1	0,88	134,7	17,6	0,46
Стеарин, отжатый на гидравлическом прессе	1,66	95,4	1,15	101,0	1,06	109,6	0,76	110,6	18,4	1,51

Данные таблицы позволяют сделать ряд заключений. Прежде всего, сопоставляя показатели для исходного жира и жира отфильтрованного, можно определенно установить, что фильтрация привела к незначительному повышению иодного числа в отфильтрованном жире (на 1—3 единицы) и небольшому снижению содержания в нем твердых жирных кислот. Как показывает значительная разница в иодных числах сырого стеарина и исходного жира, первый богат более насыщенными тригли-

церидами, чем исходный жир, однако он представляет собой смесь триглицеридов различной насыщенности в отношении входящих в их состав жирных кислот. Надо думать, что главная задача прессования — это удалить жидкий жир, который задержался в стеарине при фильтрации. Но условия проведения последующей операции прессования таковы, что при этом удаляется из стеарина не только жир жидкий при 0°. При фильтрации большое количество последнего не должно задерживаться в стеарине, а на самом деле в результате прессования получается уменьшенное количество стеарина в среднем более чем на 80%. Дело, очевидно, в том, что при выдерживании сырого стеарина в прессовальной камере при 19—21° часть стеарина, твердая при температуре фильтрации (около 0°), по мере выдерживания в камере переходит в жидкое состояние и стекает из пакетов; попутно образующийся жидкий жир растворяет в себе часть таких триглицеридов, которые остаются твердыми при данной температуре. Данные таблицы по иодным числам жира, стекающего до прессования и в момент прессования подтверждают сказанное выше. По иодным числам (табл. 5) совершенно отчетливо видно, что стекающий жир по мере выдерживания стеарина в камере прессования все более обогащается твердыми глицеридами, а остающийся твердым стеарин содержит в себе все меньше триглицеридов с ненасыщенными кислотами, на что указывают сравнительно низкие иодные числа отпрессованного стеарина. Таким образом, кристаллизацию жира при охлаждении можно представить себе как процесс, при котором в начальный момент охлаждения выпадает из жира смесь глицеридов, наиболее насыщенных, затем, по мере понижения температуры, к ним присоединяются триглицериды меньшей степени насыщения и при окончании охлаждения (около 0°) — триглицериды, которые насыщены еще менее; однако общая насыщенность выпавшего при этой температуре сырого стеарина, как показывают иодные числа таблицы, значительно выше исходного жира. Исходя из сказанного выше, мы поставили целью дать такое направление технологическому процессу, при котором можно было бы исключить мало обоснованную операцию выдерживания сырого стеарина при значительно повышенной температуре перед прессованием и проведение при той же температуре самого процесса прессования, т. е. исключить из переработки трескового жира или свести к минимуму этот этап, в значительной мере уничтожающий эффект охлаждения жира в холодильной камере.

Экспериментальные работы в холодильной камере

Предварительные ориентировочные опыты поставлены нами в лабораторных условиях с тресковым жиром-сырцом, вытопленным из печени 22/II 1938 г. на траулере в Баренцовом море. Испытание проводилось путем охлаждения жира смесью воды и льда с целью установления начальной температуры кристаллизации твердой части (стеарина), выпадающей из жира при разных температурных пределах охлаждения и пр. В результате оказалось, что температура, при которой тресковый жир начинает мутнеть, т. е. начинается медленное выпадение твердых триглицеридов, лежит около 8°. Дальнейшая работа проводилась в холодильной камере Плехановского института народного хозяйства. Для уяснения вопроса о ходе кристаллизации по мере понижения температуры мы наметили несколько этапов или ступеней, понижения температуры с учетом количества твердой части жира, выпадающей в температурных границах данного этапа. С этой целью перепад температуры с 8 до 0° был разделен на 4 ступени в такой последовательности: с 8 до 6, с 6 до 4, с 4 до 2 и с 2 до 0°. После каждой температурной сту-

пени выпавший осадок твердых глицеридов отфильтровывался, взвешивался и вычислялся в процентах по отношению к взятому жиру. Наряду с этим был поставлен опыт охлаждения жира с теми же температурными ступенями, отличавшийся от первого тем, что осадок, выделявшийся при ступенчатом охлаждении до 0° , отфильтровывался только один раз после окончания последней ступени охлаждения от 2 до 0° . Этот вариант ставился, как контрольный, для ступенчатой фильтрации с целью выяснения влияния выпадения кристаллов стеарина на последующую кристаллизацию при снижении температуры общего выхода сырого стеарина и потерь при ступенчатой кристаллизации. Для сравнения с существующим методом проводилось охлаждение жира по производственному принципу, т. е. жир выдерживался в камере при -1° и отфильтровывался, когда температура жира опускалась до 0° . Фильтрование производилось через воронки Бюхнера под разрежением для лучшего уплотнения осадка и удаления из последнего механически задержавшегося жидкого жира. Техника и условия проведения опыта в холодильной камере были таковы.

Тресковый жир в количестве до 2 кг в стеклянном сосуде емкостью 3 л помещался в камеру с определенной температурой на ночь. Выпавший осадок на следующий день отфильтровывался через воронки Бюхнера в той же камере под разрежением от масляного вакуумнасоса. После отсасывания жира плотная часть переносилась с воронок в гидравлический пресс, где отфильтровывалась при добавочном давлении 0,5 атм. Повышение давления сверх 0,5 атм вызывало продавливание через ткань плотной массы стеарина. Охлаждение и фильтрация по первому варианту проводились следующим образом. Тресковый жир со средней температурой 15—16° выдерживался в холодильной камере при температуре 6° в течение двух суток и затем отфильтровывался при той же температуре. Повторное выдерживание фильтрата жира при 6° показало полное выделение всех триглицеридов, способных выпасть при этой температуре. Затем температура камеры снижалась до 4° (вторая ступень), и жиромат выдерживался в камере с такой температурой около суток, после чего также подвергался фильтрации. Контроль на полноту выделения триглицеридов, выпадающих до 4°, дал отрицательные результаты. В таких же условиях проводилось охлаждение и фильтрация жира на 3-й ступени опыта от 4 до 2°, продолжительность выдерживания жира в камере была около двух суток. Ступенчатое охлаждение по второму варианту отличалось тем, что при тех же условиях понижения температуры камеры жир фильтровался только один раз на 3-й ступени охлаждения. По третьему варианту жир помещался в камеру с температурой 2° и через сутки фильтровался. Контрольным выдерживанием жира была установлена полнота выделения триглицеридов, выпадающих до 2°. Температура камеры отмечалась термографом, и колебание температуры в ней за все время опытов не превышало 0,5°.

Образующиеся при охлаждении осадки были разной консистенции: одни сравнительно быстро оседали на дно сосуда, хорошо фильтровались и быстро отсасывались, давая плотную желтовато-белую массу, например, осадки при охлаждении до 6° и с 4 до 2° (первый вариант) и осадок в третьем варианте. Другие осаждались крайне медленно, заполняя всю массу жира и сообщая последнему вязкую консистенцию, фильтровались с трудом, не обеспечивая полного отделения жира от осадка, и при отжатии на гидропрессе через ткань проходило значительное количество полужидкой массы, например, осадки при охлаждении с 6 до 4° (первый вариант) и при охлаждении во втором варианте. Первый опыт, состоящий из трех вариантов охлаждения и фильтрации, проводился при охлаждении камеры до 2°. Полученные данные представ-

лены в табл. 6: в ней заключается учет количества плотного остатка, выпадающего при кристаллизации в условиях трех различных вариантов охлаждения. Исходным материалом для упомянутого выше опыта служила смесь двух образцов трескового жира, доставленных из Мурманска: один — жир-сырец, полученный вытопкой печени трески на траулере 22/III 1938 г., и второй жир-сырец, вытопленный на траулере из печени трески, пойманной на Кильдинской банке в Баренцовом море 31/V 1938 г. Все образцы жира перед обработкой очищались от посторонних примесей (влаги, частиц ткани и пр.) пропусканием через центрофугу Шарплес.

Таблица 6

Характеристика жира	1-й вариант						2-й вариант		3-й вариант	
	Ступенчатое охлаждение и фильтрация						Ступен- чатое охлажде- ние		Произ- водств. охлаж- дение	
	с+15° до+6°		с+6° до+4°		с+4° до+2°		с+15° до+2°		с+15° до+2°	
	г	%	г	%	г	%	г	%	г	%
Жир, поступивший на ох- лаждение	1710	100	—	—	—	—	1733	100	1583	100
Плотный остаток после фильтрации	26,5	1,55	116,4	6,8	5,5	0,32	98,8	5,7	281,5	17,4
Жир фильтрованный . . .	—	—	—	—	1417	82,9	1586	91,5	1187	75,0
Потери	—	—	—	—	144,6	8,48	48,2	2,8	114,5	7,3

На первый взгляд останавливают на себе внимание большие потери в выходах отфильтрованного жира при первом и третьем вариантах охлаждения. Они обусловлены, особенно в первом варианте, значительным количеством жира, который оставался на посуде при переносе из одного сосуда в другой, впитывался фильтровочным материалом и т. д. Так как основная цель опыта заключалась не в установлении выходов жира, а в определении количества твердой части при разных условиях кристаллизации, то этой стороне опыта не уделялось особого внимания. Что такого рода потери могут быть доведены до минимума, видно хотя бы из того, что при втором варианте, когда фильтрация, перенесение остатков и пр. производились более тщательно, потери оказались гораздо меньше.

Из табл. 6 видно, что общее количество плотного осадка при первом варианте составляло 8,6% от всего количества жира, поступившего на охлаждение, во втором варианте — 5,7% и в третьем варианте — 17,7%. Разница в выходах стеарина зависит главным образом от степени отжата остатка после фильтрации. Кроме того, количество стеарина, получаемое на разных ступенях охлаждения жира (первый вариант), свидетельствует о том, что количество стеарина на первой ступени охлаждения получилось не менее, чем на третьей (с 4 до 2°).

Для выяснения степени насыщенности смеси триглицеридов, выпадающих на разных ступенях охлаждения и при разных условиях его проведения, было выполнено определение некоторых физических и химических показателей стеариновых и жидких фракций, полученных в разных условиях процесса охлаждения. Эти данные представлены в табл. 7.

Таблица 7

Наименование показателя	Исходный треск. жир	1-й вариант				2-й вариант		3-й вариант	
		с+15 до+6	с+6 до+4°	с+4 до+2°		с+15 до+2°		с+15 до+2°	
		стеарин 1-й фракции	стеарин 2-й фракции	стеарин 3-й фракции	фильтрат жира	стеарин	фильтрат жира	стеарин	фильтрат жира
Удельный вес	0,9206	—	0,9269	—	0,9207	0,9259	0,9249	0,9274	0,9248
Показатель преломления (при 40°)	1,4740	1,4690	1,4702	—	1,4720	1,4699	1,4722	1,4723	1,4738
Кислотное число	0,81	—	0,73	—	0,80	0,67	0,83	1,20	0,79
Иодное число	147,4	108,7	134,3	124,5	149,3	118,3	149,9	141,5	149,4
Число омыления	183,8	—	184,8	—	179,6	186,8	183,8	185,4	188,2
Неомыляемые	1,48%	—	1,41%	—	1,45%	—	1,64%	1,36%	—
Твердые жирные кисло- ты по Твитчелю	7,4	21,4	13,8	10,4	7,3	15,7	7,1	13,6	—

Примечание. Уд. вес твердых фракций определялся при 40° и затем пересчитан на уд. вес при 15°.

Определения кислотных чисел различных фракций стеарина и жидких жиров показали, что кислотные числа твердых и жидких фракций почти не меняются в процессе обработки жира. Разница в них так мала, что практически ее можно не принимать во внимание. Величины иодных чисел достаточно отчетливо свидетельствуют не только о резком различии твердых и жидких фракций по степени ненасыщенности входящих в них триглицеридов, но и о различии твердых фракций 1-го варианта между собой. Из последних наиболее богатой насыщенными соединениями оказалась первая фракция, выпадающая до +6°С; судя по иодному числу, вторая фракция содержит в себе меньше насыщенных соединений не только по сравнению с первой, но и по сравнению с третьей. Последнее объясняется недостаточным удалением из нее жидкого жира при фильтрации, на что указывает сравнительно большой выход стеарина (см. табл. 6). Этому обстоятельству следует приписать и сравнительно высокое иодное число стеариновой фракции 3-го варианта. Числа омыления стеариновых фракций и отфильтрованных жиров указывают на то, что при фильтрации произошло некоторое перемещение в жидкую фракцию не только триглицеридов высоконенасыщенных кислот, но и высокомолекулярных кислот. Неомыляемые распределились между стеариновыми и жидкими фракциями приблизительно равномерно. Особое место занимает в данном опыте содержание твердых жирных кислот по Твитчелю (стеариновых фракций). Наибольшее количество их оказалось в первой фракции, значительно меньше во второй и еще меньше в третьей. Однако и в последней их все же больше, чем в жидком жире после фильтрации.

Второй опыт охлаждения жира в холодильной камере проводился при понижении температуры до 0°. Материалом для исследования служил жир, вытопленный из тресковой печени на траулере в один из осенних рейсов в Баренцовом море (сентябрь 1938 г.). Полученный непосредственно с траулера при приходе последнего в порт, жир был не вполне прозрачный и поэтому очищался центрифугированием на центрифуге Шарплес. Постановка второго опыта в камере имела целью проверить данные первого опыта с учетом некоторых погреш-

ностей, имевших место во время первой работы в холодильной камере. За исключением температурных условий, второе испытание проводилось так же, как первое. Данные по исследованию ступенчатого и производ-

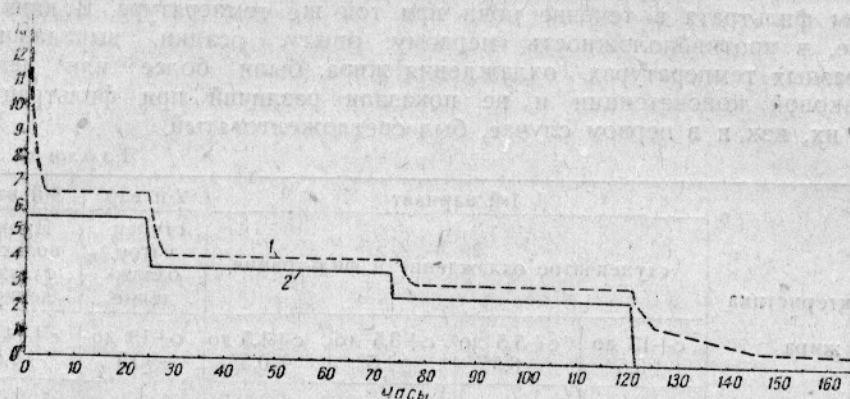


Рис. 2. Температурные изменения холодильной камеры и жира при ступенчатом охлаждении: 1—температура жира; 2—температура камеры

ственного охлаждения и выходов стеариновых и жидких фракций исходного жира сведены в табл. 8. Температурные границы ступенчатого охлаждения были установлены следующие: 5,5; 3,5; 1,5 и 0,5°. При

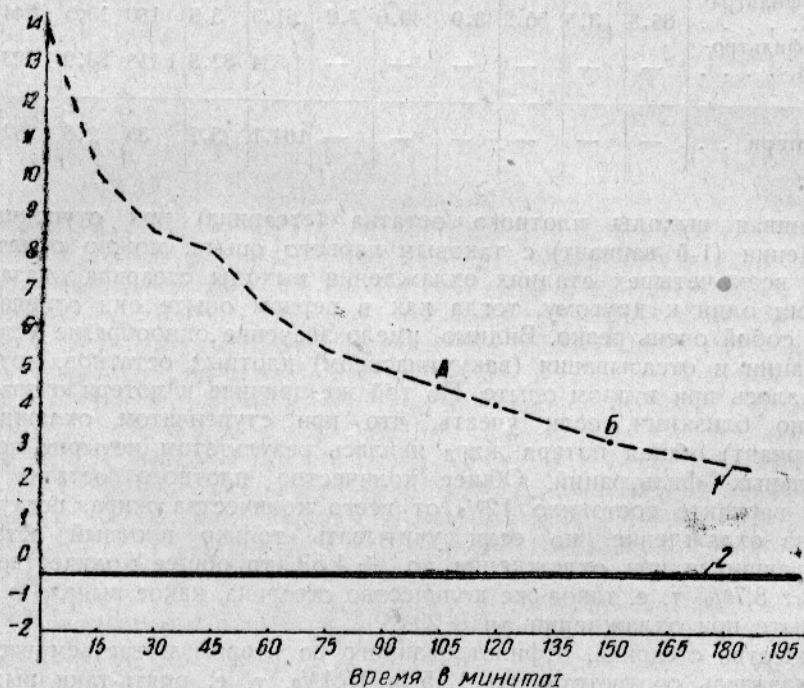


Рис. 3. Температурные изменения холодильной камеры и жира при производственном охлаждении: 1—температура жира; 2—температура камеры; А—появление кристаллов на поверхности жира; Б—появление мути в жире

этих последовательно снижаемых температурах выдерживались в холодильной камере одновременно две партии жира: одна из них подвергалась после каждой ступени охлаждения фильтрации (см. рис. 2), другая фильтровалась один раз по достижении последней

ступени охлаждения ($0,5^{\circ}$). Отдельно ставился третий вариант охлаждения путем выдерживания жира в камере при $0,5^{\circ}$ и последующей фильтрации при той же температуре (рис. 3). Полнота осаждения стеариновой части контролировалась при каждой температуре выдерживанием фильтрата в течение ночи при той же температуре. В данном случае, в противоположность первому опыту, осадки, выпадавшие при разных температурах охлаждения жира, были более или менее одинаковой консистенции и не показали различий при фильтрации. Цвет их, как и в первом случае, был светложелтоватый.

Таблица 8

Характеристика жира	1-й вариант								2-й вар.		3-й вар.	
	ступенчатое охлаждение и фильтрация								ступенчатое охлаждение		Производств. охлаждение	
	с+13 до +5,5°		с+5,5 до +3,5°		с+3,5 до +1,5°		с+1,5 до +0,5°		с+13 до +0,5°		с+14 до +0,5°	
	г	%	г	%	г	%	г	%	г	%	г	%
Жир, поступивший на охлаждение	1 863	100	—	—	—	—	—	—	1 333	100	1 619	100
Плотный остаток после фильтрации	66,8	3,5	56,2	3,0	40,6	2,2	61,3	3,3	180	13,5	244	15,1
Жир отфильтрованный	—	—	—	—	—	—	1 534	82,3	1 118	83,9	1 323	81,7
Потери	—	—	—	—	—	—	104,1	5,7	35	2,6	52	3,2

Сравнивая выходы плотного остатка (стеарина) при ступенчатом охлаждении (1-й вариант) с таковым первого опыта, можно отметить, что на всех четырех стадиях охлаждения выходы стеарина оказались близкими один к другому, тогда как в первом опыте они отличались между собой очень резко. Видимо, имело значение однообразие условий фильтрации и отсасывания (вакуумнасосом) плотных остатков, которое соблюдалось при втором опыте. По той же причине и потери оказались довольно близкими, если учесть, что при ступенчатом охлаждении (1-й вариант) общая потеря жира явилась результатом четырех последовательных фильтраций. Общее количество плотного остатка при первом варианте составило 12% от всего количества жира, поступившего на охлаждение, но если учитывать только плотный остаток, образовавшийся при охлаждении до $+1,5^{\circ}$, то общее количество его составит 8,7%, т. е. такое же количество стеарина, какое выпало в первом опыте при охлаждении до $+2^{\circ}$.

Количества стеарина, отфильтрованного во втором и третьем вариантах, оказались соответственно 13,5 и 15,1%, т. е. опять-таки выходы стеарина получились довольно близкими, во всех трех вариантах охлаждения. Для характеристики стеариновых и жидких фракций жира, полученных в разных условиях охлаждения, определялись химические показатели их, которые приведены в табл. 9.

Сопоставляя иодные числа стеариновых фракций 1-го варианта с таковыми 1-го варианта предыдущего опыта, мы замечаем иной характер изменений их, именно иодные числа стеариновых фракций кроме первой весьма близки между собой: они отличаются друг от друга

Таблица 9

Наименование показателя	Исходный тресковый жир	1-й вариант					2-й вар.		3-й вар.	
		с 13 до 5,5	с 5,5 до 3,5	с 3,5 до 1,5	с 1,5 до 0,5		с 13 до 0,5		с 14 до 0,5	
		стеарин 1-й фракции	стеарин 2-й фракции	стеарин 3-й фракции	стеарин 4-й фракции	фильтрат жира	стеарин	фильтрат жира	стеарин	фильтрат жира
Удельный вес	0,9280	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Иодное число	150,7	120,7	130,2	128,4	129,4	153,5	136,7	154,4	136,6	153,7
Неомыляемые	1,34	0,91	0,93	0,92	0,79	1,32	0,80	1,07	0,93	1,14
Число омыления	174,1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Кислотное число	0,63	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Твердые кислоты по Твитчелю	13,2	18,2	17,8	17,4	17,8	12,0	16,6	12,2	17,2	11,2

максимум на 2 единицы, в то же время все они отличаются весьма заметным образом от стеариновых фракций 2-го и 3-го вариантов. Суммируя все фракции 1-го варианта, мы получим среднее иодное число стеариновой фракции в целом около 129, оно значительно ниже соответственных стеариновых фракций 2-го и 3-го вариантов, хотя выходы их во всех трех вариантах не так уже разнятся между собой. Разумеется, разница в иодных числах между жидкими стеариновыми фракциями весьма значительна. Аналогично иодным числам фракции 1-го варианта содержат почти одинаковые количества твердых кислот по Твитчелю, что также не совпадает с данными табл. 7. Таким образом, выходит, что при ступенчатом охлаждении осадки, выпадающие из жира, по мере понижения температуры оказываются как будто близкими по составу в смысле количества насыщенных кислот, входящих в молекулы триглицеридов. Количество неомыляемых в стеариновых фракциях во всех случаях оказываются ниже, чем в жидких фракциях, т. е. в стеариновых осадки переходит некоторая часть неомыляемых веществ, очень небольшая по абсолютной величине. Столь резкое отличие характера стеариновых осадков, особенно при ступенчатом охлаждении, от результатов ступенчатого охлаждения предыдущего опыта в камере навело на мысль испытать их отношение к повышению температуры, исходя из предположения, что при одинаковом составе они должны одинаково относиться к повышению температуры. С этой целью все стеариновые фракции выдерживались несколько суток при температуре около 17° и затем подвергались фильтрации под вакуумом. Уже через несколько суток, когда осадки должны были принять температуру помещения, в котором они выдерживались, оказалось, что 4-я фракция 1-го варианта, выпавшая при охлаждении от 1,5 до 0,5°, стала жидкой. Остальные оставались полутвердыми до начала фильтрации. Результаты фильтрации и химическая характеристика твердых остатков после фильтрации представлены в табл. 10.

Как видно из таблицы, все стеариновые фракции при повышении температуры до 17° потеряли значительную долю своей твердой массы, которая перешла в жидкое состояние и была отфильтрована при разрезании. В зависимости от степени охлаждения, при которой образовывалась стеариновая фракция при ступенчатом охлаждении, после фильтрации при 17° меньше всего потеряла первая (68,3%), затем вторая фракция (80,5%), третья фракция (91,8%), а четвертая фракция оказалась вся жидкой; во 2-м и 3-м варианте потери составляли соот-

Таблица 10

Характеристика осалка и показатели	1-й вариант								2-й вар.		3-й вар.	
	Ступенчатое охлаждение и фильтрация								ступен- чатое охлаж- дение		произ- водств. охлаж- дение	
	с 13 до 5,5°		с 5,5 до 3,5°		с 3,5 до 1,5°		с 1,5 до 0		с 13,5 до 0,5°		с 14 до 0,5°	
	г	%	г	%	г	%	г	%	г	%	г	%
Количество стеариновой фракции для опыта	17,6	—	27,0	—	17,2	—	жидкая при 17° С		29,1	—	16,9	—
Выход твердого остатка при +17	5,57	31,7	5,26	19,5	1,41	8,2			3,07	10,6	1,08	6,4
Отношение к исходному жиру	—	1,14	—	0,62	—	0,20			—	1,42	—	0,96
Иодное число	105,9	—	117,1	—	96,8	—			100,1	—	76,9	—
Твердые кислоты по Твитчелю	26,1	—	21,2	—	—	—			—	—	—	—

ветственно 89,4 и 93,6%. Таким образом, больше всего осталось в твердом состоянии первой фракции, выпавшей при наиболее высокой температуре охлаждения, и меньше всего стеариновой фракции 3-го варианта. Приведенные выше данные показывают, что по составу триглицеридов стеариновые фракции ступенчатого охлаждения значительно разнились друг от друга. Уменьшение выхода стеарина при 17° для остальных фракций варианта 1-го и фракции варианта 2-го и 3-го объясняется тем, что образовавшийся в них при 17° жидкий жир растворял в себе оставшиеся при этой температуре твердые триглицериды и тем в большем количестве, чем больше такого жира оказалось в стеариновой фракции. Например, из таблицы видно, что от максимального выхода стеариновой фракции при +0,5° 3-го варианта (15,1% от исходного жира) стеарина при 17° осталось меньше всего. Последнее обстоятельство оказало со своей стороны влияние на значительное снижение иодного числа по сравнению с иодным числом остальных стеариновых фракций при 17°.

В результате проведенной выше работы мы приходим к заключению, что технологический процесс переработки трескового жира-сырца на фильтровочном заводе нуждается в изменении температурного режима охлаждения жира и прессования стеарина. На фильтровочном заводе при настоящих температурных условиях прессования около 80% стеарина отжимается прессом; в дальнейшем эта масса должна поступать в переработку или вместе с жиром-сырцом или перерабатываться отдельной партией. В обоих случаях должен получиться отход полужидкой массы с температурой плавления на несколько градусов выше нуля градусов. Изменением технологического процесса переработки жира-сырца возможно обеспечить тот же выход 3—4% стеарина, который получается в настоящее время на фильтровочном заводе. Если принять положение, что прессование следует проводить при температуре фильтрации жира, то жидкий жир, механически задержанный сырым стеарином, совершенно не будет растворять твердых триглицеридов, и результатом прессования окажется только выделение жидкого при данной температуре жира. Исходя из последнего, можно наметить температуру, проведение процесса при которой обеспечит такой же выход стеарина, какой получается в настоящее время на фильтровочном заводе. За эту температуру нужно принять 2—3° выше нуля, основ-

ваясь на том соображении, что ступенчатое охлаждение до $1,5^{\circ}$ дало в последнем опыте около 8,7% стеарина от исходного жира и что при последующем прессовании при температуре около 2° выделится еще около 80% жидкого жира. Однако эти выводы должны быть проверены в производственных условиях фильтровочного завода.

Таким образом, схема измененного технологического процесса такова: жир-сырец после очистки центрифугированием или отстаиванием в хранилищах направляется в баки-камеры охлаждения с температурой $3-4^{\circ}$ ниже 0° , где охлаждается до $+2^{\circ}$ и затем с той же температурой поступает на фильтрацию в помещения, где температура держится также около $+2^{\circ}$. Сырой стеарин с фильпресса передается без предварительного выдерживания на гидравлический пресс и прессуется при той же или близкой к ней температуре. Правда, получаемый при фильтрации готовый жир не будет удовлетворять требованиям государственной фармакопеи СССР, согласно которой жир при стоянии в течение 3 час. не должен совершенно выделять кристаллического осадка, но и в условиях работы фильтрозавода получается жир с примерно 13% жидкого остатка при прессовании, который не удовлетворяет требованиям государственной фармакопеи. С другой стороны, есть ряд литературных указаний о целесообразности употребления очищенного трескового жира без выделения из него стеарина. Так например, в работе J. Hjort'a по производству жира из тресковой печени содержится указание на опыты проф. Фрелита, который констатировал эффективность действия содержащего стеарин трескового жира на рост маленьких детей и отсутствие какого-либо вредного действия на них. С другой стороны, по исследованиям норвежского профессора Paulsson'a часть витаминов находится именно в твердой части жира — стеарина, в котором тоже содержится неомыляемая часть жира, как и в свободном от стеарина жире. По данным Drummond'a витамины находятся в неомыляемой части жира. Из американской практики известно, что тресковый жир при скормливании птицам (курам) без выделения из него стеарина содержал более 500 единиц витамина А и более 75 единиц витамина D на 1 г.

Выводы

1. Существующий в настоящее время температурный режим переработки трескового жира сырца не является оптимальным.

2. При ступенчатом охлаждении жира сначала выпадают «стеарины», обогащенные твердыми кислотами, а затем концентрация твердых кислот в них постепенно падает.

3. При повышении температуры сырого стеарина в прессовальной камере в жидкое состояние переходят не только глицериды, не способные оставаться твердыми при данной температуре, но и часть таких, которые, сами по себе будучи твердыми при указанной температуре, способны растворяться в отделяемой из стеарина жидкой части.

4. Прессование в условиях повышенной температуры влечет не только выделение жидкого жира, но и части твердых глицеридов, тем больше, чем выше выход сырого стеарина.

5. На основании проведенного исследования оптимальной температурой процесса следует считать температуру, близкую к $+2^{\circ}$, однако величина последней должна быть проверена в производственных условиях.

SUMMARY

1. The thermal regime now in use in the treatment of raw cod-liver oil cannot be regarded as optimum.

2. In the step-cooling of fat the „stearins“ enriched by solid acids separate and their concentration of solid acids gradually decrease.

3. As the temperature of crude „stearine“ in the pressing chamber increases, not only those glycerids pass into liquid state, which are not able to remain solid at the temperature given but also a part of glycerids which although remaining solid at this temperature are able to dissolve in the liquid part separated from the „stearine“.

4. Pressing under conditions of high temperature extracts not only the liquid oil but also a part of solid glycerids, this part being the greater, the higher the yield of raw „stearine“.

5. On the basis of the investigations described, a temperature approaching $+2^{\circ}$ must be considered as optimum; however this value has to be tested under commercial conditions.
